

XVIII Balti Keemiaolümpiaad



Praktiline voor - Orgaaniline süntees

Kood:

16.-18. aprill 2010
Tartu, Eesti

Instruktsioonid

- **Ohutusnõuded** – Järgige reegleid, mis on toodud "Preparatory problems" kogumikus, laboris ei ole lubatud süüa ega juua. Te peate kogu laboris viibimise ajal kandma kitlit, kaitseprille ja kaitsekindaid.
- **Ohutusreeglite rikkumise korral** – esimesel korral hoiatatakse, teisel korral eemaldatakse laborist ja tulemus tühistatakse.
- **Eksperimendi aeg** – 2,5 tundi teise töö jaoks.
- Kirjutage oma **võistlejakood** esimesele lehele.
- **Vastused** – ainult selleks ettenähtud kohta kirjutatud vastuseid arvestatakse, kusagile mujale kirjutatud ei hinnata. Olulised arvutused on tarvis esitada.
- **Tulemused** - numbrilistes vastustes peab tüvenumbrite arv vastama kehtivatele reeglitele. Eksimuse eest antakse karistuspunkte isegi kui kõik muu on korrektne.
- **Küsimused**, mis puudutavad ohutust, aparatuuri, kemikaale, töökorraldust, tualetipausi **esitage oma juhendajatele**.
- **Te peate koheselt katkestama oma töö, kui antakse STOPP signaal. Rohkem kui 5-minutiline viivitus toob kaasa 0 punkti jooksvast tööst.**
- Ärge lahkuge laborist enne, kui juhendajad pole seda lubanud.
- Ülesande tekst on vormistatud **6** lehel.
- Teil on võimalik küsida ametlikku inglisekeelset versiooni, kui mõni asjaolu vajab selgitamist.

Hüdrobensoiini süntees

Naatriumborohüdriid võeti kasutusele H. I. Schlesingeri ja H. C. Browni poolt 1943. aastal. Brown pühendas selle reagenti uurimisele kogu oma teadusliku karjääri. Praegu on see üks enamkasutatavaid ja odavamaid redutseerivaid reagente orgaanilises sünteesis.

Käesolevas eksperimendis tuleb redutseerida bensüüli, mis on tüüpiline naatriumborohüdriidi abil teostatav reaktsioon.

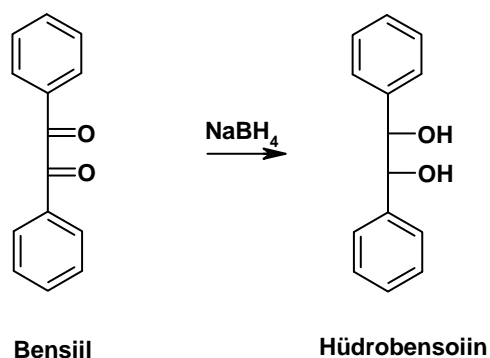
Kemikaalid

bensüül (täpne mass)	kaalumisnõus etiketiga BzI
naatriumborohüdriid (täpne mass)	Eppendorfis etiketiga NaBH₄
etanool	graduateeritud katseklaasis etiketiga EtOH
etüülatsetaat	katseklaasis etiketiga EtOAc
heksaan	katseklaasis etiketiga Hex

Töövahendid ja klaasaparatuur

ümarkolb (50 ml)
Liebigi jahuti (õhkjahutina)
klaasfilter
vaakumfiltrimiseseade (üks kahe võistleja jaoks)
magnetsegaja
magnetsegajapulc
graduateeritud katseklaas (2)
plastikpipett (3)
plastiklehter
jäävann
Petri tass
Eppendorf planaarkromatograafia proovi jaoks, etiketiga **TLC**
planaarkromatograafiaplaat: silikageel 60; kihipaksus: 0,25 mm, alumiiniumalusel
klaaskapillaar
spaatel
pintsetid
kaanega klaasnõu (voolutusnõu)
UV-lamp

Eksperiment



Süntees

Segage 50 ml kolvis **0,5 g** bensili **5 ml** 95% etanoolis. Lisage seejärel segamisel **0,1 g** naatriumborohüdriidi (liias) spaatli abil mõne portsjonina. Selle käigus bensil lahustub ja segu soojeneb mõõdukalt. Asetage kolvile Liebigi jahuti ja segage reaktsioonisegu veel 10 minutit. Lisage seejärel **5 ml** destilleeritud vett, ja kuumutage segu keemiseni. Lisage reaktsioonisegule veel destilleeritud vett kuni küllastuspunktini (ca 10 ml), jätke lahus jahtuma toatemperatuurini ja pange seejärel jäävanni.

Hüdrobensoiin eraldub läikivate õhukeste plaadikestena. Filtrige saadud produkt vaakumfiltrimisseadmega, peske kristalle mõne milliliitri veega ning viige kuivamiseks ja kaalumiseks Petri tassile.

Analüüs

Lahustage produkti proov etüülatsetaadis ja analüüsige planaarkromatograafiliselt, kasutades eluendina heksaani ja etüülatsetaadi segu (1 : 1; ca 6 ml). Visualiseerige plaat UV lambi all. Määrake kõikide plaadil avastatud komponentide R_f väärtused.

Küsimused

1. Arvutage produkti saagis (%).

Produkti saagis:

Arvutused:

2. Mitu isomeeri esineb hüdrobensoiilil? Joonistage kõikide isomeeride struktuurivalemid.

Hüdrobensoiini isomeeride arv:

Struktuurivalemid:

3. Mitu isomeeri esineb 4-*tert*-butüültsükloheksanoolil? Joonistage nende isomeeride struktuurivalemid.

4-*tert*-butüül-tsükloheksanooli isomeeride arv:

Struktuurivalemid:

4. Kirjutage karbonüülrühma NaBH_4 -ga redutseerimise reaktsiooni mehhanism.

Karbonüülrühma NaBH_4 -ga redutseerimise reaktsiooni mehhanism:

5. Arvutage, mitu mooli kulub teoreetiliselt NaBH_4 ühe mooli bensiili täielikuks redutseerimiseks.

Ühe mooli bensiili täielikuks redutseerimiseks vajalik NaBH_4 moolide arv:

Arvutused:

6. Arvutage kõigi avastatud laikude R_f väärtused.