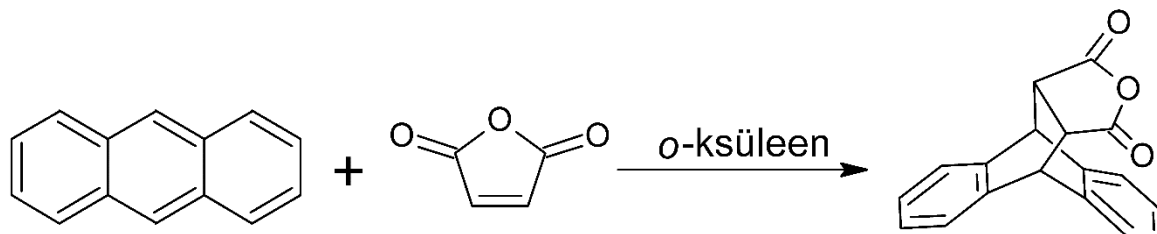


2017/2018. õa keemiaolümpiaadi lõppvoor praktiline töö**Orgaaniline süntees****24. märts 2018****11.–12. klass****9,10-dihüdroantratseen-9,10- α,β -suktsiinhappe anhüdrüidi süntees**
Reaktsiooniskeem**Kemikaalid**

Kemikaal	Kogus	Selgitus
antratseen	~1 g	valmis kaalutud kaaluklaasi tähisega „Antratseen“; täpne kaalutis on kirjas kaaluklaasi peal
maleiinhappe anhüdrüid	~0,5 g	valmis kaalutud kaaluklaasi tähisega „Anhüdrüid“; täpne kaalutis on kirjas kaaluklaasi peal.
o-ksüleen (1,2-dimetüülbenseen)	100 ml	Erlenmeyeri kolvis tähisega „Ksüleen“
tolueen	–	ühiskasutatav
diklorometaan	–	ühiskasutatav

Kemikaalide ohutus:

Hoiduge kõikide kemikaalide puhul kontaktist naha ja silmadega ning vältige nende aurude sissehingamist. Hoidke oma töökohal puhtust ja korda.

Kogu eksperimendi ajal peab kandma kitlit, kaitseprille (või oma prille) ja kaitsekindaid. Ohutusnõuete eiramisel saate karistuspunkte.

Töövahendid ja klaasnõud:

- ümarkolb (3tk – 25 ml, 2 x 100 ml)
- püstjahuti ja voolikud
- pliit-magnetsegaja
- magnetsegajapulk
- statiiv, muhv, käpp
- mõõtesilinder
- plastikust tilgapipett
- jäävann
- klaasfilter
- vahetükk
- plastiklehter, spaatel
- Petri tass
- Eppendorfi tuubid (2 tk)
- kapillaarid
- planaarkromatograafiaplaat (SiO₂, indikaatoriga UV 254 nm)
- kaanega elueerimisnõu
- harilik pliats, joonlaud, pintsetid
- alumiiniumfoolium
- UV-lamp

Eksperimendi eeskiri

1. Lisage pliiit-magnetsegaja kohale kinnitatud 25 ml ümarkolbi antratseen, maleiinhape anhüdroid, 12,5 ml o-ksüleeni ja magnetsegajapulk.
2. Ühendage voolikud ettevaatlikult püstjahutiga ja asetage jahuti ümarkolvile. Reaktsioonisegu kuumutatakse tagasijooksutemperatuuril (jahutist tilgub vedelikku tagasi) pidevalt aeglaselt segades 20 minutit. Kuumutamisel võite kasutada fooliumit.
3. Reaktsiooni toimumise ajal valmistuge järgmisteks protseduurideks: lugege juhendit, tehke arvutusi ja vastake küsimustele.
4. Jahutage reaktsioonisegu toatemperatuurini ja seejärel jäävannis – produkt kristalliseerub. Eemaldage magnetsegajapulk vastava abivahendiga (küsige assistendilt).
5. Filtrige tekkinud kristallid vaakumfiltrimisega (kasutades klaasfiltrit, vahetükki ning 100 ml ümarkolbi).
6. Puhastage saadud aine ümberkristallimise teel. Kasutage selleks 100 ml ümarkolbi, püstjahutit ja magnetsegajapulka. Lahustina kasutage o-ksüleeni. Filtrige tekkinud kristalle samamoodi nagu punktis 5. Klaasfilter peske seetõttu pärast eelnevat kasutamist korralikult atsetooniga. Peske filtril olevaid kristalle väikese koguse külma ümberkristallimiseks kasutatud lahustiga ning kuivatage kristalle paar minutit filtril.
7. Eemaldage saadud aine filtrilt ja pange eelnevalt kaalutud Petri tassile kuivatuskappi kuivama. Kaaluge kuiv ümberkristallitud aine.
8. Arvutage saagis.
9. Teostage lähte- ja sünteesitud ainele planaarkromatograafiline analüüs. Ained lahustage eraldi Eppendorfi tuubides diklorometaanis. Eluendina kasutage tolueni. Visualiseerige kõik leitud laigud elueeritud plaadil UV-lambi all ja arvutage kõikide ainete jaoks retentsioonifaktorid. Valmis kromatogrammi eluendi lõppnivoo kohale kirjutage oma võistleja kood.

Võistleja KOOD:
Petri tassi nr:

2017/2018. õa keemiaolümpiaadi lõppvooru praktiline töö

VASTUSTE LEHT

24. märts 2018

11.–12. klass

1. Saagise arvutus:

antratseeni mass: g maleiinhape anhüdriidi mass: g
tühja Petri tassi mass: g Petri tassi mass koos produktiga: g
produkti mass: g

Vastus: Sünteesi saagis on %

2. Kirjutage toimuva reaktsiooni mehhanism:

Võistleja KOOD:

Petri tassi nr:

3. Valige **üks** solvent, mis sobiks veel antud töös ümberkristallimiseks. Põhjendage oma vastust.

Nimetus	$t_{\text{keem}} (^{\circ}\text{C})$	Tihedus (g/cm ³)	Vees lahustuvus	Dipoolmoment (D)	Dielektriline läbitavus
o-ksüleen ^a	144,4	0,864	171 mg/L	0,64	2,6
Vesi	100	1,000	-	1,15	81
Dietüüleeter	34,6	0,713	69 g/L	1,11	4,4
Atsetoon	56,05	0,791	Täielikult	2,88	21
Etanool	78,24	0,789	Täielikult	1,69	24
Atsetonitriil	81,3	0,786	Täielikult	3,95	36
Tolueen	111	0,87	520 mg/L	0,36	2,4
Heksaan	68,5	0,655	9,5 mg/L	0,00	1,9
Etüülatsetaat	77,1	0,902	83 g/L	1,78	6,0
Diklorometaan	39,6	1,327	21 g/L	1,60	9,0
Dimetüülsulfoksiid	189	1,1004	Täielikult	3,96	48
Tetrahüdrofuraan	66	0,889	Täielikult	1,69	7,5

^aToodud tabelis referentsainena

4. Planaarkromatograafia – leitud laikude retentsioonifaktorite leidmine