

Instrukcja do ćwiczenia nr 2
SYNTEZA I IDENTYFIKACJA chromatograficzna (TLC)
OCTANU 2-NAFTYLU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy octanu 2-naftylu z 2-naftolu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

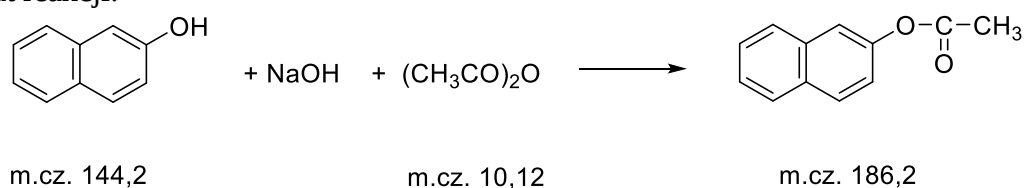
Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. reakcja acylowania fenoli i jej mechanizm,
2. techniki laboratoryjne: sączenie, krystalizacja, chromatografia cienkowarstwowa,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z bezwodnikiem octowym.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba okrągłodenna o poj. 25 cm³, chłodnica zwrotna, kolba okrągłodenna o poj. 10 cm³, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: 2-naftol, bezwodnik octowy, wodorotlenek sodu, etanol.

4. Wykonania ćwiczenia:

W kolbie kulistej o pojemności 25 cm³ sporządza się roztwór 0,84 g (22 mmol) wodorotlenku sodu w 3,6 cm³ wody. Po ochłodzeniu roztworu rozpuszcza się w nim 2 g (14 mmol) 2-naftolu i dodaje 14 g pokruszonego lodu. Do uzyskanej mieszaniny dodaje się szybko 1,8 g, (1,8 cm³, 34 mmol) bezwodnika octowego i miesza energicznie przez kilka sekund bagietką szklaną. Prawie natychmiast wydzielają się kryształy estru. Produkt odsąca się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa niewielką ilością oziębionego 5% roztworu wodorotlenku sodu i wodą (+++). Surowy ester po wysuszeniu oczyszcza się przez krystalizację z mieszaniny etanol-woda lub z ligroiny. Otrzymuje się 2,46 g (95% wyd. teoret.) produktu w postaci igieł o temp. topnienia 70-71°C.

Piśmiennictwo: 1. J.T. Wróbel: Preparatyka i elementy syntezy organicznej. PWN, Warszawa 1988, s. 485.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Ćwiczenie uznaje się za wykonane, jeśli wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą tlenkiem krzemu należy wprowadzić punktowo przy użyciu kapilarek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chlorkiem metylenu. Płytkę należy rozwijać do wysokości 0,5 cm od górnej krawędzi płytki. Mokłą płytkę przenosi się pod dygestorium w celu odparowania rozpuszczalnika. Otrzymany chromatogram ogląda się w świetle lampy UV przy długości fal 254 i 365 nm. Określa się barwy plamek chromatogramu i mierzy wartości współczynnika R_f , jako stosunek przebytej drogi plamki do przebytej drogi czoła rozpuszczalnika od punktu startowego.

6. Utylizacja odpadów:

Przesącz uzyskany po odsączeniu octanu 2-naftyłu należy wylać do pojemnika na zlewki organiczne do utylizacji nie zawierające chlorowca.

C. Sporządzenie raportu

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie pisemnej po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

D. Ocena ćwiczenia

Aby zaliczyć ćwiczenie, trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.