

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA DIBENZOILU (BENZILU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzylu z benzoiny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

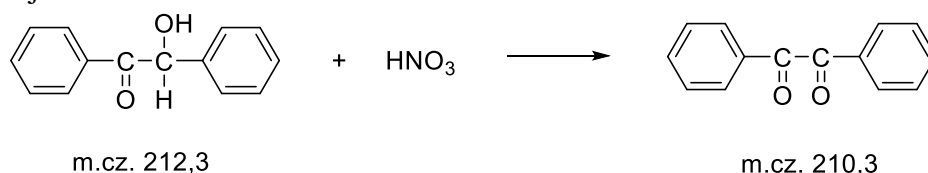
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje utleniania alkoholi, reakcja redox,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy BHP związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z zasadami postępowania ze stężonym kwasem azotowym (V).

Stężony kwas azotowy posiada silne właściwości żrące, dlatego praca z nim wymaga szczególnej ostrożności. W razie bezpośredniego kontaktu ze skórą, kwas trzeba spłukać obficie wodą oraz 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. 100 cm³, chłodnica zwrotna, zlewka o poj. 250 cm³, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: benzoina, stężony kwas azotowy, etanol

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję należy prowadzić pod dygestorium!

Do kolby kulistej o poj. 100 cm³ wprowadza się 9,0 g (0,042 mola) benzoiny i 45 cm³ (63 g; 0,65 mola) stężonego kwasu azotowego. Kolbę zaopatruje się w chłodnicę zwrotną i ogrzewa się w temp. wrzenia (pod dygestorium) wstrząsając co pewien czas, aż przestaną wydzielać się tlenki azotu (około 1 godziny). Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby wylewa się do 150 cm³ zimnej wody [I] i miesza do całkowitego zestalenia oleju. Wydzielony żółty osad odsącza się, przemywa dwukrotnie porcjami po 75 cm³ wody i suszy. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu. Otrzymuje się 7,5 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.

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

5. Utylizacja odpadów:

Kolbę, zawierającą uzyskany po odsączeniu i przemyciu produktu reakcji kwaśny przesącz, należy wylać do kwaśnych zlewek organiczno-wodnych.

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.