

**XVIII Baltijos
Chemijos
Olimpiada**



Praktinė užduotis-
- Organinė sintezė

Kodas:

**Balandžio 16-18, 2010
Tartu, Estija**

- **Saugaus darbo taisyklės** – elkitės pagal ICHO paruočiamųjų užduočių nurodymus, nevalgykite ir negerkite laboratorijoje. Naudokite apsauginius akinius, pirštines bei chalatus.
- **Taisyklių nesilaikymas** – pirmas kartas – perspėjimas, antras kartas – darbo nutraukimas.
- **Darbo laikas** – 2.5 valandos antrajai užduočiai.
- Užrašykite savo **kodą** pirmame lape.
- **Atsakymai** – rašykite tik jiems skirtose vietose. Ne atsakymų vietoje parašyti atsakymai vertinami nebus. Rodykite skaičiavimus.
- **Rezultatai.** Laikykitės reikšminių skaitmenų taisyklių. Už klaidas bus minusuojami taškai.
- **Klausimai.** Drąsiai klauskite laboranto apie darbo saugą, įrangą, reagentus bei organizacinius reikalus. Iškilus reikalui prašykite tualetu pertraukėlės.
- **Paskelbus darbo pabaigą privalote iš karto baigti visus darbus. Uždelsus ilgiau nei 5 minutes jūsų darbas nebus vertinamas.**
- Palikite darbo vietą tik gavę leidimą.
- Šią užduotį sudaro **6** puslapiai.
- Iškilus neaiškumų galite prašyti aprašymo anglų kalba.

Hidrobenzoino sintezė

Natrio borohidridą 1943 m. atrado I. Schlesinger'is ir H. C. Brown'as. Šiam reagentui Brown'as paskyrė visą savo mokslinę karjerą ir už tai gavo Nobelio premiją. Natrio borohidridas dabar yra vienas pigiausių ir naudingiausių reduktorių organinėje sintezėje.

Šio eksperimento metu jūs atliksite tipinę redukciją – benzilą redukuosite natrio borohidridu.

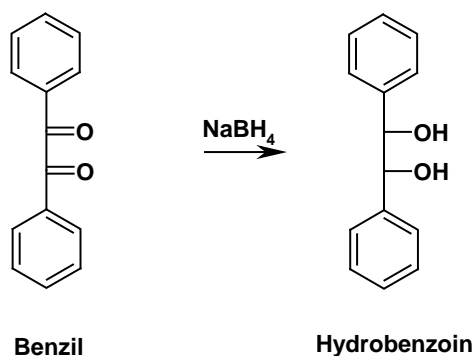
Reagentai

Benzilas (tiksliai masė)	mažame buteliuke etikete Bzl
Natrio borohidridas (tiksliai masė)	Eppendorf'o mėgintuvėlyje etikete NaBH₄
Etanolis	graduotame mėgintuvėlyje etikete EtOH
Etilo acetatas	mėgintuvėlyje etikete EtOAc
Heksanas	mėgintuvėlyje etikete Hex

Įranga

Apvaliadugnė kolba (50 mL)
Liebig'o šaldytuvas (naudojamas kaip oro kondensatorius)
Stiklo filtras
Plastikinis piltuvėlis
Ledo vonia
Vakuuminio filtravimo įranga (viena dviems dalyviams)
Magnetinė maišyklė
Maišymo magnetukas
Graduotas mėgintuvėlis (2)
Plastikinė pipetė (3)
Petri lėkštelė
Eppendorf'o mėgintuvėlis plonasluoksnės chromatografijos mėginiui etikete **TLC**
Plonasluoksnės chromatografijos plokštelė
Kapiliarai
Pincetas
Indas chromatografijai
UV-lempa

Sintezės schema



Sintezė

Apvaliadugnėje 50 mL kolboje sumaišykite **0,5 g** benzilo ir **5 mL** 95% etanolio. Į mišinį po truputį sudėkite **0,1 g** natrio borohidrido (perteklius). Benzilui tirpstant reakcijos mišinys įkaista. Prijunkite šaldytuvą ir reakcijos mišinį maišykite 10 minučių. Tada įpilkite **5 mL** distiliuoto vandens ir reakcijos mišinį užvirinkite. Pilkite dar distiliuoto vandens, kol gausite sotų tirpalą (apie 10 mL). Patraukę kolbą nuo plytelės leiskite jai atvėsti iki kambario temperatūros, tada šaldykite ledo vonioje.

Reakcijos produktas išsikristalizuoja blizgių plokštelių pavidalu. Stiklo filtru nufiltruokite produktą ir praplaukite keliais mililitrais distiliuoto vandens. Perkelkite gautą medžiagą į Petri lėkštelę džiovinimui bei svėrimui.

Analizė

Ištirpinkite gauto produkto mėginį etilacetate ir patikrinkite jo grynumą plonasluoksnės chromatografijos (TLC) būdu. Elientu naudokite heksano ir etilacetato mišinį (santykiu 1:1, apie 6 mL). Apžiūrėkite plokštelę UV šviesoje ir apskaičiuokite visų jūsų pastebėtų dėmių R_f reikšmes.

Klausimai

1. Apskaičiuokite produkto išeigą (%).

Išeiga:

Skaičiavimai:

2. Kiek izomerų sudaro hidrobzoiną? Pavaizduokite visų jų struktūrines formules

Hidrobzoino izomerų skaičius:

Struktūrinės formulės:

3. Kiek izomerų susidarytų redukavus 4-tretbutilcikloheksanona? Pavaizduokite jų struktūrines formules.

Alkoholio izomerų skaičius:

Struktūrinės formulės:

- 4.** Pavaizduokite reakcijos mechanizmą karbonilinę grupę redukuojant NaBH_4 .

Karbonilinės grupės redukcijos NaBH_4 mechanizmas:

- 5.** Kiek molių NaBH_4 reikia pilnai suredukuoti vieną molį benzilo?

NaBH_4 molių skaičius:

Skaičiavimai:

- 6.** Apskaičiuokite visų pastebėtų dėmių R_f reikšmes.