

XVIII Baltijas Ķīmijas Olimpiāde



Praktiskais eksāmens- - organiskā sintēze

Kods:

16-18 Aprīlis 2010
Tartu, Igaunija

Instrukcijas

- **Drošības noteikumi** – ievērojiet drošības noteikumus kas aprakstīti sagatavošanas uzdevumos, ēšana un dzeršana laboratorijā ir stingri aizliegta. Lietojiet aizsargbrilles, cimds un laboratorijas halātu.
- **Drošības noteikumu neievērošana** – pirmais brīdinājums, atkārtota pārkāpšana - automātiska diskvalifikācija.
- **Laiks** – jums ir dotas 2.5 stundas eksperimenta pabeigšanai.
- Pierakstiet **studenta kodu** un pirmās lapas.
- **Atbildes** – tikai atbilžu lapu paredzētās vietās, citi pieraksti nebūs vērtēti. Jāuzrāda visi nepieciešamie aprēķini.
- **Rezultāti.** Zīmīgo ciparu skaitam ir jāsakrīt ar eksperimentālo rezultātu novērtēšanas noteikumiem. Soda punkti tiks piešķirti par noteikumu neievērošanu.
- **Jautājiet laboratorijas asistentam** par drošības noteikumiem, laboratorijas piederumiem, reaģentiem jeb gadījumā ja jums ir nepieciešams pārtraukums.
- **Darbs jābeidz tūlīt pēc "stop" komandas. Aizkavēšanās par 5 minūtēm, novedīs pie darba anulēšanas un dos 0 punktus par šo darbu.**
- Neatstājiet savu darba vietu pirms saņemat atļauju no laboratorijas asistenta.
- Eksāmena uzdevumi ir uz **6 lpp.**
- Praktiskā eksāmena oficiālu angļu valodas versiju var saņemt neskaidrību gadījumā.

Hidrobenzoīna sintēze

H. I. Šlesingers un H. C. Brauns 1943. gadā atklāja nātrija borhidrīdu. Brauns veltīja visu savu zinātnisko karjeru šim reaģentam un saņēma Nobela prēmiju par savu darbu. Mūsdienās nātrija borhidrīds ir viens no svarīgākajiem un lētākiem reducētājiem organiskajā ķīmijā.

Šajā eksperimenta jūs veiksiet benzila reducēšanu, kas ir tipiska nātrija borhidrīda reakcija.

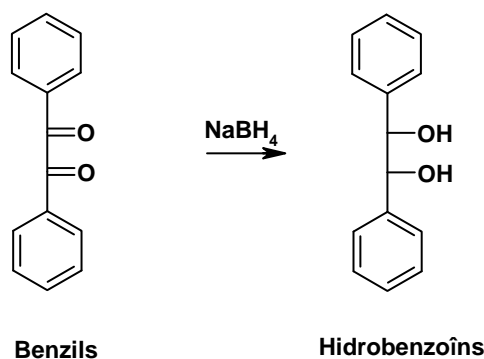
Reaģenti

benzils (precīzs iesvars)	mazā stikla traukā apz. Bzl
nātrija borhidrīds (precīzs iesvars)	Eppendorfa mēģene apz. NaBH₄
etanols	graduētā mēģenē apz. EtOH
etilacetats	mēģenē apz. EtOAc
heksāns	mēģenē apz. Hex

Piederumi

apaļkolba (50 mL)
Lībīga dzesinātājs (gaisa dzesinātājs)
stikla filtrs
plastika piltuve
ledus vanna
iekārta filtrēšanai pazeminātā spiedienā (viena iekārta divām personām)
magnētiskais maisītājs
graduētas mēģenes (2)
plastika pipetes (3)
Petri trauciņš
Eppendorfa mēģene PSH paraugam, apz. **TLC**
PSH plāksne (silikagels 60; slāņa biezums: 0.25 mm)
stikla kapilārs
pincete
platkakla pudele ar korķi (PSH plāksnes attīstīšanai)
UV-lampa

Darba apraksts



Sintēze

50 ml apaļkolbā, maisot sajauc **0.5 g** benzila un **5 ml** 95% etanola. Tad dažās porcijās ar lāpstiņu pievieno **0.1 g** nātrija borhidrīda (liels pārākums). Benzils izšķīst un reakcijas maisījums nedaudz sasilst. Pieslēdz Lībiga dzesinātāju un maisi kolbas saturu vēl 10 minūtes. Pievieno **5 ml** destilēta ūdens un uzsildi maisījumu līdz vārīšanai. Pievieno destilētu ūdeni līdz piesātinājuma punktam (~ 10 ml) un atstāj kolbu dzesēties līdz istabas temperatūrai un tad ievieto ledus vannā.

Produkts izgulsnējās spožu plākšņu veidā. Nofiltrē produktu ar stikla filtru, mazgā kristālus ar dažiem mililitriem destilēta ūdens un pārnes produktu Petri trauciņā žāvēšanai un nosvēršanai.

Analīze

Izšķīdini produkta paraugu etilacetātā un analizē ar PSH, kā eluentu izmanto heksāna un etilacetāta maisījumu (1:1; ~ 6 ml). Attīstīšanai izmanto UV-lampu. Aprēķini R_f lielumus visiem detektējamiem plankumiem.

Jautājumi

1. Aprēķini produkta iznākumu (%).

Produkta iznākums:

Aprēķins:

2. Cik izomēru ir hidrobenzoīnam? Uzraksti struktūras visiem izomēriem.

Hidrobenzoīna izomēru skaits:

Izomēru struktūras:

3. Cik izomēru rodās reducējot 4-tert-butil-cikloheksanonu? Uzraksti struktūras visiem izomēriem.

4-tert-butil-cikloheksanola izomēru skaits:

Izomēru struktūras:

4. Uzraksti mehānismu karbonil grupas reducēšanai ar nātrija borhidrīdu.

Mehānisms:

5. Aprēķini NaBH_4 molu skaitu kas ir nepieciešams viena mola benzila pilnai reducēšanai.

NaBH_4 molu skaits:

Aprēķini:

6. Aprēķini R_f lielumus visiem detektējamiem plankumiem.