

Instrukcja do ćwiczenia nr 2

SYNTEZA OCTANU FENYLU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy octanu fenylu z fenolu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez destylację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

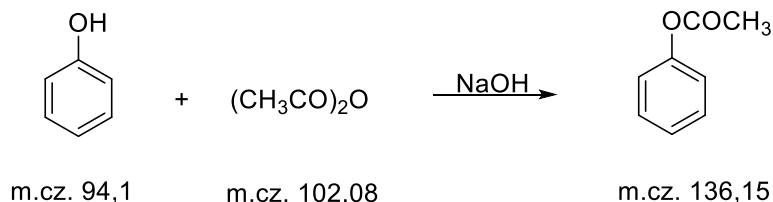
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja acylowania fenoli,
2. techniki laboratoryjne: ekstrakcja, suszenie, sączenie grawitacyjne, destylacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z fenolem.

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 i etanolem.

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 dopasowanym korkiem, rozdzielacz o poj. 250 cm³, zestaw do destylacji prostej.

3. Odczynniki: fenol, wodorotlenek sodu, bezwodnik kwasu octowego, tetrachlorek węgla, bezwodny chlorek wapnia.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: destylację octanu fenylu należy wykonywać pod dygestorium.

Do kolby stożkowej o poj. 250 cm³ wprowadza się 10 g (0,11 mola) fenolu, 67 cm³ (0,17 mola) 10% roztworu wodorotlenku sodu, 73 g drobno potłuczonego lodu i 12,70 cm³ (13,70 g; 0,13 mola) bezwodnika octowego. Otwór kolby zamyka się korkiem i energicznie wstrząsa w ciągu 10 minut – powstaje emulsja. Zawartość kolby przenosi się do rozdzielacza, dodaje 8 cm³ tetrachlorku węgla [I] i pozostawia do rozdzielenia warstw. Dolną warstwę organiczną oddziela się do kolby stożkowej, a górną ekstrahuje 8 cm³ tetrachlorku węgla. Połączone wyciągi organiczne przenosi się do rozdzielacza i przemywa wytrząsając z 10 cm³ wody, za każdym razem odrzucając warstwę wodną (górną). Czynność powtarza się aż do uzyskania odczynu obojętnego (odczyn sprawdzamy w warstwie wodnej). Warstwę dolną oddziela się do suchej

kolby stożkowej i suszy bezwodnym chlorkiem wapnia. Surowy ester sączy się do kolbki destylacyjnej i poddaje destylacji prostej [II]. Początkowo temperatura wzrasta bardzo powoli do około 170°C [III], potem rośnie gwałtownie do 190°C. Frakcję główną zbiera się w temperaturze 194-197°C. Otrzymuje się 10 g octanu fenylu (69% wyd. teoret.) w postaci bezbarwnej cieczy.

Uwagi:

[I] Dodanie tetrachlorku węgla ma na celu ułatwienie rozdzielania warstw.

[II] W pierwszym stadium destylacji do temperatury około 150°C używa się chłodnicy wodnej, a następnie zamienia się ją na chłodnicę powietrzną.

[III] Oddestylowanie rozpuszczalnika powoduje powolny wzrost temperatury; w 170°C tetrachlorek węgla jest już całkowicie usunięty.

Piśmiennictwo: A. Maślankiewicz, K. Pluta, S. Boryczka, A. Kowalska, L. Skrzypek, A. Sporyszkiewicz, A. Zięba: Ćwiczenia laboratoryjne z chemii organicznej. Część I B Przepisy preparatywne, Śląska Akademia Medyczna, Katowice 2000, s.82.

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

5. Utylizacja odpadów:

Roztwory poekstrakcyjne należy wylać do zlewek wodno-organicznych. Przedgon należy wylać do zlewek organicznych zawierających 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.