

Instrukcja do ćwiczenia nr 3
SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)
BENZANILIDU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzanilidu z oksymu benzofenonu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację z etanolu,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

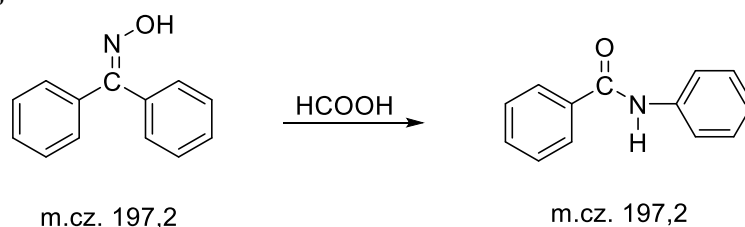
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja przegrupowania Beckmanna,
2. techniki laboratoryjne: praca w skali półmikro, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja, chromatografia cienkowarstwowa,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, praca ze stężonym kwasem siarkowym i kwasem mrówkowym

Stężone kwasy posiadają silne właściwości żrące, dlatego praca z nimi wymaga szczególnej ostrożności. W razie bezpośredniego kontaktu ze skórą, kwas trzeba spłukać obficie wodą oraz wodą z mydłem.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o poj. 25 cm³, chłodnica zwrotna, chłodnica destylacyjna, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: oksym benzofenonu, kwas mrówkowy, etanol

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję należy wykonywać pod dygestorium.

W kolbie kulistej o pojemności 25 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 1 g (0,005 mola) oksymu benzofenonu i 15 cm³ 98-100% kwasu mrówkowego. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się do temperatury wrzenia przez 1 godzinę. Następnie zamienia się chłodnicę zwrotną na chłodnicę destylacyjną i oddestylowuje się kwas mrówkowy. Pozostałość po destylacji rozcieńcza się 5 cm³ wody, a wydzielony osad odsącza się i suszy na powietrzu. Surowy produkt krystalizuje się z etanolu. Otrzymuje się 0,93 g (wyd. 93%) benzanilidu o temp. topnienia 161-163°C.

Piśmiennictwo: T. van Es, J. Chem. Soc., 1965, 3881.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO_2 należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilarek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chloroformem (CHCl_3). Płytkę należy rozwijać do wysokości 0,5 cm od jej górnej krawędzi. Moką 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 drogi przebytej przez plamki związków do drogi przebytej przez czoło rozpuszczalnika.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

6. Utylizacja odpadów:

Oddestylowany kwas mrówkowy należy przekazać asystentowi. Przesącz po reakcji należy wylać do pojemnika na kwaśne zlewki wodno-organiczne. Przesącz po krystalizacji należy wylać do zlewek organicznych niezawierających chlorowce.

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 należy zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.