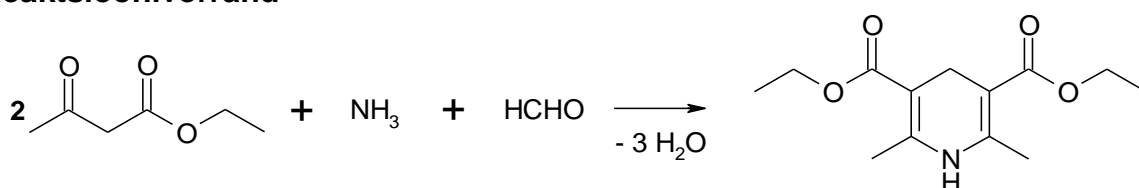


2016/2017 õa keemiaolümpiaadi lõppvoor
PRAKTILINE TÖÖ
1. aprill 2017
11. ja 12. klass

Dietüül-2,6-dimetüül-1,4-dihüdropüridiin-3,5-dikarboksülaadi süntees

Tänapäeval tuntakse selle klassikalise reaktsiooni erinevaid modifikatsioone, näiteks, kasutatakse ammoniaagi asemel ammooniumatsetaati ja formaldehüüdi asemel urotropiini.

Reaktsioonivõrrand



Kemikaalid ja reagentid

0,5 g ammooniumatsetaati	(valmis kaalutud, plastiktuubis tähisega AA)
0,2 g urotropiini	(valmis kaalutud, plastiktuubis tähisega Urt)
1,95 ml etüülatsetoatsetaati	(valmis mõõdetud, punase korgiga katseklaasis tähisega EAA) d 1,029 g/ml
8 ml etanooli	(10 ml korgiga katseklaasis tähisega EtOH)
Heksaan	(ühises kolvis tähisega Hex)
Etüülatsetaat	(ühises kolvis tähisega EtOAc)

Planaarkromatograafia vooluti:

heksaan/etüülatsetaat 2:1 (tuleb ise teha, kokku ca 6 ml)

Kemikaalide ohutus:

Hoiduge kõikide kemikaalide puhul kontaktist naha ja silmadega ning vältige nende aurude sissehingamist. Hoidke oma töökohal puhtust ja korda.

Te peate kogu eksperimendi ajal kandma kitlit, kaitseprille (või oma prille) ja kaitsekindaid. Ohutusnõuete eiramisel saate karistuspunkte.

Töövahendid ja klaasnõud

- 25 ml pirnkolb, plastiklehter
- jahuti, voolikud
- magnetsegaja, segajapulk

- statiiv, käpp, muhv
- 10 ml korgiga mõõtudega katseklaas
- 10 ml mõõtudega katseklaas destilleeritud vee jaoks
- Pasteuri plastikpipett (3 ml), spaatel
- klaasfilter, vahetükk, ümarkolb
- Petri tass, plastikkarip jäävanniks
- planaarkromatograafia (TLC) nõu kaanega
- TLC plaadid, pliiats, joonlaud, pintsetid
- TLC kapillaar, plastiktuub proovilahuse jaoks (P)
- foolium

Eksperimendi eeskiri

1. Lahustage magnetsegaja kohale statiivile kinnitatud 25 ml pirnkolvis **0,5 g** ammooniumatsetaati ja **0,2 g** urotropiini **5,5 ml** etanoolis (teie katseklaasis on 8 ml).
2. Lisage seejärel saadud lahusele **1,95 ml** etüülatsetoatsetaati, loputage katseklaasi ~0,5 ml etanooliga ja valage samuti kolbi.
3. Asetage jahuti kolvi peale ja viige reaktsioonisegu keemiseni. Jätkake kuumutades segamist 30 minutit. Efektivsemaks kuumutamiseks keerake magnetsegaja temperatuuri regulaator esialgu maksimumasendisse ja kui jahuti otsast hakkab kondensaat tilkuma, reguleerige temperatuur selliseks, et segu keeks ühtlaselt. Vajadusel võib kolvi ümber panna fooliumi.
4. Pärast pooltunnist keetmist lülitage magnetsegaja välja ja eemaldage kolvi alt. Jahutage kolbi algul õhu käes (ca 5 – 10 min) ja seejärel plastikkarbis külma kraanivee ja jää seguga.
5. Filtrige tekkinud kollased kristallid klaasfiltril vaakumpumba abil.
6. Peske sadet filtril **ca 1 ml jääkülma** etanooli, siis **2 ml** vee ja veelkord **1 ml** etanooliga, kasutades selleks plastikpipetti. Efektivsemaks pesemiseks eemaldage vaakumvoolik filtrimisseadmest. Iga vakumeerimise ajal suruge sade filtril klaaskorgiga kokku.
7. Kuivanud sade viige kaalutud Petri tassile.
8. Kontrollige sünteesiproducti puhtust **planaarkromatograafia** abil. Visualiseerige producti laik (samuti lisandite laigud, kui neid on) elueeritud plaadil **ultraviolettlambi (UV)** all. Arvutage kromatograafiaplaadil liikunud aine(te) retentsioonifaktor(id) R_f . Valmis kromatogrammi finišijoone kohale kirjutage oma võistlejakood.
9. Kaaluge kuivanud product ja arvutage sünteesi teoreetiline saagis grammides ja praktiline saagis protsentides.

VASTUSTELEHT

Võistleja KOOD

1. Kirjutage reaktsiooni mehhanism.

Petri tassi nr

2. Saagise arvutus

Petri tassi mass: g

Petri tassi mass koos produktiga: g

Produkti mass: g

Teoreetilise saagise arvutus: g

Saagise protsent: %

3. Planaarkromatograafia

l_0

$l_{r(P)}$

$R_f (P)$