

Instrukcja do ćwiczenia nr1

SYNTEZA I IDENTYFIKACJA 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,

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja acylowania fenoli,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności praca z chlorkiem benzoilu i wodorotlenkiem sodu,

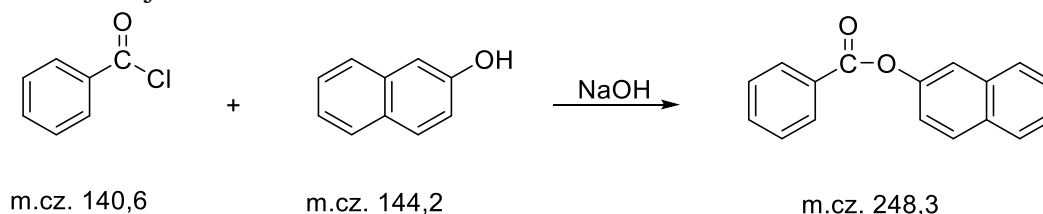
Chlorek benzoilu powoduje podrażnienia błon śluzowych (silny lakrymator).

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. 250 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 poj. 250 cm³ sporządza się roztwór 6,7 g (0,17 mola) wodorotlenku sodu w 60 cm³ wody. Po ochłodzeniu rozpuszcza się w nim 8 g (0,055 mola) 2-naftolu. Do klarownego roztworu [I] dodaje się ostrożnie, w trzech porcjach 8,13 cm³ (9,84 g, 0,07 mola) 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 75 cm³ wody i suszy.

Surowy produkt krystalizuje się z etanolu. Produkt odsącza się i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 11,5 g (83,5% wyd. teoret.) czystego benzoesu 2-naftylu o temp. topnienia 109-110°C.

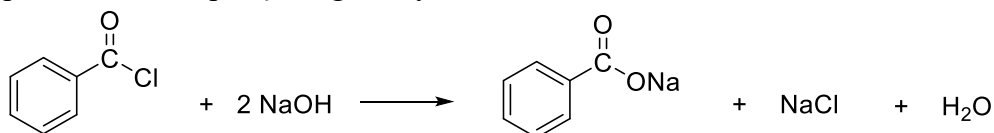
Zastosowanie:

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.

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.