

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA DIBENZYLIDENOACETONU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy dibenzylidenoacetonu w reakcji aldehydu benzoowego z acetonem.
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

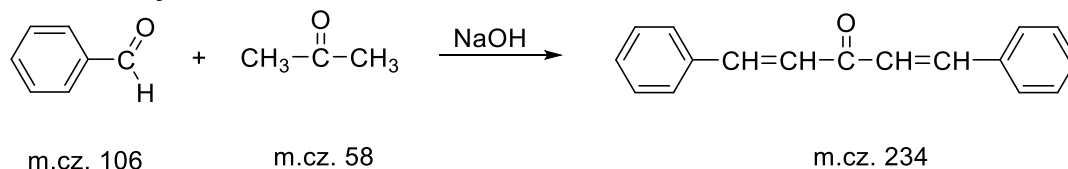
1. typ reakcji i jej mechanizm: kondensacja aldolowa,
2. techniki laboratoryjne: krystalizacja, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z wodorotlenkiem sodu.

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

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba trój szyjna o poj. 250 cm³, wkraplacz, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: aldehyd benzoowy, wodorotlenek sodu, aceton.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

W zlewce o poj. 25 cm³ przygotowuje się roztwór 10 cm³ (10,5 g; 0,1 mola) aldehydu benzoowego i 3,8 cm³ (3 g; 0,051 mola) acetonu. Do kolby trój szyjnej o pojemności 250 cm³, zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne, termometr i wkraplacz, wprowadza się dobrze ochłodzony roztwór 10 g (0,25 mola) wodorotlenku sodu w 100 cm³ wody i 80 cm³ etanolu [I]. Energicznie mieszając wkrapla się pierwszą część (około 7 cm³) przygotowanego roztworu aldehydu benzoowego w acetonie utrzymując temperaturę w granicach 20-25°C [II]. W ciągu 2-3 minut tworzy się kłaczkowaty osad. Po upływie 15 minut wkrapla się pozostałą ilość aldehydu z acetonem i miesza przez 30 minut. Wydzielony osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa dokładnie zimną wodą w celu usunięcia wodorotlenku sodu (papierek wskaźnikowy), odciska i suszy na powietrzu. Surowy produkt krystalizuje się z octanu etylu lub etanolu. Otrzymuje się 7,6 g (wyd. 65%) produktu o temperaturze topnienia 112-113°C.

[I] Etanol służy do rozpuszczania aldehydu benzoowego i powstającego w pierwszym etapie benzylidenoacetonu do momentu jego przereagowania z drugą cząsteczką aldehydu.

[II] W przypadku wzrostu temperatury powyżej 25°C kolbę chłodzi się w łaźni wodnej.

Piśmiennictwo: 1. Z. Jerzmanowska: Preparatyka organicznych związków chemicznych, PZWL, Warszawa 1972, s. 181., 2. A.I. Vogel: Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1984, s. 678.

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

5. Utylizacja odpadów:

Przesącz należy wylać do pojemnika na zlewki organiczne niezawierające chlorowca.

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.