

# 2014/2015 õa keemiaolümpiaadi lõppvoor

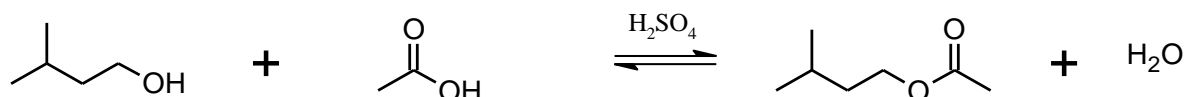
## PRAKTILINE TÖÖ

19. märts 2016

11. ja 12. klass

### 3-metüülbutüületanaadi süntees

Reaktsiooniskeem



#### Reaktiivid

2,2 g 3-metüülbutaan-1-ooli	Valmis kaalutud, 5 ml katseklaasis tähisega <b>alkohol</b>
3,5 g äädikhapet	Valmis kaalutud, 5 ml katseklaasis tähisega <b>CH<sub>3</sub>COOH</b>
konts H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	5 ml katseklaasis tähisega <b>k H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>
30 ml dietüületrit	Valmis mõõdetud, Erlenmeyeri kolvis tähisega <b>Et<sub>2</sub>O</b>
25 ml NaHCO <sub>3</sub> 5% lahust	Valmis mõõdetud, Erlenmeyeri kolvis tähisega <b>NaHCO<sub>3</sub></b>
25 ml NaCl küllastunud lahust	Valmis mõõdetud, Erlenmeyeri kolvis tähisega <b>küll NaCl</b>
veevaba MgSO <sub>4</sub>	Viaalis tähisega <b>vv MgSO<sub>4</sub></b>

#### 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. Kontsentreeritud väävelhape on tugeva söövitava toimega! Ohutusnõuete eiramisel saate karistuspunkte.**

Tabel 1. Orgaaniliste ühendite füüsikalised konstandid.

Nimetus	M (g/mol)	Tihedus (g/cm <sup>3</sup> )	T <sub>sulamine</sub> (°C)	T <sub>keemine</sub> (°C)
Etaanhape	60,1	1,045	16,6	118
3-metüülbutaan-1-ool	88,2	0,806	-117	133
3-metüülbutüületanaat	130,2	0,866	-78,5	143
Dietüüleeter	74,1	0,713	-116	34,6

Tabel 2. Soolade molaarmassid ja lahustuvus.

Sool	M (g/mol)	Lahustuvus vees 20 °C juures (g/l)
NaHCO <sub>3</sub>	84,0	96
NaCl	58,4	357
MgSO <sub>4</sub> (veevaba)	120,4	3,51

### Töövahendid ja klaasnõud:

- 10 ml ümarkolb
- püstjahuti
- jaotuslehter
- 25 ml ja 50 ml Erlenmeyeri kolb
- 2 x 100 ml keeduklaasi
- 2 x 15 ml gradueeritud katseklaasi
- termomeeter
- plastiklehter, spaatel, plastikpipetid, vatt, foolium
- kuumutusplaadiga magnetsegaja, magnetsegajapulk
- statiiv, muhv, käpp, metallrõngas

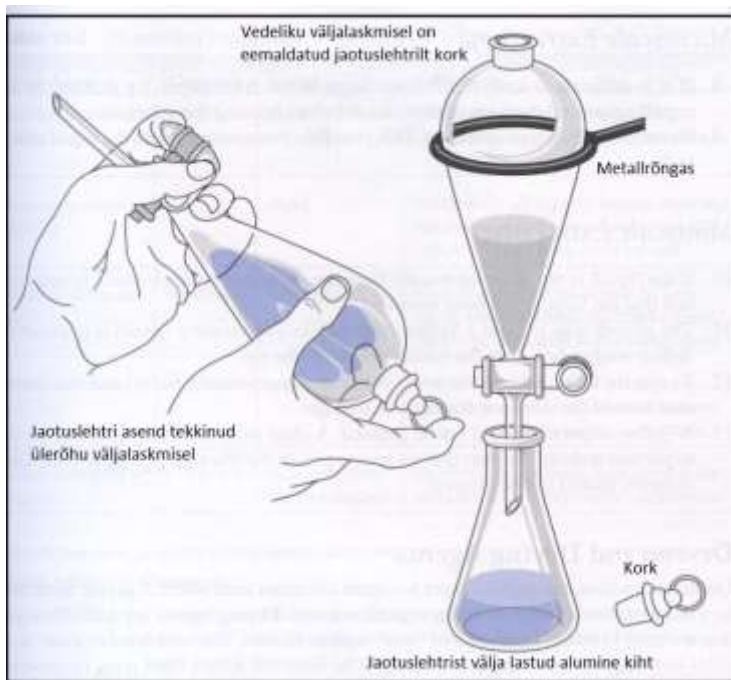
### Ekspereimendi eeskiri

1. Lisage magnetsegaja kohale kinnitatud 10 ml ümarkolbi 3-metüülbutaan-1-ool, äädikhape ja magnetsegajapulk.
2. Lisage reaktsioonisegule plastikpipetiga 3-4 tilka kontsentreeritud  $H_2SO_4$ .
3. Ühendage voolikud ettevaatlikult püstjahutiga ja asetage jahuti ümarkolvile.
4. Reaktsioonisegu kuumutatakse tagasijooksutemperatuuril (jahutist tilgub vedelikku tagasi) 45 minutit. Kuumutamisel võite kasutada fooliumit.
5. Reaktsiooni toimumise ajal valmistuge järgmisteks protseduurideks: lugege ekstraheerimise juhendit, tehke arvutusi ja vastake küsimustele.
6. Valage jahutatud reaktsioonisegu 15 ml jäävette, mille olete eelnevalt pannud 100 ml keeduklaasi. Eemaldage magnetsegajapulk segust vastava abivahendiga (küsige laboriassistendilt).
7. Kinnitage metallrõngas statiivile. Seejärel pange jaotuslehter sinna peale (vaadake pilti ekstraheerimise juhendis) ning jaotuslehtri alla 100 ml tühi keeduklaas.
8. Valage segu keeduklaasist jaotuslehtrisse (jälgige eelnevalt, et kraan oleks kinni). Eraldage estrikiht.
9. Ekstraheerige (lugege juhend enne läbi!) veekihti kaks korda ~10 ml dietüüleetriga.
10. Ühendage kõik orgaanilised kihid (ester ja eetrikihid) jaotuslehtrisse ning ekstraheerige üks kord 25 ml 5%  $NaHCO_3$  vesilahusega ja üks kord 25 ml  $NaCl$  küllastunud vesilahusega (vt ekstraheerimise juhendit).
11. Laske ekstraheeritud orgaaniline kiht jaotuslehtrist kuiva 50 ml Erlenmeyeri kolbi ja lisage sinna veevaba  $MgSO_4$ . Viimast tuleb lisada seni, kuni sool ei ole enam tükiline, vaid hõljub (pigem vähem kui rohkem). Laske segul seista ~10 minutit.
12. Kaaluge kuiv 25 ml Erlenmeyeri kolb ja kirjutage tulemus vastustelehele.
13. Filtreerige segu 25 ml Erlenmeyeri kolbi, kasutades vatitupsu lehtri põhjas.
14. Asetage Erlenmeyeri kolb magnesegaja kuumutusplaadi kohale (2 – 3 mm kõrgusele). Pange kolbi magnetsegajapulk ning termomeeter. Aurustage eeter ettevaatlikult pealt ära.
15. Kaaluge produkti mass, arvutage saagis ning kirjutage tulemus vastustelehele. **Punkte saab nii produkti puhtuse kui ka saagise eest!**

## Ekstraheerimise juhend

Jaotusletrit hoitakse loksutamisel mõlema käega, ühe käega korgipoolsest otsast ja teise käega kraani juurest, toetades samal ajal kindlalt nii korki kui kraani. Jaotusletrit loksutatakse pikitelje suunas, jälgides samal ajal, et kork ja kraan oleksid suunatud ohutusse suunda (mitte enda ega teiste poole). Aegajalt pööratakse kraan ülespoole, avatakse ja lastakse jaotusletris tekkinud ülerõhk välja (nt eetri puhul). See on eriti oluline CO<sub>2</sub> tekkimise võimalusel happeliste ühendite ekstraktsioonil Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> või NaHCO<sub>3</sub> lahusega.

Sel juhul lisatakse ekstrahenti väikeste kogustena ja loksutatakse esialgu lahtiselt ilma korgita, et tekkiv CO<sub>2</sub> ei lööks jaotusletrilt korki pealt.



Pärast vedelike segamist jäetakse jaotuslehter püsti statiivile kinnitatud rõngale mõneks minutiks seisma. Kui selgepiirilised kihid on tekkinud, võetakse jaotusletrilt kork, avatakse kraan ja lastakse alumine kiht välja. Faaside piirpinna lähedal tuleb kihte eraldada aeglaselt ning nende piiril pannakse kiiresti kraan kinni.