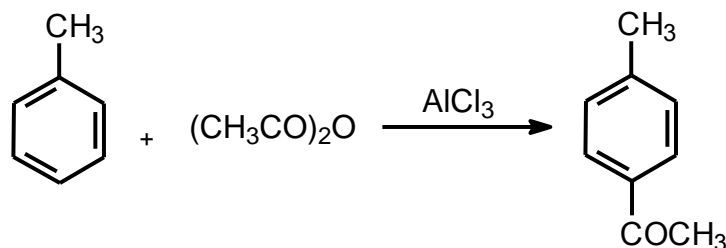


## III.d.4

4-METYLOACETOFENON**Odczynniki:**

<a href="#">chlerek glinu bezw.</a>	15,0 g (0,112 m) ( <b>pobrać bezpośrednio przed rozpoczęciem syntezy !</b> )
<a href="#">toluen</a>	29,0 cm <sup>3</sup> (25,0 g, 0,27 m)
<a href="#">bezwodnik octowy</a>	4,8 cm <sup>3</sup> (5,2 g, 0,05 m)
<a href="#">kwas chlorowodorowy stęż.</a>	30,0 cm <sup>3</sup>
<a href="#">wodorotlenek sodu - roztwór 10%</a>	
<a href="#">siarczan(VI) magnezu bezw.</a>	

**UWAGA 1: Praca z substancjami toksycznymi i żrącymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod sprawnie działającym wyciągiem.**

**UWAGA 2: Chlerek glinu reaguje wybuchowo z wodą uwalniając chlorowodór. Odczynnik należy pobrać w szczelnie zamkniętym naczyniu, bezpośrednio przed rozpoczęciem syntezy. Przed rozpoczęciem reakcji cała aparatura musi być dokładnie wysuszona!**

W kolbie trójściennej o poj. 250 cm<sup>3</sup> zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, wkraplacz oraz chłodnicę zwrotną połączoną węzłem z lejkiem usytuowanym tuż nad powierzchnię wody w zlewce,<sup>1</sup> umieszcza się toluen i dobrze sproszkowany chlerek glinu. Po włączeniu mieszadła, z wkraplacza dodaje się porcjami bezwodnik octowy (15 min.), w tym czasie temperatura mieszaniny reakcyjnej podnosi się do ok. 90 °C i wydziela się duża ilość chlorowodoru. Zawartość kolby ogrzewa się na łaźni wodnej jeszcze przez 30 min., aż przestanie wydzielać się chlorowodór. Ochłodzoną do temp. pokojowej mieszaninę wylewa się do mieszaniny 50 cm<sup>3</sup> pokruszonego lodu i 30 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu chlorowodorowego, mieszając do rozpuszczenia się soli glinu. Warstwę organiczną oddziela się, przemywa wodą, potem 10% roztworem wodorotlenku sodu, znów wodą<sup>2</sup> i w końcu suszy nad bezwodnym siarczanem(VI) magnezu. Następnie roztwór odsącza się od środka suszącego,<sup>3</sup> przelewa do kolby okrągłodennej i poddaje destylacji początkowo pod ciśnieniem atmosferycznym.<sup>4</sup> Gdy temperatura destylacji wzrośnie do ok. 125 °C, ogrzewanie przerywa się, kolbę chłodzi i dalej destyluje pod zmniejszonym ciśnieniem, frakcjonując 4-metyloacetofenon w zakresie temp. 93-94 °C przy 7 mm Hg. Temperatura wrzenia pod ciśnieniem normalnym wynosi 225 °C. (d<sub>4</sub><sup>20</sup> = 1,005, n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1,5328).

<sup>1</sup> Po zakończeniu reakcji, roztwór ze zlewki umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

<sup>2</sup> Połączone warstwy wodne umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

<sup>3</sup> Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty siarczan(VI) magnezu można rozpuścić w dużej ilości wody, a roztwór wylać do kanalizacji.

<sup>4</sup> Przedgon oraz pozostałość po destylacji umieszcza się w pojemniku **O** (ciekle, palne, bez fluorowców).