

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

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzylu z benzoiny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

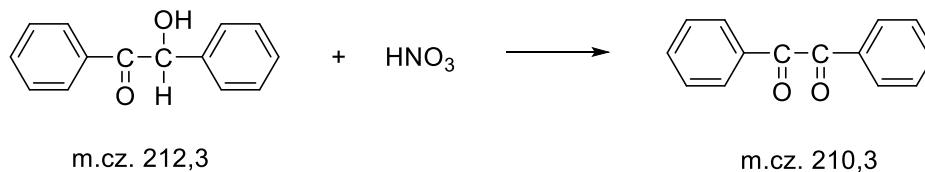
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje utleniania alkoholi, reakcja redox,
2. techniki laboratoryjne: praca w skali półmikro, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja, chromatografia cienkowarstwowa.
3. przepisy BHP związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z stężonym kwasem azotowym (V).

Stężony kwas azotowy (V) posiada silne właściwości żrące. W razie kontaktu ze skórą, miejsce oblane należy spłukać obficie wodą oraz umyć 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. 10 cm³, chłodnica zwrotna, zlewka o poj. 30 cm³, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: benzoina, stężony kwas azotowy 65%, etanol

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję należy prowadzić pod dygestorium!

Do kolby kulistej o pojemności 10 cm³ wprowadza się 1,0 g (42 mmoli) benzoiny i 5 cm³ (7 g; 70 mmoli) stężonego kwasu azotowego (65%). Kolbę zaopatruje się w chłodnicę zwrotną i ogrzewa w temperaturze wrzenia, wstrząsając co pewien czas, aż przestaną wydzielać się tlenki azotu (około 1 godziny). Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby wylewa się do 20 cm³ zimnej wody [I] i miesza do całkowitego zestalenia oleju. Wydzielony żółty osad odsącza się, przemywa dwukrotnie porcjami po 10 cm³ wody i suszy. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu. Otrzymuje się 0,83 g (85% wyd. teoret.) dibenzoilu o temp. topnienia 94-96°C.

Uwagi:

[I] Wylanie mieszaniny reakcyjnej do zimnej wody ma na celu odmycie nieprzereagowanego kwasu azotowego.

Piśmiennictwo: Z. Jerzmanowska: Preparatyka organicznych związków chemicznych. PZWL, Warszawa 1972, s. 185., A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 689.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą Al_2O_3 należy nałożyć punktowo, przy użyciu kapilek 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%.

5. Utylizacja odpadów:

Roztwór po przesączeniu surowego produktu należy wylać do kwaśnych zlewek organiczno-wodnych. Przesącz po krystalizacji należy wylać do zlewek organicznych niezawierających 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.