

Instrukcja do ćwiczenia nr 3

SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)

BENZOESANU 2-NAFTYLU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzoesu 2-naftylu z 2-naftolu,
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 acylowania fenoli, struktury mezomeryczne,
2. techniki laboratoryjne: praca w skali półmikro, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja, chromatografia cienkowarstwowa.
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności praca z chlorkiem benzoilu i wodorotlenkiem sodu,

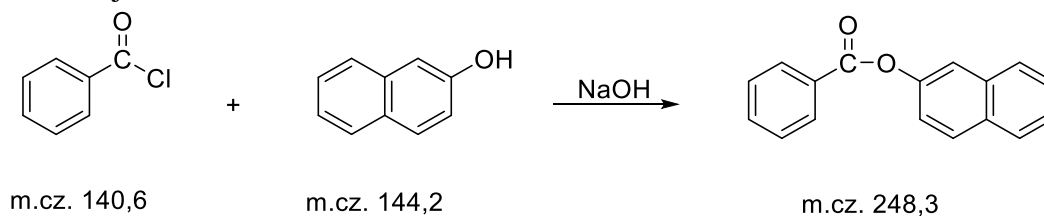
Chlorek benzoilu powoduje podrażnienia błon śluzowych (silny lakrymator).

Wodorotlenek sodu wykazuje działanie żrące i może powodować poważne oparzenia. Miejsce oblane należy spłukać dużą ilością zimnej wody.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba stożkowa o poj. 50 cm³ z dobrze dopasowanym korkiem, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: 2-naftol, chlorek benzoilu, wodorotlenek sodu, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję należy wykonać pod dygestorium!

W kolbie o pojemności 50 cm³ sporządza się roztwór 0,85 g (25 mmoli) wodorotlenku sodu w 9 cm³ wody. Po ochłodzeniu roztworu rozpuszcza się w nim 1 g (8,3 mmola) 2-naftolu [I]. Do klarownego roztworu dodaje się w trzech porcjach, 1,16 cm³ (1,4 g, 10 mmoli) chlorku benzoilu. Po dodaniu każdej porcji chlorku benzoilu, kolbę zamyka się korkiem i wstrząsa. Następnie całość w szczelnie zamkniętej kolbie wytrząsa się energicznie przez 15-20 minut, aż do zaniku zapachu

chlorku benzoilu, co pewien czas otwierając kolbę [II]. Otrzymany ester odsącza się, odciska, przemywa dwukrotnie porcjami po 5 cm³ wody i suszy.

Surowy produkt krystalizuje się z etanolu. Produkt odsącza się i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 1,72 g (83,5% wyd. teoret.) benzoesu 2-naftyłu o temp. topnienia 109-110°C.

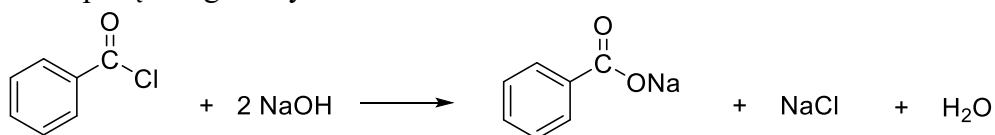
Zastosowanie:

Benzoesan 2-naftyłu wchodzi w skład preparatu złożonego *BENZOTAL*, stosowanego w zatruciach pokarmowych.

Uwagi:

[I] Jeśli 2-naftol nie rozpuszcza się szybko, należy kolbę lekko ogrzać w ciepłej łaźni wodnej (do rozpuszczenia osadu). Ponownie schłodzić przed dodaniem chlorku benzoilu.

[II] Przy wykonaniu syntezy chlorek benzoilu może reagować z wodorotlenkiem sodu, co prowadzi do niepożądanego zużycia substratu.



Piśmiennictwo: J.T. Wróbel: Preparatyka i elementy syntezy organicznej, PWN, Warszawa 1983, s. 273.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO₂ należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chlorkiem metylenu (CH₂Cl₂). Płytkę należy rozwijać do wysokości 0,5 cm od 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:

Zlewki poreakcyjne należy wylać do pojemnika na zasadowe zlewki wodno-organiczne.

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.