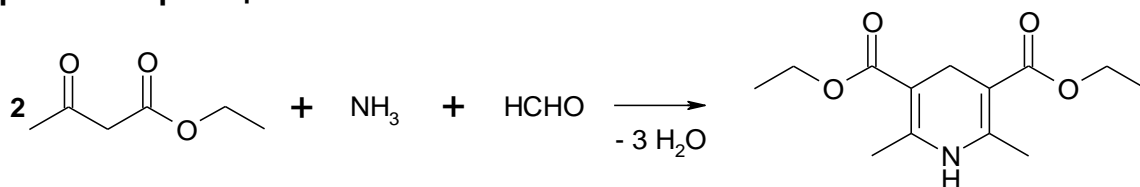


Практическая работа заключительного тура олимпиады по химии 2016/2017 уч.г. 11 и 12 класс

Синтез диэтил-2,6-диметил-1,4-дигидропиридин-3,5-дикарбоксилата

Известно много модификаций этой классической реакции, например вместо аммиака можно использовать ацетат аммония, а вместо формальдегида – уротропин.

Уравнение реакции



Используемые вещества и реагенты

- | | |
|---|---|
| 0,5 г ацетата аммония | (взвешен, в пластиковой пробирке, обозначено AA) |
| 0,2 г уротропина | (взвешен, в пластиковой пробирке, обозначено Urt) |
| 1,95 мл этилацетоацетата | (отмерено, в пробирке с красной пробкой с надписью EAA) d 1,029 г/мл |
| 8 мл этанола | (в 10 мл пробирке с пробкой, обозначено EtOH) |
| Гексан | (одна колба на всех, обозначено Hex) |
| Этилацетат | (одна колба на всех, обозначено EtOAc) |
| Элюент для тонкослойной хроматографии:
гексан/этилацетат 2:1 (приготовьте сами, примерно 6 мл) | |

Безопасность при работе с реагентами:

Избегайте вдыхания паров, контакта с кожей и попадания в глаза. Рабочее место содержите в чистоте и порядке.

На протяжении всего эксперимента на вас должны быть надеты лабораторный халат, защитные или собственные очки и перчатки. В случае несоблюдения правил безопасности возможно получить минус-баллы.

Посуда и оборудование

- 25 мл грушевидная колба, пластиковая воронка
- Холодильник, шланги
- Магнитная мешалка, магнит для магнитной мешалки
- Штатив, лапка, муфта
- 10 мл пробирка с градуировкой и пробкой
- 10 мл пробирка с градуировкой для дистиллированной воды
- Пластиковая пипетка Пастера (3 мл), шпатель
- Стекланный фильтр, переходник, круглодонная колба
- Чашка Петри, пластиковая коробочка для ледяной ванночки
- Камера для тонкослойной хроматографии TLC
- Пластинки TLC, карандаш, линейка, пинцет
- Капилляр для TLC, пластиковая пробирка для приготовления раствора пробы (P)
- Фольга

Описание эксперимента

1. В 25 мл грушевидной колбе, закрепленной на штативе, растворите **0,5 г** ацетата аммония и **0,2 г** уротропина в **5,5 мл** этанола (у вас есть 8 мл в пробирке)
2. К полученному раствору добавьте **1,95 мл** этилацетоацетата, ополосните пробирку ~0,5 мл этанола и также добавьте в колбу.
3. Установите холодильник на колбу и доведите реакционную смесь до кипения. Продолжайте мешать с подогревом в течение **30 минут**. Для эффективного подогрева сначала включите регулятор температуры на максимум, а когда с кончика холодильника начнет капать конденсат, отрегулируйте температуру так, чтобы жидкость в колбе продолжала равномерно кипеть. При необходимости можно обернуть колбу фольгой.
4. После получасового кипения, выключите магнитную мешалку и подогрев и аккуратно удалите мешалку из под колбы. Сначала остудите колбу на воздухе в течение 5 – 10 минут, затем поместите колбу в смесь воды и льда.
5. Отфильтруйте образовавшиеся желтые кристаллы с помощью стеклянного фильтра и вакуумного насоса.
6. Осадок на фильтре промойте **1 мл ледяного** этанола, затем **2 мл** воды и еще раз **1 мл** этанола (используйте пластиковую пипетку). Для эффективного промывания отсоедините вакуум от фильтра во время добавления жидкости. Во время каждого фильтрования уплотняйте твердое вещество на фильтре с помощью стеклянной пробки.

7. Сухие кристаллы продукта перенесите в взвешенную чашку Петри
8. Проверьте чистоту продукта с помощью **тонкослойной хроматографии**. Для визуализации продукта и примесей на элюированной пластинке используйте **ультрафиолетовую лампу (UV)**.
Рассчитайте фактор удерживания R_f полученного вещества. На готовой пластинке напишите свой код участника над линией финиша.
9. Взвесьте полученный продукт. Рассчитайте теоретический выход синтеза в граммах и полученный выход в процентах.

Лист ответов

КОД участника

Номер чашки Петри

1. Напишите механизм реакции

2. Расчет выхода

Масса чашки Петри: г

Масса чашки Петри в продуктом: г

Масса продукта: г

Теоретический выход (приведите все расчеты): г

Полученный выход реакции: %

3. Тонкослойная хроматография

l_0

$l_r(P)$

$R_f(P)$