

- 50 мл колба Эрленмейера
- ледяная ванночка (пластиковая)
- стеклянный фильтр и оборудование для фильтрации (в пластиковой ванночке)
- чашка Петри
- пластиковая пробирка (Эппендорф) для TLC
- капилляры и пластинка для планарной хроматографии (SiO_2 , с индикатором UV 254)
- ёмкость для планарной хроматографии с крышкой
- карандаш, линейка, пинцет
- UV лампа

Описание эксперимента

1. Установите круглодонную колбу на магнитную мешалку и растворите в ней 0,304 г ванилина в 4 мл уксусной кислоты.
2. Добавьте (не используя воронку) 0,15 г KBrO_3 , затем отмерьте пластиковым шприцом 0,40 мл 48% раствора HBr и добавьте его в реакционную смесь
3. Когда все реагенты добавлены, установите холодильник на колбу и оставьте реакционную смесь мешаться на 45 минут. Обратите внимание на изменение цвета реакционной смеси и на то, происходит ли экзо- или эндотермная реакция.
4. Время ожидания можете использовать, чтобы подготовиться к следующим процедурам, сделать расчеты и ответить на вопросы.
5. Перенесите реакционную смесь в 50 мл колбу Эрленмейера, в которой уже находится 25 мл охлажденной (до 0 градусов) воды. Ополосните круглодонную колбу 5-ю мл ледяной воды и добавьте эту воду также в колбу Эрленмейера.
6. Полученную смесь оставьте мешаться на магнитной мешалке в ледяной ванне на 15-20 минут.
7. Если после этого реакционная смесь все еще оранжевого цвета, добавьте, при помешивании, по каплям 30% раствор тиосульфата натрия до изменения окраски на желтую.
8. Отделите осадок с помощью вакуумной фильтрации и ополостите осадок ледяной водой. Полученный продукт перенесите в чашку Петри.
9. Проверьте чистоту полученного продукта с помощью планарной хроматографии. Нанесите на хроматографическую пластинку растворы исходного вещества **L** (ванилина) и полученного продукта **P** с этилацетате.
10. В качестве элюента используйте смесь толуол/дихлорометан 1 : 2. Перед визуализацией пятен под UV лампой оставьте пластинку на 10 минут в вытяжном шкафу для испарения растворителя.
11. Рассчитайте R_f веществ на хроматографической пластинке.
12. Взвесьте высохший продукт и рассчитайте теоретический выход для данного синтеза в граммах и практический выход в процентах.