

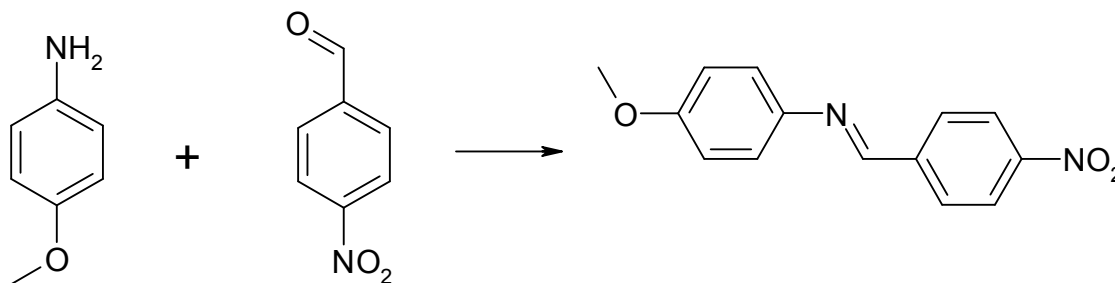
2013/2014 õa keemiaolümpiaadi lõppvoor  
**PRAKTILINE TÖÖ**  
29. märts 2014

**11. ja 12. klass**

**IMIINI SÜNTEES**

Imiinid ja nende redutseerimisel saadavad amiinid on väga tähtsal kohal paljude bioloogiliselt aktiivsete ainete sünteesis. Nende klassikalised sünteesimeetodid eeldavad mürgiste, keskkonda kahjustavate lahustite kasutamist, kusjuures reaktsiooniajad on suhteliselt pikad.

Teie kasutate oma sünteesis lahustina etüüllaktaati, mis on valmistatav taastuvast toorainest ja on biolagundatav.



**Kemikaalid ja reagentid**

- etüüllaktaat **EL**
- naatriumkloriid **NaCl**
- p-metoksüaniliin (p-anisidiin) **PMA**
- p-nitrobensaldehüüd **PNB**
- atsetoon **ATS**
- etüülatsetaat (vooluti valmistamiseks ja proovide lahustamiseks) **EtOAc**
- heksaan (vooluti valmistamiseks) **Hex**
- lahusti produkti ümberkristallimiseks (etanool/etüülatsetaat 1:2) **Solv**

**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

- mõõtudega katseklaasid
- plastikpipetid
- kaks 50 ml Erlenmeyeri kolbi koos kaalutud lähteainetega
- magnetsegaja koos segajapulgaga
- spaatel
- klaasfilter koos filtrimisseadmega (plastikvannis)
- 25 ml pirnkolb ümberkristallimiseks
- püstjahuti koos veevoolikutega
- Petri tass kaanega
- plastikust proovinõud (Eppendorf)
- korgiga katseklaas jääkide jaoks (**Jäägid**)
- UV lamp
- kapillaarid ja planaarkromatograafia plaat ( $\text{SiO}_2$ , indikaatoriga UV 254 nm)
- planaarkromatograafia voolutusnõu koos kaanega
- pliiats, joonlaud, pintsetid
- jäävann (plastik)

## *Imiini sünteesi eksperimendi eeskiri*

### 1. Reagendid.

i. 50 ml Erlenmeyeri kolvis on 0,756 g p-nitrobensaldehüüdi (**PNB**)

ii. 50 ml Erlenmeyeri kolvis on 0,616 g p-metoksüaniliini (**PMA**)

Valmistage 10 ml korgiga katseklaasis 5 ml küllastunud NaCl vesilahust ja pange jäävanni kuni kasutamiseni jahtuma. Pange sinna teise katseklaasiga samuti jahtuma 5 ml destilleeritud vett.

**2. Lahusti valmistamine reagentide lahustamiseks.** Valmistage 13 ml 80% (ruumala järgi) (L)-etüüllaktaadi (**EL**) vesilahust. Segage korralikult.

### 3. Reagentide lahustamine.

Lahustage p-metoksüaniliin 1,5 ml eelpool valmistatud lahustis.

Lahustage p-nitrobensaldehüüd 10,5 ml lahustis mõõdukalt soojendades. Segage lahust hoolikalt ja laske jahtuda toatemperatuurini.

- 4. Reaktsioon.** Valage p-nitrobensaldehüüdi lahus segatavasse p-metoksüaniliini lahusesse. Loputage koheselt p-nitrobensaldehüüdi kolbi eelnevalt allesjätud etüüllaktaadi lahusega (ca 1 ml), lisage samasse (**PMA**) kolbi ning segage kiiresti veendumaks, et reaktsioonisegu on homogeenne. Kokkusegamine peab toimuma võimalikult kiiresti. Fikseerige reagentide kokkusegamise aeg ja jätke reaktsioonisegu 15 minutiks seisma. Pange seejärel reaktsioonikolb 5 minutiks jäävanni.
- 5. Sademe eraldamine:** Lisage eelmises punktis saadud reaktsioonisegule 5 ml jääkülma NaCl lahust. Segage kolvi sisu spaatliga ühtlaseks suspensiooniks. Filtrige saadud suspensioon vaakumfiltrimisel. Loputage kolbi 5 ml jääkülma destilleeritud veega, valage filtrile ning filtrige kristallid võimalikult kuivaks. Kaaluge toorprodukt ja kandke mass vastuste lehele. Peske kasutatud filter atsetooniga puhtaks.
- 6. Ümberkristallimine.** Kristallige saadud produkt ümber teile antud etüülatsetaadi/etanooli segus. **Näidake oma lahust enne jahtumise algust juhendajale, muidu teie tulemust ei arvestata.** Filtrige sade eelnevalt puhastatud filtrimisseadmel võimalikult kuivaks.
- 7. Kaaluge ümberkristallitud produkt,** kandke tulemus vastuste lehele ja arvutage selle järgi sünteesi saagise protsent.
- 8. Analüüs.** Tehke oma produktile ja kahele lähteainele planaarkromatograafiline analüüs, kasutades voolutina heksaan/etüülatsetaadi 1:1 segu ca 6 ml.

**Hoiatus:** Ärge vaadake UV-lambi kiirgusallikat, sest see võib kahjustada silmi!