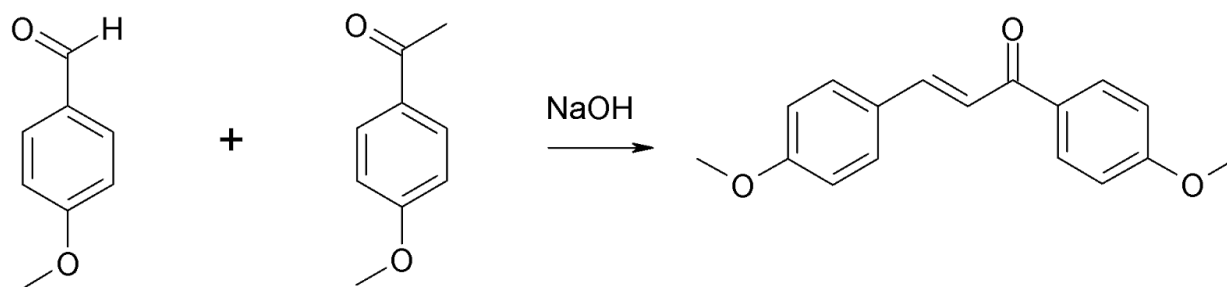


2021/2022. õa keemiaolümpiaadi lõppvooru praktiline töö
Orgaaniline süntees
19. märts 2022
11.–12. klass

Roheline keemia: aldoolkondensatsioon

Orgaanilisel sünteesil tekkivate jääkide vähendamiseks viiakse sünteesi võimalusel läbi mitte orgaanilistes lahustites, vaid näiteks vees või hoopis lahustivabades tingimustes. Selles eksperimendis viid läbi aldoolkondensatsiooni, mis kulgeb vesikeskkonnas suurepäraselt. Sellise sünteesi tulemusena saadavad konjugeeritud ketoonid on potentsiaalsed ravimid, omades vähi-, põletiku-, bakteri- ja seentevastast toimet.

Reaktsiooniskeem



Ohutus

Kogu eksperimendi ajal tuleb kanda kitlit, kaitseprille ja kaitsekindaid.

Aldehüüdid ja ketoonid on nahka ärritava toimega.

Tahke **NaOH** ja selle lahused on tugevalt söövitava toimega.

Vältige kasutatavate ainete **kontakti nahaga** ja eriti **silmadega**.

Kemikaalid ja töövahendid

- 0,477 g 4-metoksübensaldehüüdi 10 ml ümarkolvis
- 0,525 g 4-metoksüfenüülmetüülketooni eppendorfis (**Ket**)
- 0,35 g naatriumhüdrosiidi eppendorfis (**NaOH**)
- Etanool (2 ml) 10 ml korgiga katseklaasis ümberkristallimiseks (**EtOH**)
- Atsetoon (3 ml) 5 ml korgiga katseklaasis (**Ats**)
- Eluent TLC jaoks (heksaan/etüülatsetaat 3 : 1) 100 ml Erlemeyeri kolbides valmis ühiseks kasutamiseks (**H/E 3 : 1**)
- Etüülatsetaat neljas korgiga katseklaasis produkti TLC lahuse valmistamiseks (**EtOAc**)
- Destilleeritud vesi neljas pesupudelis ühiseks kasutamiseks

- 10 ml mõõturega katseklaas dest. vee mõõtmiseks
- Magnetsegajapulk
- 100 ml keeduklaas
- 20 ml pirnkolb ümberkristallimiseks
- Jahuti
- Filtrimisseade (klaasfilter, 50 ml ümarkolb, vahetükk)
- Plastiklehter
- Petri tass
- 3 ml plastikpipett (3 tk)
- Digitermomeeter
- Eppendorf kristallitud produkti lahuse valmistamiseks (**P**)
- Voolutusnõu kaanega
- Õhukese kihi kromatograafia plaat ja kapillaar
- UV- lambid (2 tk) ühiseks kasutamiseks
- Kaalud (2 tk) ühiseks kasutamiseks
- Pliiats, joonlaud, spaatel, pintsetid
- Magnetsegaja (kollast või sinist värvi), statiiv, käpp, muhv

Sünteesi eeskiri

Kinnitage 10 ml ümarkolb, milles on 0,477 g 4-metoksübensaldehüüdi, statiivile, lisage magnetsegajapulk ja 0,525 g 4-metoksüfenüülmetüülketooni (**Ket**). Segage saadud segu kuni homogeense lahuse moodustumiseni.

Lisage valmiskaalutud 0,35-0,40 g **NaOH** graanulitele eppendorfis 0,5 mL dest. vett, sulgege hoolikalt ja loksutage eppendorfi kuni NaOH lahustumiseni. Lisage saadud NaOH lahus aldehüüdi ja ketooni segule ja segage seda umbes 4–5 min. eejärel tõstke reaktsioonisegu magnetsegaja kohalt ajutiselt kõrvale.

Valage 100 mL keeduklaasi 80 ml dest. vett, pange see kuumutusplaadile, reguleerige magnetsegaja kütte sõltuvalt pliidi mudelist:

- **Kui Teie kasutate kollast värvi magnetsegajat:** näiduni 400 °C ja kuumutage vett 5–6 minutit. Seejärel reguleerige kütte näiduni 200 °C ja asetage reaktsioonikolb vesivanni.
- **Kui Teie kasutate sinist värvi magnetsegajat:** asendisse 5 ja kuumutage vett 5–6 minutit. Seejärel reguleerige kütte asendisse 2 ja asetage reaktsioonikolb vesivanni.

Nii saavutatakse vesivannis temperatuur ligikaudu 85–90 °C. Kontrollige vesivanni temperatuuri aeg-ajalt digitermomeetriga. Vajadusel suurendage või vähendage kütte intensiivsust.

Ettevaatust kuuma veega! Segage reaktsioonisegu selles temperatuurivahemikus 30 minutit.

Peale kuumutamist jahutage segu toatemperatuurini ja siis jäävannis ca 5 min. Lisage reaktsioonisegule 2–3 mL jäävett, segage kuni ühtlase suspensiooni moodustumiseni, filtreerige sade klaasfiltril ning peske sadet filtril 5×5 mL destilleeritud veega.

Ümberkristallimine

Viige saadud sade koos magnetsegajapulga ümberkristallimiseks 20 mL pirnkolbi, asetage kolvile jahuti (õhkjahuti) ning kristallige produkt ümber 95% etanoolist. Segu jahtumise ajal peske eelmisel filtrimisel kasutatud klaasfiltrit atsetooniga. Filtrige eraldunud sade klaasfiltril ja peske sadet klaasfiltril minimaalse koguse jääkülma etanooliga ning kuivatage filtril 5 min.

Pange saadud produkt eelnevalt kaalutud Petri tassile arvutage produkti mass ja saagis protsentides ning kirjutage saadud andmed vastuste lehele.

Analüüs

Kontrollige ümberkristallitud produkti puhtust planaarkromatograafia abil, kasutades eluendina hekseeni/etüülatsetaadi 3:1 segu, mis on valmis tehtud ja saadaval laboris 100 ml Erlenmeyeri kolbides (**H/E 3:1**). Arvutage produkti R_f väärtus, määrake ümberkristalliseeritud produkti planaarkromatograafilisel analüüsil saadud laikude arv ja kirjutage andmed vastuste lehele.

VASTUSTE LEHT

Kood:

Petri tassi nr:

1. Saagise arvutus:

4-metoksübensaldehüüdi mass: g

4-metoksüfenüülmetüülketooni 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:

3. Planaarkromatograafia – leitud laikude retentsioonifaktorite (R_f) leidmine:

Eluendi frondi läbitud vahemaa: cm

Produkti laigu läbitud vahemaa: cm

Ümberkristalliseeritud produkti planaarkromatograafilisel analüüsil saadud laikude

arv: tk

$R_f(\text{produkt}) =$