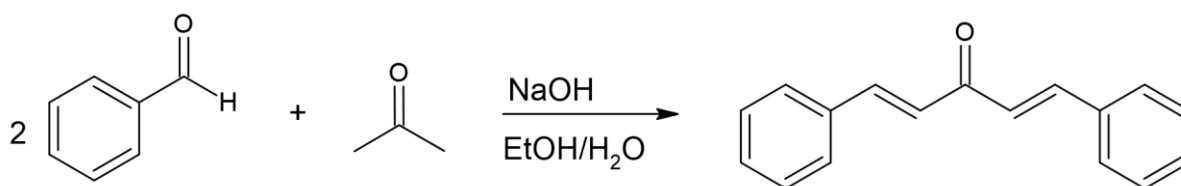


Практическая работа финала Химической олимпиады
2023/2024 учебного года
Органический синтез
16.03.2024

Синтез (*E,E*)-дибензилиденацетона

Схема реакции



Требования техники безопасности:

- Во время работы обязательно ношение защитных перчаток, очков и лабораторного халата.
- Альдегиды и кетоны раздражают кожу.
- Твёрдый NaOH и его растворы очень едкие.
- Этанол раздражает кожу и огнеопасен.
- Избегай попадания химикатов на кожу, в глаза, на одежду и на рабочие поверхности.
- Осторожно! Разбитое стекло и стеклянные капилляры могут быть очень острыми!
- УФ излучение вредно для кожи и глаз. Носи защитные перчатки и очки. Пользуйся УФ лампой в течении минимального возможного времени!

За несоблюдение техники безопасности будут начисляться штрафные баллы!

Реагенты и оборудование:

Реагенты:

- 0.51 г бензальдегида в 2 мл закручивающейся вials (Benz)
- 0.13 г ацетона в 2 мл закручивающейся вials (Acet)
- 0.95 г NaOH в пластиковой микропробирке (NaOH)
- Этанол в градуированной 10 мл пробирке со шлифом (EtOH)
- 70% Этанол в промывалках для общего пользования (70% EtOH)
- Элюент для ТСХ (Этилацетат/Гексан 1:5) в 100 мл колбе Эрленмейера со шлифом для общего пользования (EtOAc/Hex 1:5)

- Этилацетат (примерно 1.5 мл) в пластиковой микропробирке для растворения ТСХ проб (**EtOAc**)
- Проба бензальдегида в пластиковой микропробирке для ТСХ (**SM**)
- Деионизированная вода в промывалках для общего пользования (**Dest. vesi**)
- Лёд для общего пользования (в пластмассовых ящиках)

Оборудование:

- Градуированные 10 мл пробирки для отмеривания воды, этанола и 70% этанола (3 шт)
- Палочка магнитной мешалки
- Экстракторы палочек магнитной мешалки для общего пользования
- Круглодонная колба объёмом 25 миллилитров (2 шт)
- Холодильник и шланги
- Установка для фильтрования (маленький стеклянный фильтр, 50-миллилитровая круглодонная колба, переходник для фильтрования)
- Воронка или кусок фильтровальной бумаги для переноса неочищенного вещества
- Чашка Петри
- Пластиковая миска для ледяной бани
- Пластиковые пипетки объёмом 3 мл (3 шт)
- Стеклянная пипетка для добавления ацетона
- Пластиковые микропробирки для приготовления проб неочищенного и перекристаллизованного продукта для ТСХ анализа (**C** и **P**)
- Камера для элюирования с крышкой
- Пластика для тонкослойной хроматографии (ТСХ) и стеклянные капилляры
- УФ лампы для общего пользования (2 шт)
- Весы для общего пользования (2 шт)
- Карандаш, линейка, шпатель, пинцет
- Магнитная плитка-мешалка, штатив, лапки, зажимы
- Кусок Al фольги для нагревания на воздушной бане

Процедура синтеза:

- 1) Осторожно помести палочку магнитной мешалки в 25-миллилитровую круглодонную колбу. Закрепи колбу на штативе при помощи лапки и зажима. **NB! Не зажимай колбу слишком сильно.**
- 2) Перенеси предварительно взвешенное количество NaOH (**NaOH**) в колбу и добавь 5 миллилитров деионизированной воды (**Dest. vesi**).
- 3) Убедись, что нагрев магнитной плитки-мешалки выключен! Затем начни перемешивание (положение регулятора 1-2). После растворения NaOH добавь в колбу 2 мл этанола (**EtOH**), помести колбу в ледяную баню и охлади смесь в течении 3-4 минут.
- 4) К холодному перемешиваемому раствору NaOH добавь до каплям бензальдегид (**Benz**) (1 капля – в течении 2-3 секунд). Ополосни

содержавшую бензальдегид виалу примерно 0.7 миллилитрами этанола (**EtOH**) и перенеси промывной раствор в реакционную колбу.

- 5) Затем, к холодной перемешиваемой реакционной смеси добавь по каплям ацетон (**Acet**) (1 капля – в течении 2-3 секунд). Ополосни содержавшую ацетон виалу примерно 0.7 миллилитрами этанола (**EtOH**) и перенеси промывной раствор в реакционную колбу.
- 6) После добавления ацетона удали ледяную баню, запиши время начала реакции, дай реакционной смеси нагреться до комнатной температуры и перемешивай смесь при комнатной температуре в течении 1 часа.

*a. **NB!** В течении этого времени решай задания на листе с ответами и приготовь установку для фильтрации.*

- 7) Охлади полученную гетерогенную смесь в течении 5 минут путём перемешивания на ледяной бане, останови перемешивание, извлеки палочку магнитной мешалки и профильтруй смесь через стеклянный фильтр. Ополосни реакционную колбу 1х3 мл деионизированной воды (**Dest. vesi**), вылей промывной раствор на фильтр (не используя вакуум!), перемешай твёрдое вещество с водой, присоедини вакуумный шланг и профильтруй смесь. Повтори промывание еще два раза. Затем посуши выделенный продукт в течении 2-3 минут на фильтре в потоке воздуха, создаваемом вакуумным насосом.
- 8) Возьми небольшое количество (кусочек размером со спичечную головку) неочищенного продукта и помести в пластиковую микропробирку (**C**).

Очистка сырого продукта путём перекристаллизации:

- 9) Перенеси полученный сырой продукт в чистую 25-миллилитровую круглодонную колбу. Используй для этого либо воронку, либо сложенный кусок фильтровальной бумаги. Осторожно помести в колбу палочку магнитной мешалки, закрепи колбу в лапке штатива и поставь колбу на плитку. **NB!** Не зажимай колбу слишком сильно. Ополосни стеклянный фильтр 3х1.5 мл 70% этанолом (**70% EtOH**). Перенеси промывные растворы в колбу.
- 10) Подсоедини к холодильнику шланги для подачи воды и соедини его с колбой. Начни перемешивание (скорость перемешивания 1-2) и открой водяной кран. **NB!** Проверь водяной поток – тонкой сплошной струйки достаточно. Убедись в том, что сливной шланг находится глубоко в трубе раковины и соединения шлангов не протекают. Убедись в том, что шланги и провода не касаются платки! Затем укрой колбу куском алюминиевой фольги и нагрей на воздушной бане до кипения (положение терморегулятора: 4-5). Если сырой продукт полностью не растворился, то добавь через обратный холодильник 70% этанол (**70% EtOH**).

- 11) Затемними колбу с плитки, удали палочку магнитной мешалки и охлади содержимое колбы до комнатной температуры. Продукт выделяется в виде кристаллов. После охлаждения до комнатной температуры помести колбу в ледяную баню и охлади в течении примерно 5 минут. В течении этого времени охлади в ледяной бане 4 мл налитого в пробирку 70% этанола (**70% EtOH**).
- 12) Отдели выделившиеся кристаллы от маточного раствора при помощи фильтрования. Ополосни колбу 1 мл холодного 70% этанола (**70% EtOH**), вылей промывной раствор на фильтр, перемешай твёрдое вещество с этанолом и профильтруй смесь. Повтори процедуру еще раз. Затем посуши перекристаллизованный продукт на фильтре в потоке воздуха, создаваемом вакуумным насосом.
- 13) Перенеси перекристаллизованный продукт на пронумерованную чашку Петри, отбери небольшое количество продукта (кусочек размером со спичечную головку) для приготовления ТСХ пробы (**P**). Определи массу полученного продукта и вычисли его выход после перекристаллизации.

NB! Не забудь записать полученные данные на листе с ответами.

ТСХ анализ:

Раствори ТСХ пробы (**C**), (**P**) и (**SM**) в примерно 0.5 мл этилацетата (**EtOAc**) и проводи ТСХ анализ используя в качестве элюента смесь Этилацетат/Гексан 1:5 (**EtOAc/Hex 1:5**). Отчётливо обозначь простым карандашом линию старта и фронта, высуши пластинку на воздухе и визуализируй пятна под УФ-лампой (254 nm). Обозначь пятна простым карандашом и вычисли значения факторов удержания **R_f** как для исходного вещества, так и для продукта.

NB! Не забудь записать полученные данные на листе с ответами.

Лист с ответами

Код:

Номер чашки Петри:

1. Вычисление выхода:

Масса бензальдегида: г

Масса ацетона: г

Молярная масса (*E,E*)-дибензилиденацетона:..... г/моль

Масса пустой чашки Петри: g

Масса чашки Петри вместе с перекристаллизированным продуктом: г

Теоретический (100%) выход: г

Масса продукта: г

Ответ: Выход реакции составляет %

2. С каким веществом реагирует NaOH? Запиши структуру продукта этой реакции.

3. Запиши структуру (структуры) наиболее важного (важных) промежуточного (промежуточных) продуктов, описывающих механизм реакции. **NB! Весь механизм записывать не требуется.**

4. Планарная хроматография – вычисление факторов удерживания пятен (R_f):

Расстояние между линией старта и фронта: см

Расстояние между линией старта и пятном исходного вещества: см

Расстояние между линией старта и пятном продукта: см

Содержится ли исходное вещество в продукте? (Да/Нет) Обведи правильный ответ.

Количество пятен в продукте реакции: (шт.)

R_f (исходное вещество) =

R_f (продукт) =