

**Практическая работа заключительного тура
олимпиады по химии 2017/2018 уч. г.**

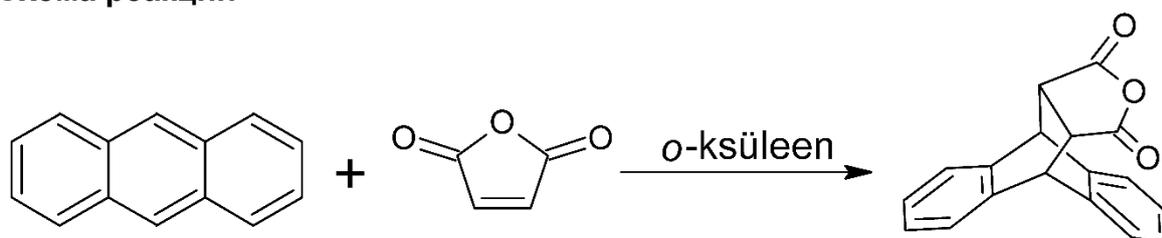
Органический синтез

24. марта 2018

11.-12. класс

**Синтез ангидрида 9,10-дигидроантрацен-9,10- α,β -сукциновой
кислоты**

Схема реакции



Используемые вещества

| Вещество | Количество | Пояснение |
|------------------------------|------------|--|
| антрацен | ~1 г | взвешен, в весовом стаканчике, помечен как „Antratseen“; точная масса вещества указана на стаканчике |
| Ангидрид малеиновой кислоты | ~0,5 г | взвешен, в весовом стаканчике, помечен как „Anhüdriid“; точная масса вещества указана на стаканчике |
| о-ксилол (1,2-диметилбензол) | 100 мл | В колбе Эрленмейера, помечен как „Ksüleen“ |
| толуол | – | В общем пользовании |
| дихлорметан | – | В общем пользовании |

Безопасность химикатов:

Необходимо предотвратить контакт всех используемых химикатов с кожей и глазами, а также избегать вдыхания паров. 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 баллы будут сниматься.

Стеклопосуда и оборудование:

- Круглодонная колба (3 шт – 25 мл, 2 x 100 мл)
- Вертикальный холодильник и шланги
- Магнитная мешалка с нагревом
- Магнит для магнитной мешалки
- Штатив, муфта, лапка
- Мерный цилиндр
- Пластиковая пипетка
- Ванна со льдом
- Стеклопосуда с фильтром

- переходник
- пластиковая воронка, шпатель
- чашка Петри
- Микропробирка типа Эппендорф (2 шт)
- капилляры
- пластинка для планарной хроматографии (SiO_2 , с индикатором УФ 254 нм)
- сосуд для элюирования с крышкой
- простой карандаш, линейка, пинцет
- алюминиевая фольга
- УФ-лампа

Описание эксперимента

1. В 25 мл круглодонную колбу, закрепленную над магнитной мешалкой с нагревом, добавьте антрацен, ангидрид малеиновой кислоты, 12,5 мл оксиллола и магнит для магнитной мешалки.
2. Осторожно соедините шланги с вертикальным холодильником и установите холодильник на круглодонную колбу. Реакционную смесь надо нагревать при температуре обратного оттока (т.е., с кончика холодильника начнет капать конденсат), постоянно медленно помешивая в течение 20 мин. При нагревании можете использовать фольгу.
3. Во время прохождения реакции подготовьтесь к следующим процедурам: прочитайте инструкцию, сделайте расчеты и ответьте на вопросы.
4. Остудите реакционную смесь до комнатной температуры, а затем охладите в ванне со льдом – продукт выкристаллизуется. Уберите магнит для магнитной мешалки из колбы с помощью специального приспособления (спросите у ассистента).
5. Отфильтруйте полученные кристаллы с помощью вакуумной фильтрации (используйте стеклянный фильтр, переходник и 100 мл круглодонную колбу).
6. Очистьте полученное вещество с помощью перекристаллизации. Для этого используйте 100 мл круглодонную колбу, вертикальный холодильник и магнит для магнитной мешалки. В качестве растворителя используйте оксиллол. Полученные кристаллы отфильтруйте как в пункте 5. Поэтому после предыдущего использования необходимо тщательно вымыть стеклянный фильтр ацетоном. Находящиеся на фильтре кристаллы промойте малым количеством охлажденного растворителя, использованного для перекристаллизации, и дайте кристаллам высохнуть на фильтре в течение пары минут.
7. Полученное вещество перенесите с фильтра на заранее взвешенную чашку Петри и поместите в сушильный шкаф. Взвесьте сухое перекристаллизованное вещество.
8. Рассчитайте выход реакции.
9. Проведите анализ исходного и синтезированного вещества с помощью планарной хроматографии. Вещества растворите в отдельных микропробирках типа Эппендорф, используя дихлорметан. В качестве элюента используйте толуол. Визуализируйте все пятна на элюированной пластинке с помощью УФ-лампы и рассчитайте факторы удерживания для всех веществ. На готовой пластинке напишите свой код участника над линией финиша.

КОД участника:
Номер чашки Петри:

**Практическая работа заключительного тура
олимпиады по химии 2017/2018 уч. г.**

ЛИСТ ДЛЯ ОТВЕТОВ

24. марта 2018

11.-12. класс

1. Расчет выхода реакции:

масса антрацена: г

масса ангидрида малеиновой кислоты: г

масса пустой чашки Петри: г

масса чашки Петри вместе с продуктом: г

масса продукта: г

Ответ: выход реакции синтеза равен %

2. Напишите механизм происходящей реакции:

КОД участника:
Номер чашки Петри:

| Наименование | $t_{\text{кип}}$ ($^{\circ}\text{C}$) | плотность (г/см^3) | растворимость в воде | Дипольный момент (D) | Диэлектрическая проницаемость |
|-----------------------|--|----------------------------------|-------------------------|----------------------------|----------------------------------|
| о-ксилол ^a | 144,4 | 0,864 | 171 mg/L | 0,64 | 2,6 |
| вода | 100 | 1,000 | – | 1,15 | 81 |
| диэтиловый эфир | 34,6 | 0,713 | 69 g/L | 1,11 | 4,4 |
| ацетон | 56,05 | 0,791 | Täielikult | 2,88 | 21 |
| этанол | 78,24 | 0,789 | Täielikult | 1,69 | 24 |
| ацетонитрил | 81,3 | 0,786 | Täielikult | 3,95 | 36 |
| толуол | 111 | 0,87 | 520 mg/L | 0,36 | 2,4 |
| гексан | 68,5 | 0,655 | 9,5 mg/L | 0,00 | 1,9 |
| этилацетат | 77,1 | 0,902 | 83 g/L | 1,78 | 6,0 |
| дихлорметан | 39,6 | 1,327 | 21 g/L | 1,60 | 9,0 |
| диметилсульфоксид | 189 | 1,1004 | Täielikult | 3,96 | 48 |
| тетрагидрофуран | 66 | 0,889 | Täielikult | 1,69 | 7,5 |

3. Выберите **один** растворитель, который также подошел бы для перекристаллизации в данной работе. Поясните свой выбор.

^a Приведен в таблице для сравнения

4. Планарная хроматография – расчет факторов удерживания для найденных пятен