

2009/2010 õ/a keemiaolümpiaadi lõppvoor
PRAKTILINE TÖÖ
13. märts 2010

1,4-di-tert-butüül-2,5-dimetoksübenseeni süntees

Ohutustehnika

Kõik kasutatavad kemikaalid on tervisele ohtlikud ained. Selle tõttu **vältige nende sattumist nahale, silma ja lauale**. Kogu eksperimendi vältel tuleb teil kanda **kitlit, kaitsekindaid ja -prille**. Ohutustehnika nõuete rikkumise eest võidakse teil vähendada punktide arvu.

Probleemide korral pöörduge koheselt juhendaja poole.

Reagendid ja vahendid

360 mg 1,4-dimetoksübenseeni	kaaluklaasis	diMeOBs
1,5 cm ³ äädikhapet	punase korgiga katseklaasis	CH₃COOH
~1 cm ³ tert-butüülalkoholi (d 0,79)	korgiga plastiktopsis	t-BuOH
~2 cm ³ konts. väävelhapet	mõõtudega katseklaasis	H₂SO₄
jää	ühistes nõudes kõikide võistlejate jaoks	
destilleeritud vesi	10 cm ³ korgita katseklaasis, lisaks pesupudelites	
heksaan	TLC eluendi komponent, 2 kolbi kõikide võistlejate jaoks	
etüülatsetaat	TLC eluendi komponent, 2 kolbi kõikide võistlejate jaoks	
50 cm ³ ümarkolb	plastiklehter	
magnetsegaja ja segajapulk	statiiv, käpp, muhv	
jäävanniks plastikkarp		
1 ml plastiksüstal	tert-butüülalkoholi mõõtmiseks ja lisamiseks	
Pasteuri klaaspiipett	konts. H₂SO₄ lisamiseks, mõõtudeta katseklaasis	
klaasfilter		
vaakumfiltrimiseseade	üks 4 võistleja jaoks	
Petri tass produkti jaoks		
Pasteuri plastikipett dest. vee	lisamiseks	
kaanega voolutusnõu	kapillaarid (2 tk)	
silikageeliplaat	spaatel, pintsetid, pliiaats, joonlaud	
plastiktopsisid (Eppendorfid)	lähteaine (L) ja produkti (P) lahuste valmistamiseks	
Pasteuri pipetid	produkti ja lähteaine lahustamiseks (asuvad vooluti kolbide juures)	
UV-lamp	2 tk, ühine kõikide võistlejate jaoks	
kaalud	2 tk, ühine kõikide võistlejate jaoks	

Eksperimendi kirjeldus

Lahustage magnetsegajal segades 50 cm³ ümarkolvis **360 mg 1,4-dimetoksübenseeni 1,5 cm³ äädikhappes**.

Mõõtke ja lisage 1 cm³ plastiksüstlaga **0,6 cm³ tert-butüülalkoholi**. Jälgige, et süstlasse ei jääks õhumulle.

Jahutage segu jäävannis, jätkates samal ajal segamist, ja lisage segule tilkhaaval Pasteuri pipetiga kontsentreeritud väävelhapet (~1,3 – 1,5 cm³) **kuni tekib kahvatukollakas sade**. Väävelhapet Pasteuri pipetiga lisades peab olema veendunud, et enne järgmise tilga lisamist oleks eelmine tilk väävelhapet hoolikalt reaktsiooniseguga segatud. Kasutatud pipett asetage tagasi tühja katseklaasi.

Eemaldage segu jäävannist, laske soojeneda toatemperatuurini ja segage seejärel veel 25 minutit.

Jahutage segu jälle jäävannis (0°C), misjärel lisage väga ettevaatlikult aeglaselt segades 3 tilka vett. Algab produkti kristallumine.

Lisage jahutades ja segades ettevaatlikult tilkhaaval veel **7,5 cm³** jäävannis jahutatud destilleeritud vett.

Pärast vee lisamist segage reaktsioonisegu hoolikalt, et kolvi põhja ei jääks kleepunud kollast ainet. Veenduge, et kogu sademe kollakas värvus on kadunud.

Laske produktil 10 minutit segamata kristalluda ja filtrige seejärel tekkinud kristallid vaakumfiltrimisseadmega. Vajadusel kasutage aine ülekandmiseks destilleeritud vett. Peske sadet hoolikalt veega ja laske Petri tassil kuivada.

Kontrollige saadud aine puhtust planaarkromatograafiaga silikageeliplaadil, kasutades eluendina heksaani ja etüülatsetaadi segu (7:1).

Kandke TLC-plaadile eraldi laikudena produkti (P) ja lähteaine (L) lahused. Määrake produkti, lähteaine ja mistahes lisandi (kui neid TLC-plaadil näha on) **R_f väärtused**.

Kaaluge kuivanud saadus ja arvutage produkti saagis.

Täitke vastustelehed ja vastake teoreetilistele küsimustele.