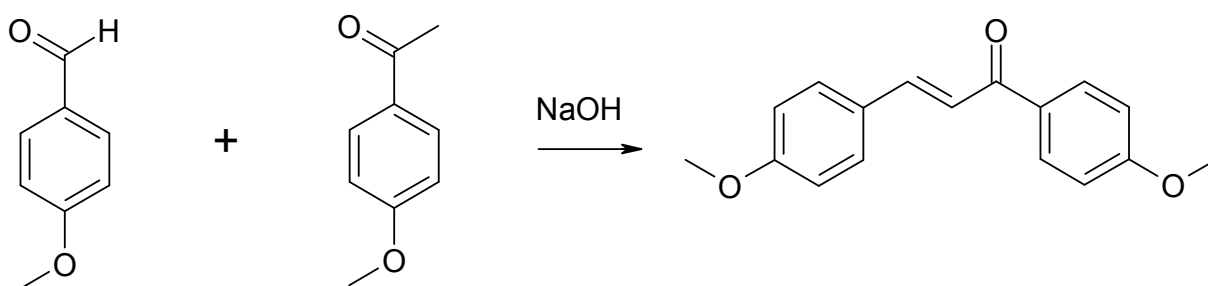


Зеленая химия: альдольная конденсация

Чтобы уменьшить количество образующихся остатков при органическом синтезе, иногда проводят синтез не в органическом растворителе, а в воде или вовсе без растворителя. Данная альдольная конденсация прекрасно происходит в воде. Получаемые в ходе этого синтеза конъюгированные кетоны являются потенциальными лекарствами, обладая противораковым, противовоспалительным, -грибковым и анти-бактериальным свойствами.

Схема реакции



Техника безопасности

Во время всего эксперимента вам необходимо носить халат, защитные перчатки и очки.

Альдегиды и кетоны действуют разъедающе на кожу.

Избегайте попадания используемых веществ **на кожу** и, особенно, **в глаза**.

Реагенты и приспособления

0,477 г 4 – метоксибензальдегида в 10 мл круглодонной колбе

0,525 г 4 – метоксифенилметилкетона в пробирке Эппендорфа (**Ket**)

0,35 г гидроксида натрия в пробирке Эппендорфа (**NaOH**)

Этанол (2 мл) в 10 мл пробирке с пробкой для перекристаллизации (**EtOH**)

Ацетон (3 мл) в 5 мл пробирке с пробкой (**Ats**)

Элюент (гексан/этилацетат 3 : 1) в 100 мл колбах Эрленмейера для общего пользования (**H/E 3 : 1**)

Этилацетат в четырех пробирках с пробками для растворения продукта для TLC (**EtOAc**)

Дистиллированная вода для общего пользования

10 мл пробирка с градуировкой для измерения объема дистиллированной воды

Палочка для магнитной мешалки

100 мл химический стакан

20 мл грушевидная колба для перекристаллизации
Холодильник
Устройство для фильтрования (стеклянный фильтр, 50 мл круглодонная колба, резиновая прокладка)
Пластмассовая воронка
Чашка Петри
3 мл пластмассовые пипетки (3 шт)
Дигитальный термометр
Пробирка Эппендорфа для растворения кристаллического продукта
(Р)
Сосуд для элюирования с крышкой
Силикагельная пластинка и капилляр
UV-лампа (2 шт), общие для всех участников
весы (2 шт), общие для всех участников
Карандаш, линейка, шпатель, пинцет
Магнитная мешалка, штатив, лапка, муфта

Ход работы

Закрепите 10 мл круглодонную колбу, в которой находится 0,477 г 4 – метоксибензальдегида на штативе, положите в нее палочку для магнитной мешалки, добавьте 0,525 г 4 – метоксифенилметилкетона и мешайте на магнитной мешалке пока не образуется гомогенный раствор.

К заранее взвешенным гранулам **NaOH** (0,35 – 0,40 г) в пробирке Эппендорфа добавьте 0,5 мл дистиллированной воды, плотно закройте и потрясите до растворения. Полученный раствор NaOH добавьте в колбу со смесью альдегида и кетона и мешайте 4 – 5 минут. Поверните колбу с реакционной смесью на штативе (, чтобы она была не над магнитной мешалкой).

В 100 мл стакан добавьте 80 мл дистиллированной воды, поставьте на магнитную мешалку, поверните регулятор температуры до отметки 400 °C и нагревайте так 5 – 6 минут. Затем поверните регулятор температуры до отметки 200 °C и поместите колбу с реакционной смесью на водяную баню. Так в водяной бане будет достигнута температура 85 – 90 °C. Время от времени проверяйте температуру водяной бани с помощью дигитального термометра.

Осторожно, вода горячая! Мешайте реакционную смесь при этой температуре 30 минут.

Затем охладите смесь до комнатной температуры и после этого на ледяной бане 5 минут. Добавьте к реакционной смеси 2 – 3 мл ледяной воды, мешайте до образования однородной суспензии, отфильтруйте осадок с помощью стеклянного фильтра и промойте осадок 5 x 5 мл дистиллированной водой.

Перекристаллизация

С помощью пластмассовой воронки перенесите полученный осадок вместе с палочкой для магнитной мешалки в 20 мл грушевидную колбу для перекристаллизации, поместите на колбу холодильник и перекристаллизуйте продукт из 95% - ого этанола. Во время охлаждения смеси промойте использованный при предыдущем фильтровании стеклянный фильтр ацетоном. Отфильтруйте полученный осадок с помощью стеклянного фильтра и промойте осадок на фильтре минимальным количеством холодного этанола и сушите с помощью вакуума 5 минут.

Полученный продукт перенесите на предварительно взвешенную чашку Петри, взвесьте чашку Петри с продуктом и посчитайте массу продукта и выход продукта в процентах.

Анализ

Проверьте чистоту перекристаллизованного продукта с помощью тонкослойной хроматографии, используя в качестве элюента смесь гексан/ этилацетат 3:1, которая приготовлена заранее и стоит в лаборатории в 100 мл колбах Эрленмейера (**H/E 3 : 1**). Определите R_f продукта и занесите его значение в лист ответов.