

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады
по химии 2009/2010 уч. г.

13 марта 2010

11 и 12 классы

Синтез 1,4-ди-трет-бутил-2,5-диметоксибензена

Техника безопасности

Все используемые в синтезе реактивы являются опасными для здоровья веществами. Поэтому **избегайте попадания их на кожу, в глаза и на стол.** Во время всего эксперимента вам необходимо носить **халат, защитные перчатки и очки.**

За нарушение правил безопасности вас могут оштрафовать, снизив баллы. При возникновении проблем без промедления обращайтесь к руководителю.

Реагенты и приспособления

360 мг 1,4-диметоксибензена в бюксе **diMeOB**
1,5 см³ уксусной кислоты в пробирке с красной пробкой **CH₃COOH**
~1 см³ *третичного* бутилового спирта (d = 0,79) в пластиковом стаканчике с пробкой **t-BuOH**
~2 см³ конц. серной кислоты в градуированной пробирке **H₂SO₄**
лед в общей для всех участников посуде
дистиллированная вода в пробирке (10 см³) без пробки и в промывалке
гексан (компонент TLC элюента) 2 колбы на всех участников
этилацетат (компонент TLC элюента) 2 колбы на всех участников
круглодонная колба объемом 50 см³ пластмассовая воронка
магнитная мешалка и палочка для магнитной мешалки
штатив, зажим, муфта
ванна для льда (пластмассовая коробка)
1 мл пластмассовый шприц для измерения и добавления *трет*-бутилового спирта
стеклянная пипетка Пастера для прибавления конц. **H₂SO₄**
пробирка без градуировки
стеклянный фильтр
устройство для вакуумного фильтрования, одно на 4 участника
чашка Петри для продукта
пластиковая пипетка Пастера для прибавления **дистиллированной воды**
сосуд для элюирования с крышкой
капилляры (2 шт)
силикагельная пластинка
шпатель, пинцет, карандаш, линейка
пластиковые стаканчики Эппендорфа для приготовления растворов исходного вещества (**L**) и продукта (**P**)
пипетки Пастера для растворения продукта и исходного вещества (расположены рядом с колбами для элюента)
UV-лампа 2 шт, общие для всех участников
весы 2 шт, общие для всех участников

Ход работы

Растворите в круглодонной колбе объемом 50 см³, перемешивая магнитной мешалкой, **360 мг 1,4-диметоксибензена** в **1,5 см³** уксусной кислоте.

Отмерьте и прибавьте 1 мл пластмассовым шприцом **0,6 см³ трет**-бутилового спирта. Следите за тем, чтобы в шпиге не было пузырьков.

Охладите смесь на ледяной ванне, продолжая перемешивать, и прибавьте к смеси по каплям пипеткой Пастера **концентрированную серную кислоту (~1,3 – 1,5 см³) до образования бледно-желтого осадка.** При прибавлении серной кислоты пипеткой Пастера нужно убедиться, что до прибавления каждой следующей капли кислоты предыдущая была бы тщательно перемешана с реакционной смесью. Использованную пипетку поместите обратно в пустую пробирку.

Снимите смесь с ледяной ванны, дайте нагреться до комнатной температуры и перемешивайте после этого еще 25 минут.

Охладите смесь снова на ледяной ванне (0°C), затем прибавьте **очень осторожно медленно перемешивая 3 капли воды.** Начнется кристаллизация продукта.

Прибавьте, охлаждая и перемешивая, осторожно по каплям еще **7,5 см³** дистиллированной воды, охлажденной на ледяной ванне.

После прибавления воды тщательно перемешайте реакционную смесь, чтобы на дне колбы не осталось прилипшим желтого вещества. Убедитесь, **чтобы** желтая окраска всего осадка исчезла.

Дайте продукту в течение 10 мин кристаллизоваться без перемешивания, и затем образовавшиеся кристаллы отфильтруйте на устройстве для вакуумного фильтрования. При необходимости для переноса вещества используйте дистиллированную воду. Тщательно промойте осадок и дайте ему высохнуть на чашке Петри.

Чистоту полученного вещества проверьте с помощью планарной хроматографии на силикагельной пластинке (TLC-пластинка), используя в качестве элюента смесь гексана и этилацетата (7:1)

Нанесите на TLC- пластинку отдельными пятнами растворы продукта (P) и исходного вещества (L).

Определите **значения факторов R_f** продукта, исходного вещества и возможных примесей (если их можно определить визуально на TLC-пластинке).

Взвесьте высохший продукт и рассчитайте выход продукта

Заполните лист для ответов и ответьте на теоретические вопросы.