

58. keemiaolümpiaadi lõppvooru praktiline töö
11. ja 12. klass
5. märts 2011

Ohutustehnika

Aniliin (aminobenseen) on kantserogeenne aine. Etaanhappe anhüdriid on lakrimaator. Vesinikkloriidhape on söövitava toimega. Seetõttu tuleb nende ainetega töötada ettevaatlikult, vältida aurude sissehingamist ja kontakti nahaga. Nahale sattumisel tuleb need ained koheselt veega maha pesta ja pöörduda juhendaja poole.

Atseetaniliidi süntees

Pange 50 cm³ ümarkolbi magnetsegajapulk, kinnitage kolb statiivi külge ning mõõtke kolbi 1 cm³ plastiksüstlaga **0,49 cm³** aminobenseeni (tihedus 1,02 g/cm³; asub Eppendorfis, tähis **PhNH₂**). Lisage **13,5 cm³** vett ja **0,45 cm³** kontsentreeritud vesinikkloriidhapet (vajalik kogus on Eppendorfis, tähis **HCl**) ja segage ca 5 minutit.

Valmistage mõõtudega katseklaasis lahus **0,53 g** veevabast naatriumatsetaadist (täpne kaalutis on kaalunõus, tähis **NaOAc**) **3 cm³** vees. Lisage aminobenseeni lahusele segades tilkhaaval 1 cm³ plastiksüstlaga **0,62 cm³** etaanhappe anhüdridi (asub Eppendorfis, tähis **Ac₂O**) ja seejärel korruga naatriumatsetaadi lahus.

Segage reaktsioonisegu, samal ajal seda jääga jahutades ja eraldage tekkinud tahke produkt filtrides. Peske sadet filtril 2-3 cm³ jääveega. Vaakumeerige produkt filtril kuivaks ja asetage Petri tassile kuivama.

Kaaluge produkt pärast planaarkromatograafilist analüüsi.

Produkti planaarkromatograafiline analüüs

Kontrollige saadud sünteesiproducti puhtust planaarkromatograafia abil, kandes silikageeliplaadile produkti (kasutage Eppendorfi tähisega **TLC-P**) ja lähteaine aminobenseeni (lahus asub Eppendorfis, tähis **TLC-L**) lahused. Eluendina kasutage **heksaani/etüülatsetaadi segu (1:1)**, mis asub 100 cm³ Erlenmeyeri kolbides (tähis **H/E 1:1**, töölaudadel üldiseks kasutamiseks).

Määrake produkti, lähteaine või mistahes lisandi (kui neid on TLC-plaadil näha) retentsioonifaktori **R_f** väärtused ja kandke vastustelehele.

Kaaluge kuivanud produkt ja arvutage saagis vastustelehel.

