

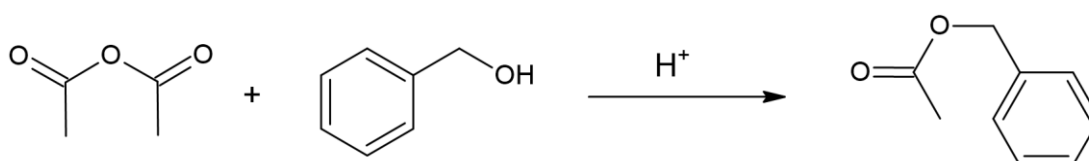
Практическая работа финала Химической олимпиады
2025/2026 учебного года

Органический синтез

15.03.2023

Синтез бензилэтаната

Схема реакции



Требования техники безопасности:

- На протяжении всей работы требуется носить защитные перчатки, очки и лабораторный халат.
- Концентрированная серная кислота очень едкая!
- Избегай попадания химикатов в глаза, на кожу, одежду и рабочие поверхности. Избегай вдыхания паров!
- Не используй роторный испаритель самостоятельно!
- УФ излучение вредно для кожи и глаз. Носи защитные перчатки и очки. Пользуйся УФ лампой в течении минимального возможного времени!
- Будь осторожен со стеклянными капиллярами, они могут быть очень острыми!

Реагенты и оборудование:

Реагенты:

- 2.05 г бензилового спирта в закручивающейся виае (**BnOH**)
- 2.03 г уксусного ангидрида в 10-миллилитровой круглодонной колбе (**Ac₂O**)
- 0.1 мл к. H_2SO_4 в пластиковой микропробирке (**H₂SO₄**)
- 20 мл метил-трет-Бутилового эфира в градуированной пробирке со шлифом (**MTBE**)
- Дистиллированная вода в промывалках для общего пользования (**H₂O**)
- 35 мл насыщенного раствора $NaHCO_3$ (**NaHCO₃**)
- Насыщенный раствор $NaCl$ в конической колбе для общего пользования (**к.NaCl**)
- 500 мг безводного $MgSO_4$ в микропробирке (**MgSO₄**)
- Элюент для тонкослойной хроматографии (TLC) (Этилацетат/Гексан 1:4) в 100-миллилитровых колбах Эрленмайера для общего пользования (**EtOAc:Hex 1:4**)
- Этилацетат (примерно 1 мл) в микропробирке для разбавления TLC проб (**EtOAc**)
- Проба бензилового спирта в микропробирке для TLC анализа (**SM**)

Оборудование:

- 10-миллилитровая круглодонная колба для проведения реакции с предварительно взвешенным **Ac₂O**
- Пронумерованная 50-миллилитровая круглодонная колба для упаривания экстракта
- 25-миллилитровая колба Эрленмайера со шлифом
- Палочка магнитной мешалки
- Магнитная плитка-мешалка
- Воздушный холодильник (стеклянная трубка со шлифом)
- Делительная воронка объемом в 100 или 250 мл с крышкой
- Химические стаканы объемом в 100-150 мл (2 шт.)
- Лапки, зажимы, штатив и кольцо для делительной воронки
- Пластиковые пипетки (3 шт.)
- Стеклопалочка
- Пластиковая микропробирка для приготовления TLC пробы из полученного продукта (**P**)
- Камера для элюирования с крышкой
- Пластика для тонкослойной хроматографии (TLC)
- УФ-лампы для общего пользования (2 шт.)
- Весы для общего пользования (2 шт.)
- Карандаш, линейка, пинцет

Процедура синтеза:

- 1) Осторожно помести палочку магнитной мешалки в 10-миллилитровую круглодонную колбу, содержащую предварительно взвешенное количество необходимого уксусного ангидрида (Ac_2O). Закрепи колбу на штативе при помощи лапки и зажима.
- 2) Убедись в том, что нагрев магнитной плитки-мешалки выключен!
- 3) Начни перемешивание (положение регулятора 2).
- 4) Добавь к перемешиваемому в колбе уксусному ангидриду 1 каплю $\text{K}_2\text{H}_2\text{SO}_4$ (H_2SO_4). При добавлении серной кислоты необходимо убедиться в том, что капля попала в этановый ангидрид.
- 5) Затем соедини круглодонную колбу с воздушным холодильником и начинай медленно, по каплям (1 капля в 3-4 секунды) прибавлять бензиловый спирт (BnOH) через воздушный холодильник. **NB!** Обрати внимание на тепловой эффект реакции!
- 6) После окончания прибавления бензинового спирта перемешивай реакционную смесь в течении 15 минут при комнатной температуре.

NB! В течении этого времени решай задания на листе с ответами. Взвесь пронумерованную круглодонную колбу (для взвешивания используй резиновое кольцо) и запиши её массу на листе с ответами.

Очистка сырого продукта при помощи кислотно-основной экстракции:

- 7) Закрепи на штативе кольцо для делительной воронки и установи делительную воронку в кольцо. Она понадобится для следующих этапов работы.
NB! Убедись в том, что кран делительной коронки умеренно затянут и закрыт (ручка крана перпендикулярна делительной воронке). На всякий случай под делительную воронку необходимо подставить химический стакан.
- 8) Налей в химический стакан 35 мл насыщенного раствора NaHCO_3 (NaHCO_3), 25 мл дистиллированной воды и при помощи пипетки прибавь реакционную смесь по каплям к раствору NaHCO_3 , находящемуся в химическом стакане.

NB! Начнётся выделение газа! Слишком быстрое прибавление реакционной смеси может привести к слишком бурной реакции и потерям продукта.

После переноса всей реакционной смеси в химический стакан осторожно перенеси в стакан находящуюся в реакционной колбе палочку магнитной мешалки. Убедись в том, что нагрев выключен и поставь химический стакан на плитку магнитной мешалки. Начни интенсивное перемешивание смеси (палочка магнитной мешалки должна создавать конус, но не должна прыгать в химическом стакане) и продолжай перемешивание до окончания выделения газа.

Затем выключи перемешивание, при помощи магнитного экстрактора удали из химического стакана палочку магнитной мешалки и вылей содержимое стакана в делительную воронку. Добавь в химический стакан 10 мл метил-трет-Бутилового эфира (**MTBE**), аккуратно ополосни стакан растворителем и вылей **MTBE** в делительную воронку.

- 9) Закрой делительную воронку крышкой (для плотного закрытия крышку необходимо умеренно вдавить и немного повернуть вправо или влево!). Делительную воронку необходимо крепко держать двумя руками: одна рука держит крышку, другая держит воронку в области крана. **NB!** Избыточное давление и газы могут выбить крышку или же делительная воронка будет протекать.
- 10) Интенсивно взбалтывай содержимое делительной воронки в течении примерно 10 секунд. Переверни делительную воронку таким образом, чтобы кран и носик делительной воронки были наверху, были направлены под вытяжной шкаф и повернуты в сторону от тебя и окружающих людей. Осторожно открой кран повернув ручку в параллельное с носиком положение. Затем закрой кран и помести делительную воронку в кольцо для разделения слоёв. **NB!** Это может занять несколько минут.
- 11) Отдели нижний водный слой, верхний органический слой выпусти в 25-миллилитровую колбу Эрленмайера со шлифом. Закрой кран делительной воронки, залей отделённую водную фазу в делительную воронку и экстрагируй её еще раз примерно 5 миллилитрами **MTBE**. **NB!** Оставь 3-4 миллилитра **MTBE** в пробирке для последующей промывки осушающей соли! Отдели водный слой, оставь верхний органический слой в делительной воронке. К находящемуся в делительной воронке органическому слою добавь органический слой первой экстракции (находится в колбе Эрленмайера), добавь к объединённой органической фазе приблизительно 5 миллилитров насыщенного раствора хлорида натрия (**k.NaCl**), закрой делительную воронку крышкой и интенсивно взболтай в течении примерно 10 секунд, выпусти избыточное давление и дай слоям отделиться.
- 12) Отдели слои, выпусти верхний органический слой в 25-миллилитровую колбу Эрленмайера и добавь выданное количество безводного сульфата магния (**MgSO₄**). Перемешивай смесь стеклянной палочкой в течении

нескольких минут. Затем декантируй (слей с осадка) осушенный раствор в предварительно взвешенную 50-миллилитровую круглодонную колбу. **NB!** Следует избегать попадания кусочков осушающей соли в круглодонную колбу! Добавь к осушающей соли 3-4 миллилитра МТБЕ и перемешай. Дай остатку $MgSO_4$ осесть на дно и декантируй промывной раствор в круглодонную колбу. Перед упариванием помести 2-3 капли полученного раствора в пластиковую микропробирку (**P**). При помощи лаборанта упарь полученный раствор на роторном испарителе и вакуумируй полученный продукт в течении нескольких минут для удаления остатков растворителя.

NB! Во время ожидания решай задания на листе с ответами.

13) Определи массу вакуумированного продукта и вычисли выход.

TLC анализ:

Раствори TLC пробы (**P**) и (**SM**) примерно в 0.5 миллилитрах этилацетата (**EtOAc**) и произведи TLC анализ используя в качестве элюента смесь этилацетата и гексана 1:4 (**EtOAc/Hex 1:4**).

NB! Чётко обозначь линию старта и фронта, визуализируй пластинку под УФ лампой (254 nm), обозначь пятна веществ и вычисли факторы удерживания (R_f) как для исходного вещества, так и для продукта.

Лист с ответами

Код:

Номер круглодонной колбы:

Масса круглодонной колбы:..... г

1. Вычисление выхода:

Масса уксусного ангидрида: г

Масса бензилового спирта: г

Молярная масса бензилэтаната:..... г/моль

Масса круглодонной колбы вместе с продуктом:г

Теоретический (100%) выход:.....г

Масса продукта: г

Ответ: Выход реакции составляет %

2. Напиши механизм протекавшей реакции:

3. Какая роль у использовавшейся серной кислоты? Объясни 2-3 предложениями.

4. Какое соединение образовалось во время реакции наряду со сложным эфиром? Напиши его формулу. Также напиши уравнение реакции, протекавшей в делительной воронке.

5. Тонкослойная хроматография – определение факторов удерживания (R_f) пятен веществ:

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) =