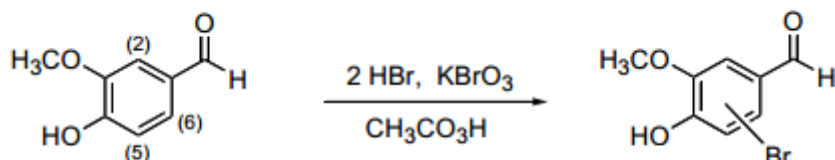


2014/2015 õa keemiaolümpiaadi lõppvooru
PRAKTILINE TÖÖ
28. märts 2015

11. ja 12. klass

Vanilliini broomimine



Kemikaalid ja reagensid

0,304 g vanilliini	valmis kaalutud, kaalunõus tähisega VAN
4,0 ml äädikhapet	valmis mõõdetud, 5 ml katseklaasis tähisega CH ₃ COOH
0,15 g kaaliumbromaati	valmis kaalutud, epsis tähisega KBrO ₃
0,40 ml 48% HBr lahust	mõõta ise 1 ml plastiksüstlaga epsist tähisega HBr
30% naatriumtiosulfaadi lahus	laual, korgiga katseklaasides tähisega Na ₂ S ₂ O ₃ , ühiseks kasutamiseks
etiülatsetaat	laual, produkti P TLC proovi lahustamiseks, tähisega EtOAc, ühiseks kasutamiseks
lähteaine L (vanilliini) lahus etiülatsetaadis	epsides tähisega L , ühiseks kasutamiseks
TLC vooluti: toluen/CH ₂ Cl ₂ 1:2	tähisega Tol/CH ₂ Cl ₂ 1:2

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

- magnetsegaja koos segajapulgaga
- 10 ml ümarkolb
- kern (lihviga toru eralduvate aurude kondenseerimiseks)
- plastiklehter, spaatel, plastikpipetid
- 1 ml plastiksüstal

- 10 ml mõõturedega katseklaas
- 50 ml Erlenmeyeri kolb
- jäävann (plastik)
- klaasfilter koos filtrimiseseadmega (plastikvannis)
- Petri tass
- plastikust proovinõu (Eppendorf ehk eps) TLC jaoks
- kapillaarid ja planaarkromatograafia plaat (SiO₂, indikaatoriga UV 254 nm)
- planaarkromatograafia voolutusnõu koos kaanega
- pliiaats, joonlaud, pintsetid
- UV lamp

Eksperimendi eeskiri

1. Lahustage magnetsegaja kohale kinnitatud 10 ml ümarkolvis 0,304 g vanilliini 4 ml äädikhappes.
2. Lisage ilma lehtrita 0,15 g KBrO₃ ja seejärel mõõtke 1 ml plastiksüstlaga 0,40 ml 48% HBr lahust ning viige samuti reaktsioonikolbi.
3. Pärast reagentide lisamist asetage kolvile kern (lihviga toru) ja segage reaktsioonisegu 45 minutit. Jälgige värvide muutusi reaktsiooninõus ja kas reaktsioon on ekso- või endotermiline.
4. Segamise ajal valmistuge järgmiseks protseduuriks, tehke arvutusi ja vastake küsimustele.
5. Valage reaktsioonisegu 50 ml Erlenmeyeri kolbi, kus on 25 ml jääkülma vett, loputage ümarkolbi 5 ml jääkülma veega, lisage see samuti Erlenmeyeri kolbi.
6. Segage saadud segu magnetsegajal jäävannis 15-20 minutit.
7. Kui teie segu on ikka veel oranži värvi, siis lisage segades tilkhaaval 30% naatriumtiosulfaadi lahust kuni segu värvus kolvis muutub kollaseks.
8. Eraldage sade vaakumfiltrimisega ja peske sadet jääkülma veega. Viige saadud produkt Petri tassile.
9. Kontrollige saadud produkti puhtust planaarkromatograafia, kandes silikageeliplaadile lähteaine **L** (vanilliini) ja saadud produkti **P** lahused etüülatsetaadis.
10. Voolutage (ehk elueerige) seejärel tolueni/diklorometaani 1 : 2 seguga. Enne laikude visualiseerimist UV lambi all, laske voolutil tõmbe all ca 10 minutit aurustuda.
11. Arvutage kromatograafiaplaadil liikunud ainete retentsioonifaktorid.
12. Kaaluge kuivanud produkt ja arvutage sünteesi teoreetiline saagis grammides ja praktiline saagis protsentides.