

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

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzoesu fenylu z fenolu,
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: reakcja acylowania, 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 dotyczące pracy z chlorem benzoilu i fenolu.

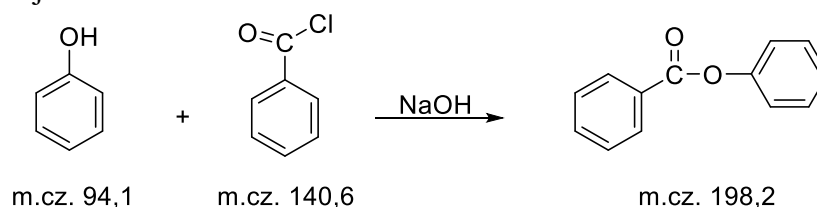
Fenol wykazuje działanie toksyczne i żrące. Działa szkodliwie w postaci par i jest łatwo wchłaniany przez skórę, powoduje trudno gojące się oparzenia. W razie zetknięcia się fenolu ze skórą trzeba to miejsce obficie zmyć wodą z mydłem.

Chlorek benzoilu powoduje podrażnienia błon śluzowych (silny lakrymator).

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, kolba kulista o poj. 20 cm³, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: fenol, chlorek benzoilu, wodorotlenek sodu, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję należy prowadzić pod dygestorium ze względu na właściwości chlorku benzoilu i fenolu!

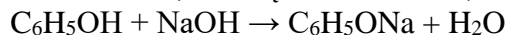
W kolbie stożkowej o pojemności 50 cm³ sporządza się roztwór 1,5 g (37 mmoli) wodorotlenku sodu w 13,6 cm³ wody i rozpuszcza w nim 1,0 g (10 mmoli) fenolu [I]. Następnie dodaje się 1,8 cm³ (2,2 g; 16 mmoli) chlorku benzoilu w trzech porcjach (po 0,6 cm³). Po dodaniu każdej porcji kolbę zamyka się korkiem i wstrząsa przez 5 minut. Po dodaniu ostatniej porcji zawartość kolby silnie wytrząsa się tak długo, aż zniknie zapach chlorku benzoilu [II]. Podczas wytrząsania wytrąca się benzoesan fenylu. Osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa starannie wodą i suszy. Surowy produkt krystalizuje się z etanolu [III].

Po oziębieniu roztworu krystalizuje benzoesan fenylu, który ponownie odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem i suszy.

Otrzymuje się 1,6 g (76% wyd. teoret.) produktu w postaci bezbarwnych kryształów o temp. topnienia 69-70°C.

Uwagi:

[I] Fenol reaguje z wodorotlenkiem sodu, tworząc fenolan sodu, rozpuszczalny w wodzie:



[II] Podczas wykonywania ćwiczenia chlorek benzoilu może reagować z wodorotlenkiem sodu, co prowadzi do niepożądanego zużycia chlorku benzoilu:



[III] Używa się pewnego nadmiaru rozpuszczalnika do krystalizacji, aby zapobiec wytrącaniu się estru w postaci oleju.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 721.

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%.

6. Utylizacja odpadów:

Zlewki poreakcyjne i przesącz po krystalizacji należy wylać do pojemnika na zlewki organiczne zawierające 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, trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.