

Экспериментальная работа заключительного тура олимпиады  
по химии 2013/2014 уч. г.

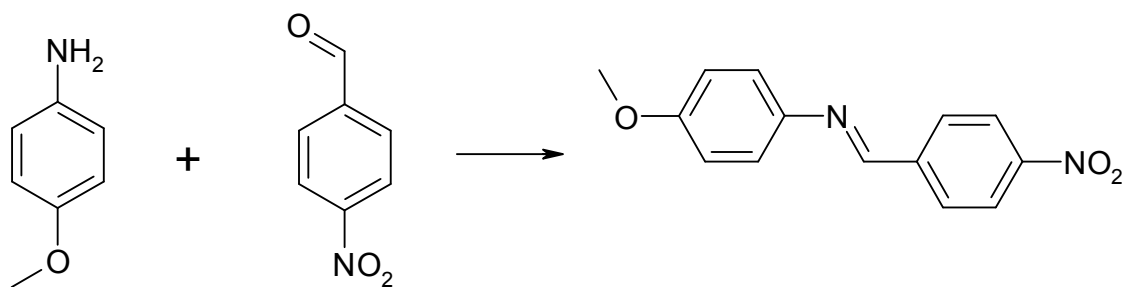
11 и 12 классы

29 марта 2014

**Синтез ими́на**

Имины и получаемые при их восстановлении амины имеют очень важное значение в синтезе многих биологически активных веществ. Их классические методы синтеза предполагают использование ядовитых, загрязняющих окружающую среду растворителей, при этом на проведение реакций затрачивается относительно много времени.

Вы используете в синтезе в качестве растворителя этиллактат, который является биоразлагаемым веществом. Этиллактат получают из восстанавливаемого сырья.



**Реагенты**

- этиллактат **EL**
- хлорид натрия **NaCl**
- п-метоксианилин (п-анизидин) **PMA**
- п-нитробензальдегид **PNB**
- ацетон **ATS**
- этилацетат (для приготовления элюента и растворения проб) **EtOAc**
- гексан (для приготовления элюента) **Hex**
- растворитель для перекристаллизации продукта (этанол/этилацетат 1:2) **Solv**

**Техника безопасности в обращении с реактивами:**

Избегайте попадания всех реактивов на кожу и в глаза, а также вдыхания паров. Сохраняйте порядок и чистоту на своем рабочем столе.

**Во время всего эксперимента вам необходимо носить халат, защитные очки (или свои очки) и защитные перчатки.**

**За нарушение правил безопасности вас могут оштрафовать, снизив баллы.**

### **Лабораторные приспособления и посуда**

- градуированные пробирки
- пластиковые пипетки
- две колбы Эрленмайера объемом 50 мл, в которых находятся заранее взвешенные исходные вещества
- магнитная мешалка и палочка для магнитной мешалки
- шпатель
- стеклянный фильтр вместе с устройством для фильтрования (в пластиковой ванне)
- грушевидная колба для перекристаллизации объемом 25 мл
- обратный холодильник со шлангами для воды
- чашка Петри с крышкой
- посуда из пластика для проб (Eppendorf)
- пробирка с пробкой для остатков реактивов (надпись: **Jäägid**)
- UV- лампа
- капилляры и пластинка для планарной хроматографии ( $\text{SiO}_2$ , с индикатором UV 254 нм)
- сосуд для элюирования с крышкой для планарной хроматографии
- карандаш, линейка, пинцет
- ванна для льда (пластмассовая коробка)

### ***Ход работы «Синтез имина»***

#### **1. Реагенты**

- i. В колбе Эрленмайера объемом 50 мл находится 0,756 г п-нитробензальдегида (**PNB**)
- ii. В колбе Эрленмайера объемом 50 мл находится 0,616 г п-метоксианилина (**PMA**)

Приготовьте в 10-мл пробирке с крышкой 5 мл насыщенного водного раствора NaCl и поставьте охлаждаться в ванну со льдом до тех пор, пока раствор не понадобится. Поставьте туда же охлаждаться вторую пробирку с 5 мл дистиллированной воды.

**2. Приготовление сольвента.** Приготовьте 13 мл 80%-го (объемн.%) раствора (L)-этиллактата (EL) в дистиллированной воде. Тщательно перемешайте.

**3. Растворение реагентов.**

Растворите п-метоксианилин в 1,5 мл ранее приготовленного сольвента.

Возьмите 10,5 мл сольвента, прилейте его к п-нитробензальдегиду и растворите последний при умеренном нагревании. Перемешайте тщательно раствор и дайте остыть до комнатной температуры.

**4. Реакция.** Прилейте раствор п-нитробензальдегида в перемешиваемый раствор п-метоксианилина. Сразу же ополосните колбу из-под раствора п-нитробензальдегида оставшимся раствором (~1 мл) этиллактата, прибавьте этот раствор в эту же колбу (PMA), быстро перемешайте для того, чтобы убедиться в гомогенности реакционной смеси. Смешивание растворов должно происходить как можно быстрее. Зафиксируйте время смешивания реагентов и оставьте реакционную смесь на 15 минут постоять. После этого поставьте реакционную колбу на 5 минут на ледяную ванну.

**5. Отделение осадка:** Прибавьте к полученной в предыдущем пункте реакционной смеси 5 мл охлажденного льдом раствора NaCl. Перемешайте содержимое колбы шпателем до получения однородной суспензии. Отфильтруйте полученную суспензию вакуумным фильтрованием. Ополосните колбу 5 мл ледяной дистиллированной воды, вылейте на фильтр и отфильтруйте кристаллы досуха. Взвесьте неочищенный продукт и запишите его массу на лист ответов. Промойте использованный фильтр ацетоном дочиستا.

**6. Перекристаллизация.** Перекристаллизуйте полученный продукт в выданной вам смеси этанол /этилацетат.

**NB! До начала охлаждения раствора покажите свой раствор руководителю, в противном случае вам не будет засчитан результат.**

Отфильтруйте полученный осадок на предварительно очищенной фильтровальной установке как можно более досуха.

7. **Взвесьте перекристаллизованный продукт**, запишите полученный результат на лист ответов и рассчитайте из этого результата процент выхода продукта синтеза.
8. **Анализ.** Проведите анализ своего продукта и двух исходных веществ с помощью планарной хроматографии, используя в качестве элюента ~ 6 мл смеси гексан/этилацетат (1:1).

**Внимание:** Не смотрите на источник излучения UV-лампы, это может повредить зрение!