

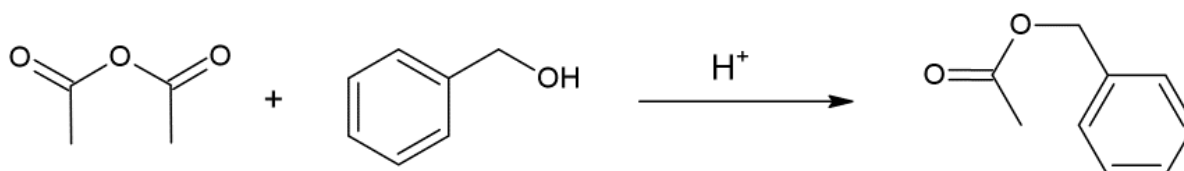
2025/2026 Keemiaolümpiaadi lõppvoorud praktiline töö

Orgaaniline süntees

15.03.2026

Bensüületanaadi süntees

Reaktsiooniskeem



Ohutusalsed nõuded:

- Kanna kaitsekindaid, kaitseprille ja kitlit kogu eksperimendi vältel.
- Kontsentreeritud väävelhape on tugeva söövitava toimega!
- Väldi kemikaalide sattumist nahale, silma, riietele ja tööpindadele. Väldi aurude sissehingamist!
- Ära kasuta rotaatoraurustit iseseisvalt!
- UV-kiirgus on kahjulik nahale ja silmadele. Kanna kaitsekindaid ja kaitseprille. Kasuta UV-lampi nii vähe kui võimalik!
- Ettevaatust klaaskapillaaridega, võivad olla väga teravad!

Reagendid ja varustus:

Reagendid:

- 2.05 g Bensüülalkoholi keeratava korgiga viaalis (**BnOH**)
- 2.03 g etaananhüdrüüdi 10 ml ümarkolvis (**Ac₂O**)
- 0.1 ml k.H₂SO₄ plastiktubis (**H₂SO₄**)
- 20 ml metüül-tert-Butüületrit lihviga mõõtudega katseklaasis (**MTBE**)
- Destilleeritud vesi pesupudelites ühiseks kasutamiseks (**H₂O**)
- 35 ml küll. NaHCO₃ lahust (**NaHCO₃**)
- Küllastatud NaCl lahus seisukolvis ühiseks kasutamiseks (**k.NaCl**)
- 0.5 g veevaba MgSO₄ mikrokatseklaasis (**MgSO₄**)
- TLC eluent (Etüülatsetaat/Heksaan 1:4) 100 ml-ses Erlenmeyeri kolvis ühiseks kasutamiseks (**EtOAc/Hex 1:4**)
- 1 ml etüülatsetaati plastiktubis TLC proovide lahustamiseks (**EtOAc**)
- Bensüülalkoholi TLC proov plastiktubis (**SM**)

Varustus:

- 10 ml ümarkolb koos valmis kaalutud **Ac₂O**-ga
- Nummerdatud 50 ml ümarkolb ekstrakti kokku aurutamiseks
- 25 ml Erlenmeyeri kolb lihviga
- Magnetsegajapul
- Magnetsegajapliit
- Õhkjahuti (lihviga klaastoru)
- 100 või 250 ml jaotuslehter korgiga
- 100-150 ml keeduklaas (2 tk.)
- Käpad, muhvid, statiiv, jaotuslehtri rõngas
- Plastpipetid (3 tk.)
- Klaaspulk
- Plastiktub saadud produktist TLC proovi valmistamiseks (**P**)
- Elueerimisnõu kaanega
- Õhukese kihi kromatograafia (TLC) plaat
- UV- lambid (2 tk.) ühiseks kasutamiseks
- Kaalud (2 tk.) ühiseks kasutamiseks
- Pliiats, joonlaud, pintsetid

Sünteesi protseduur:

- 1) Lisa ettevaatlikult magnetsegajapulk 10 ml ümarkolbi, kuhu on eelnevalt kaalutud vajalik kogus etaananhüdriidi (Ac_2O). Kinnita kolb käpa ja muhvi abil statiivi külge.
- 2) Veendu, et magnetsegaja pliidi küte on välja lülitatud!
- 3) Alusta segamist (seguri regulaatori asend = 2).
- 4) Lisa kolvis segatavale etaananhüdriidile 1 tilk k. H_2SO_4 (H_2SO_4). Lisamisel tuleb veenduda, et väävelhape satub etaananhüdriidi sisse.
- 5) Seejärel paigalda kolvile õhkjahuti ja alusta bensüülalkoholi (BnOH) tilkhaaval (1 tilk – 3-4 sekundi jooksul) lisamist etaananhüdriidile läbi õhkjahuti. **NB!** Pööra tähelepanu reaktsiooni soojusefektile!
- 6) Kui kogu bensüülalkohol on lisatud, sega reaktsioonisegu veel 15 minutit toatemperatuuril.

NB! Selle aja jooksul lahenda ülesandeid vastuste lehel. Kaalu nummerdatud ümarkolb (kaalumiseks kasuta kummirõngast) ning kirjuta selle mass vastuste lehele.

Toorprodukti puhastamine hape-alus ekstraheerimise teel:

7) Kinnita statiivi külge jaotuslehtri rõngas ja aseta jaotuslehter rõnga sisse. Jaotusletrit läheb vaja järgmiste etappide juures.

NB! Veendu, et jaotuslehtri kraan on mõõdukalt pingutatud ja on kinni (kraani asend on jaotusletriga risti). Igaks juhuks tuleb hoida jaotuslehtri tila all keeduklaasi!

8) Vala 100-150 ml keeduklaasi 35 ml küll. NaHCO_3 (NaHCO_3) lahust, lisa 25 ml destilleeritud vett ning kasutades pipetti tilkhaaval lisa reaktsioonisegu keeduklaasis olevale NaHCO_3 lahusele.

NB! Hakkab eralduma gaas! Liiga kiire reaktsioonisegu lisamine võib põhjustada ülejooksu ja aine kadu.

Pärast kogu reaktsioonisegu lisamist, kanna ettevaatlikult reaktsioonikolvis olev magnetsegajapulk keeduklaasi. Veendu, et magnetsegajapliidi küte on välja lülitatud ja aseta keeduklaas pliidile. Alusta intensiivset segamist (magnetsegaja pulk peab tekitama koonuse, kuid ei tohi keeduklaasis hüpata) ning jätk

segamist kuni gaasi eraldumise lõpuni.

Seejärel lülita segamine välja, eemalda keeduklaasist magnetsegajapulka (kasuta selleks magneetilist ekstraktorit) ning vala keeduklaasi sisu jaotuslehtrisse. Lisa keeduklaasi 10 ml metüül-tert-Butüületrit (**MTBE**), ettevaatlikult loputa sellega keeduklaasi ning vala MTBE jaotuslehtrisse.

9) Sulge jaotuslehter korgiga (tihedaks sulgemiseks tuleb korki mõõdukalt suruda jaotuslehtri lihvi sisse ja natuke pöörata kas paremale või vasakule!). Jaotuslehtrit tuleb hoida tugevalt ja kahe käega: üks käsi hoiab korki, teine hoiab jaotuslehtri kraanist. **NB!** Ülerõhk ja tekkivad gaasid võivad korki pealt ära lüüa või jaotuslehtri kraan võib hakata lekkima.

10) Loksuta jaotuslehtri sisu intensiivselt umbes 10 sekundi jooksul. Pööra jaotuslehter nii, et kraan ja tila asuksid üleval, oleksid suunatud sinust ja ümbritsevatest inimestest eemale tõmbekapi alla ning ava ettevaatlikult kraani pöörates käepideme tilaga paralleelseks. Seejärel sulge kraan ja aseta jaotuslehter rõngale kihtide eraldumiseks. **NB!** See võib võtta mõni minut aega.

11) Eralda vesifaas keeduklaasi (alumine kiht), ülemine orgaaniline kiht lase lihviga 25 ml-sse Erlenmeyeri kolbi. Sulge jaotuslehtri kraan ja vala eraldatud vesifaas tagasi jaotuslehtrisse ning korda ekstraheerimist kasutades umbes 5 ml MTBE-d. **NB!** Jäta 3-4 ml MTBE-d katseklaasi alles hiljem kuivatussoola pesemiseks! Eralda vesifaas. Jäta ülemine orgaaniline faas jaotuslehtrisse. Jaotuslehteris olevale orgaanilisele kihile lisa esimese ekstraheerimise orgaaniline faas (Erlenmeyeri kolvis) ning lisa ühendatud orgaanilisele faasile jaotuslehtrisse umbes 5 ml küllastatud NaCl lahust (**k.NaCl**). Sulge jaotuslehter korgiga ja loksuta intensiivselt umbes 10 sekundi jooksul, lase välja ülerõhk ning lase kihtidel eralduda.

12) Eralda kihid, lase ülemine faas 25 ml-sse Erlenmeyeri kolbi ja lisa sinna etteantud kogus veevaba $MgSO_4$ (**MgSO₄**). Segage klaaspulgaga mõne minuti jooksul. Seejärel dekanteeri (vala vedelik sademe kohalt ära) kuivatatud lahuse eelkaalutud 50 ml-sse ümarkolbi. **NB!** Väldi kuivatusaine tükide sattumist ümarkolbi! Lisa kuivatusaine jäägile 3-4 ml MTBE-d ja segage läbi. Lase $MgSO_4$ soolal settida põhja ning dekanteeri loputuslahus ümarkolbi. Enne lahuse kokku aurutamist võta MTBE-s lahusest 2-3 tilka TLC analüüsi jaoks ja lisa mikrokatseklaasi (**P**). Auruta ümarkolvis olev lahuse laboriassistendi abiga rotaatoraurustil ning vakumeeri saadud produkti lahusti jääkide eemaldamiseks paari minuti jooksul.

NB! Ootamise ajal lahenda ülesandeid vastuste lehel.

13) Määra vakumeeritud produkti mass ja arvuta saagis.

TLC analüüs:

Lahusta TLC proovid (**P**) ja (**SM**) umbes 0.5 ml etüülatsetaadis (**EtOAc**) ja teosta TLC analüüs kasutades eluendina etüülatsetaadi ja heksaani 1:4 segu (**EtOAc/Hex 1:4**).

NB! Märki selgelt stardi ja frondi jooned, visualiseeri TLC plaati UV-lambi all (254 nm), tähista laigud ja arvuta retsensiooni faktorid (R_f) nii lähteaine, kui ka produkti jaoks.

Vastuste leht

Kood:

Ümarkolvi number:

Ümarkolvi mass:..... g

1. Saagise arvutamine:

Etaananhüdrüidi mass: g

Bensüülalkoholi mass: g

Bensüületanaadi molaarmass:..... g/mol

Tühja ümarkolvi mass: g

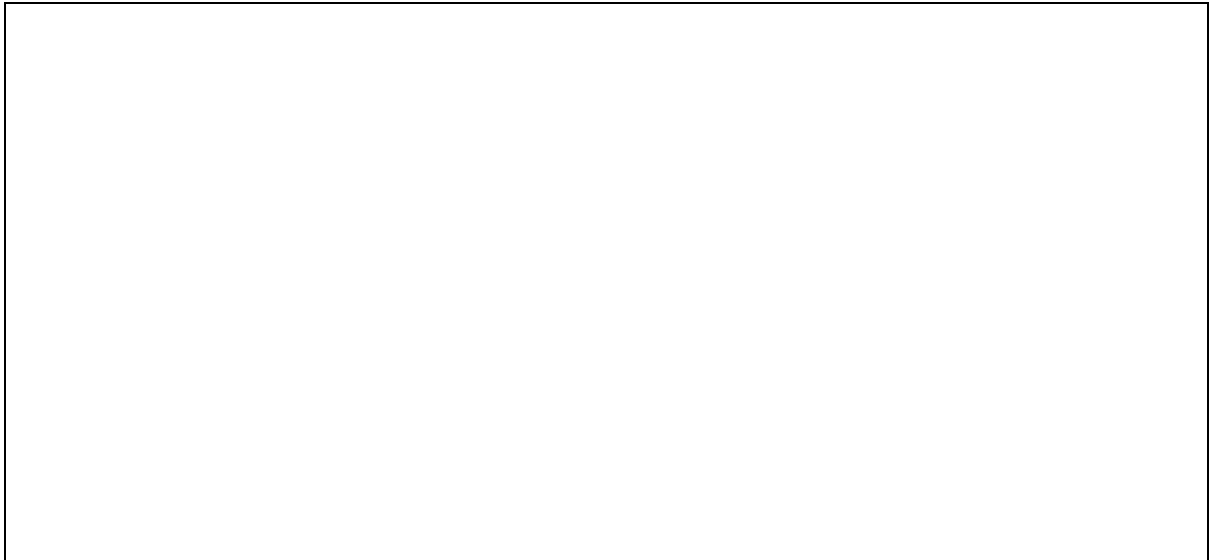
Tühja ümarkolvi mass + vakumeeritud produkt:g

Teoreetiline (100%) saagis:.....g

Produkti mass: g

Vastus: Reaktsiooni saagis on %

2. Kirjuta toimunud reaktsiooni mehhanism:



3. Milline roll on reaktsioonis kasutatud väävelhappel? Seleta 2-3 lausega.



4. Milline ühend moodustus reaktsiooni käigus lisaks estrile? Kirjuta selle valem. Samuti kirjuta keeduklaasis toimunud reaktsiooni võrrand.



5. Õhukese kihi kromatograafia – laikude retentsioonifaktorite (R_f) määramine:

Vahemaa stardi- ja frondijoone vahel: cm

Vahemaa stardijoone ja lähteaine laigu vahel: cm

Vahemaa stardijoone ja produkti laigu vahel: cm

Kas lähteaine esineb produktis? (Jah/Ei) Joonista ring õige väite ümber.

Laikude arv reaktsiooni produktis: (tk.)

R_f (lähteaine) =

R_f (produkt) =