

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA BENZOESANU FENYLU

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzoesu fenylu z fenolu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację,

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja acylowania,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy BHP związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności dotyczące pracy z chlorkiem benzoilu i fenolu.

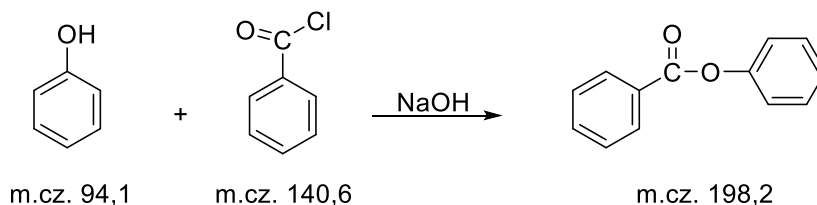
Fenol wykazuje działanie toksyczne i żrące. Działa szkodliwie w postaci par i jest łatwo wchłaniany przez skórę, powoduje trudno gojące się oparzenia. W razie zetknięcia się fenolu ze skórą trzeba to miejsce obficie zmyć wodą z mydłem.

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. 250 cm<sup>3</sup>, kolba kulista o poj. 100 cm<sup>3</sup>, zestaw do krystalizacji, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

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

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

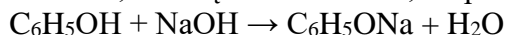
**Uwaga:** Reakcję należy prowadzić pod dygestorium ze względu na właściwości chlorku benzoilu i fenolu!

W kolbie stożkowej o poj. 250 cm<sup>3</sup> sporządza się roztwór 7,5 g (0,187 mola) wodorotlenku sodu w 68 cm<sup>3</sup> wody i rozpuszcza w nim 5,0 g (0,053 mola) fenolu [I]. Następnie dodaje się 9,0 cm<sup>3</sup> (11 g; 0,078 mola) chlorku benzoilu w trzech porcjach (po 3 cm<sup>3</sup>). Po dodaniu każdej porcji kolbę zamyka się korkiem i wstrząsa przez 5 minut. Po dodaniu ostatniej porcji zawartość kolby silnie wstrząsa się tak długo, aż zniknie zapach chlorku benzoilu (ok. 20 min.) [II]. Podczas wytrząsania wytrąca się benzoesan fenylu. Osad odsącza się na lejku sitowym, przemywa starannie wodą i suszy. Surowy ester krystalizuje się z etanolu [III]. Po oziębieniu roztworu krystalizuje benzoesan fenylu, który ponownie odsącza się na lejku sitowym i suszy.

Otrzymuje się 8 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.

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

#### 5. Utylizacja odpadów:

Uzyskany po odsączeniu produktu reakcji alkaliczny przesącz należy przelać do zasadowych zlewek wodno-organicznych.

### 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.