



Institutionen för kemi
Laborationsrapport

Laborationsrapport

Organisk kemi, KE0048

I själva försättsbladet (den här sidan) kan du bara göra ändringar i vissa menyer och textfält. Använd TAB- eller PIL-tangenterna för att flytta mellan de olika menyerna eller ifyllningsbara textfälten. På senare sidor kan du lägga in text och bilder helt enligt egna önskemål!
Om kurskod, kurstid, inlämningstid eller ditt namn inte stämmer i sidhuvudet, så kontrollera att du fyllt i korrekt på första sidan och:
För Word 2003: byt vy ('View') till 'Normal' och byt sen tillbaks till vyn 'Print Layout'!
För Word 2007: ej klarlagt

Laboration : Labb Tunnskiktskromatografi

Namn : Per Jansson

Grupp : B1

E-mail : Per.Jansson@stud.slu.se

Facknummer : 78

Inlämningsdatum : 2010-09-30

Registr. på kemikurs : Period 2, HT-2010

Kurskod : KE0048

Labpartner : Kristina Karlsson

Labhandledare : Christina Nord

Nedanstående fält skall fyllas i av din labbhandledare
Laborationen är godkänd endast då ordet 'Godkänd' har skrivits i rutan nere till vänster av din labbhandledare

Datum för 1:a retur	Datum för 2:a retur	Datum för 3:e retur	Datum för 4:e retur	Datum för 5:e retur
Godkännanderuta		Godkännandedatum	Godkännande labbhandledares signatur	

En laborationsrapport skall tydligt visa graden av förståelse hos studenten och den ska i normalfallet innehålla nedanstående sex delar. Laborationsrapporter ska dessutom vara 'snygga och prydliga' och vara skrivna med ett vetenskapligt och stringent språk så att en läsare (en kemist) snabbt, entydigt och enkelt kan förstå vad som menas. För de flesta laborationsrapporter bör 2-3 A4-sidor text (pos. 2-6 nedan) vara normalt. Försättsblad och ev. bilagor tillkommer.

1	Försättsblad	Laborationens titel, namn, e-mailadress, fack, labbgrupp, labbpartner, labbhandledare, kurskod, datum för inlämning/senaste inlämning. Använd gärna ett förtryckt försättsblad som finns bl.a. på kurshemsidorna under http://slunik.slu.se (studentportalen?) och möjligen på KÖLs studentdatorer.
2	Inledning / Syfte	Praktiskt -t.ex. Att rena acetanilid från föroreningar genom omkristallisation. Pedagogiskt -Vilket/Vilka avsnitt i teorin tas upp i labben? Vad lär du dig?
3	Utförande	Huvuddragen i laborationen ska redovisas i text. För detaljer går det bra att hänvisa till laborationsbeskrivningen i kompendiet, men notera då alla eventuella iakttagelser och avvikelser från beskrivningen som gjorts. Utförandet ska beskrivas i stora drag så att en läsare kan förstå den övergripande gången under laborationen. Läsaren ska inte behöva läsa labbanvisningarna i kompendiet för att få veta om det var en analytisk labb eller en synteslabb.
4	Resultat	Beräkningar, resultat av beräkningar, övriga resultat uttryckt i ord.
5	Diskussion / Slutsats	Vilka avvikelser har gjorts från handledningen och vilka konsekvenser har detta haft på resultaten? Vad är slutsatsen av laborationen. Varför blev det som det blev?
6	Referenser	Litteraturreferenser du hänvisar till: T.ex. labbkompendiet för din kurs.
7	Bilagor	T.ex. destillationsprotokoll, syntesprotokoll, kromatogram

Institutionen för molekylärbiologi, som ansvarar för de flesta grundkurser i biokemi vid SLU, har sammanställt en 'lathund' för hur man skriver labbrapporter. Jag har i stort sett kopierat den texten i kurskompendiet sid. 43.

Ett exempel på engelska för hur man kan skriva en labbrapport i biokemi finns på http://xray.bmc.uu.se/Courses/pdf/Sample_lab_report.pdf

Organisk kemi - KE0048

Laboration 1: TLC, Thin Layer Chromatography

N.N., ES2

Abstract

TLC (Thin Layer Chromatography) has been used to identify compounds in a binary mixture. Using four reference compounds, the identity of the two unknown could be established as being ethyl 4-hydroxy benzoate and trans-stilbene.

Inledning och syfte

TLC, eller tunnskittskromatografi (Thin Layer Chromatography), är en enkel och snabb metod för att separera och analysera olika komponenter i en blandning av kemiska ämnen. Metoden är användbar för att till exempel avgöra hur långt en reaktion fortlöpt, finns startmaterial kvar, har rätt produkt bildats osv. Renheten av ett prov kan avgöras och även identifiering av substanser kan göras om lämpliga referenssubstanser är tillgängliga. Syftet med laborationen var att ge en praktisk erfarenhet av kromatografi baserad på våra teoretiska kunskaper.

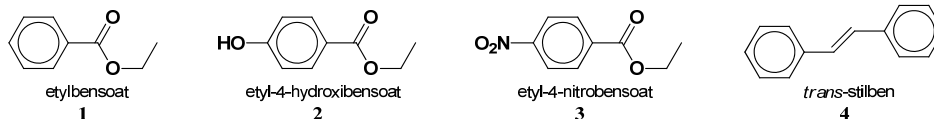
TLC fungerar genom att några mikroliter av en provlösning appliceras på en platta med en fast, eller stationär, fas. Ofta består den stationära fasen av kiselgel. TLC-plattan med applicerade prov och eventuella referenser placeras stående i en TLC-vanna innehållande lämpligt lösningsmedel, mobilfas, upp till några millimeters höjd. Kapillärkrafter får mobilfasen i TLC-vannan att vandra uppåt genom den fasta fasen. Provlösningens olika komponenter separeras efter hur fördelningsjämvikten mellan stationär- och mobilfas för de olika komponenterna ser ut. I ett TLC-system med kiselgel som stationär fas och t.ex. hexan eller toluen som mobil fas är fördelningsjämvikten för polära ämnen mycket mer förskjuten åt den stationära fasen (dvs de rör sig en kort sträcka, de 'sitter fast' på stationärfasen, låga Rf-värden), medan fördelningsjämvikten för opolära ämnen är mer förskjuten åt mobilfasen (dvs de rör sig en lång sträcka, de 'flyter med' mobilfasen, höga Rf-värden). Substanser med hög polaritet och förmåga att bilda vätebindningar attraheras mer till kiselgelsplattan och de rör sig mycket långsammare än mobilfasen. Substanser med låg polaritet rör sig nästan lika snabbt som mobilfasen.

Principen om "lika löser lika" är ett förenklat sätt att beskriva detta fenomen.

Kvoten av hur långt en substans rört sig och hur långt lösningsmedelsfronten rört sig ger det så kallade Rf-värdet (Fractional Retention, retentionskvot).

Utförande

Uppgiften bestod av att identifiera innehållet i en flaska med två substanser. Givet var fyra kända referensämnen, av vilka två var identiska med de ämnen i flaskan som skulle identifieras.



Kiselgelsplattor med de ungefärliga måtten 80 mm x 40 mm användes i alla experiment. Provlösning och lösningar av referenssubstanserna applicerades på kiselgelsplattorna mha kapillärer. Två olika mobilfaser, eller lösningsmedelsblandningar, användes för att kunna identifiera de två substanserna i provet. Mobilfaser med petroleumeter och etylacetat med volymförhållandena 8:1 och 1:1 användes. På en platta får tre ämnesappliceringar plats, provblandningen är med på alla, det ger två plattor per lösningsmedel. Totalt kromatograferades fyra TLC-plattor. Varje ämne kromatograferas minst en gång i varje mobilfas.

Resultat

Platta Nr. 1 Petroleumeter : etylacetat 1:1

1, Okänd a; 4,3 cm och 4,75 cm **2**, Trans-stilben a; 4,7 cm **3**, etyl-4-nitrobensoat a; 4,6 cm
Lösningensmedelsfront: 4,9 cm. Rf- värden **1**, 0,88 & 0,97 **2**, 0,96 **3**, 0,94

Platta Nr. 2 Petroleumeter : etylacetat 1:1

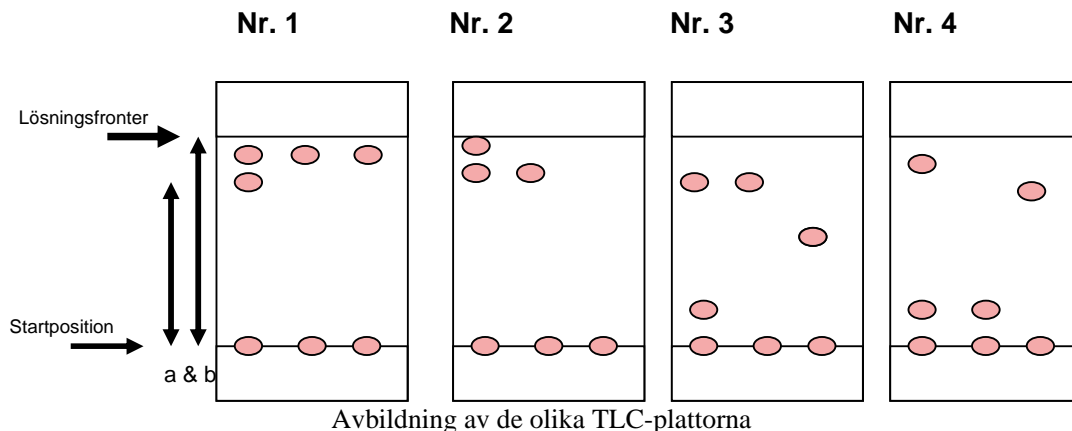
1, Okänd a; 4,25 cm & 4,7 cm **2**, etyl-4-hydroxibensoat a; 4,25 cm **3**, etylbensoat a; 4,4 cm
 Lösningsmedelsfront: 4,8 cm. Rf-värden **1**, 0,89 & 0,98 **2**, 0,85 **3**, 0,92

Platta Nr. 3 Petroleumeter : etylacetat 8:1

1, Okänd a; 0,7 cm & 3,4 cm **2**, Trans-stilben a; 3,4 cm **3**, etyl-4-nitrobensoat a; 2,4 cm
 Lösningsmedelsfront: 4,3 cm. Rf-värden **1**, 0,16 & 0,79 **2**, 0,79 **3**, 0,56

Platta Nr. 4 Petroleumeter : etylacetat 8:1

1, Okänd a; 0,8 cm & 4,0 cm **2**, etyl-4-hydroxibensoat a; 0,8 cm **3**, etylbensoat a; 3,5 cm
 Lösningsmedelsfront: 4,5 cm. Rf-värden **1**, 0,17 & 0,88 **2**, 0,17 **3**, 0,78

**Diskussion och slutsats**

Bäst separation av ämnena erhöles när lösningsmedlet huvudsakligen bestod av den opolära petroleumeter vilken inte hjälpte till att "dra" upp de ämnen som var mer polära eller kunde skapa vätebindningar. Man kan se hur viktigt valet av eluerings-lösningsmedel är för att ge en bra analys vid TLC.

Alla ämnen fick Rf-värden i det snäva intervallet 0,85 till 0,98 i 1:1 lösningen där det relativt polära lösningsmedlet kunde konkurrera alltför bra med den polära stationärfasen.

I den mer opolära mobilfasen, åtta delar petroleumeter och en del etylacetat, fick de ämnen som var mer polära eller kunde skapa vätebindningar ingen större hjälp av lösningsmedlet att vandra uppåt, med 'flödet' av mobilfas, och mer distinkta och särskilda värden kunde utläsas och de sökta ämnena kunde identifieras. Intervallet för Rf-värden blev i detta fall 0,16 till 0,88. De okända substanserna är: trans-stilben och etyl-4-hydroxibensoat.

Etyl-4-hydroxibensoat:	Trans-stilben:
<chem>CCOC(=O)c1ccc(O)cc1</chem>	<chem>C=Cc1ccccc1c2ccccc2</chem>

Referenser

Kompendiet för Organisk kemi, KE0048, 2010, SLU.

Bilagor

Inga bilagor