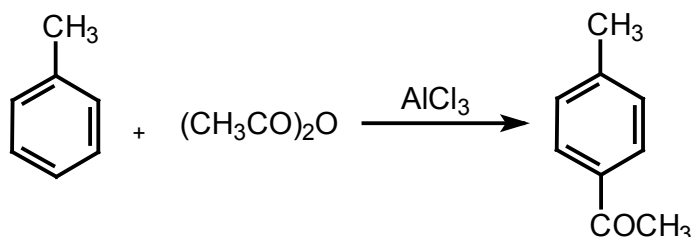




Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

ZADANIE 3C

4-METYLOACETOFENON



Odczynniki:

chlorek glinu bezw. ^P	15,0 g	(0,112 m)	kwas solny stęż. ^D	30,0 cm ³
toluen ^D	29,0 cm ³	(25,0 g, 0,27 m)	wodorotlenek sodu r-r 10% ^(*)	
bezwodnik octowy ^P	4,8 cm ³	(5,2 g, 0,05 m)	siarczan(VI) magnezu bezw.	

UWAGA: Praca z substancjami toksycznymi i żrącymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod sprawnie działającym wyciągiem. Chlorek glinu reaguje gwałtownie z wodą uwalniając chlorowodór. Odczynnik należy pobrać w szczelnie zamkniętym naczyniu, bezpośrednio przed rozpoczęciem syntezy. Przed rozpoczęciem reakcji cała aparatura musi być dokładnie wysuszona!

^D -dostępne pod dyktando; ^P -pobrać z przygotowania; ^(*) - roztwór należy wykonać samemu
⚡ możliwość przerwania

W kolbie trójszyjnej o poj. 250 cm³ umocowanej nad mieszadłem magnetycznym i zaopatrzonej we wkraplacz z rurką wyrównującą ciśnienie, termometr oraz chłodnicę zwrotną połączoną węzłem z lejkiem usytuowanym tuż nad powierzchnię wody w zlewce, ¹ umieszcza się toluen i chlorek 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 o temp. 100 °C jeszcze przez 30 min., aż przestanie wydzielać się chlorowodór. Ochłodzoną do temp. pokojowej mieszaninę ⚡ wylewa się do mieszaniny 50 cm³ pokruszonego lodu i 30 cm³ stężonego kwasu solnego, mieszając do rozpuszczenia się soli glinu. Warstwę organiczną oddziela się, ⚡ przemywa wodą, potem 10% roztworem wodorotlenku sodu, znów wodą ² i w końcu suszy nad bezwodnym siarczanem(VI) magnezu. ⚡ Następnie roztwór odsącza się od środka suszącego, ³ przelewa do kolby okrągłodennej i poddaje destylacji początkowo pod ciśnieniem atmosferycznym. ⁴



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

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. ($d_4^{20} = 1,005$, $n_D^{20} = 1,5328$).

Zadania:

1. Jednym ze sposobów dobudowy pierścieni aromatycznych jest tzw. metoda Hawortha, opracowana po raz pierwszy przez L. Ruzickę. Polega ona na acylowaniu związku aromatycznego przy użyciu bezwodnika bursztynowego, redukcji Wolffa-Kiżniera powstającego ketokwasu, przekształceniu uzyskanego kwasu 4-arylomasłowego w chlorek kwasowy i ponownej, wewnątrzcząsteczkowej reakcji Friedela-Craftsa. Produkt reakcji, będący pochodną α -tetralonu, można następnie poddać reakcji np. ze związkiem Grignarda, przeprowadzić dehydratację uzyskanego alkoholu i ostatecznie aromatyzację związku. Przedstaw ciąg reakcji, w wyniku którego można metodą Hawortha otrzymać:

a) 1-fenylonaftalen z benzenu

b) 1-metylofenantren z naftalenu

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

- ¹ Po zakończeniu reakcji, roztwór ze zlewki umieszcza się w pojemniku W-K.
- ² Połączone warstwy wodne umieszcza się w pojemniku W-K (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).
- ³ Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty siarczan(VI) magnezu można rozpuścić w dużej ilości wody, a roztwór wylać do kanalizacji.
- ⁴ Przedgon oraz pozostałość po destylacji umieszcza się w pojemniku O (ciepłe, palne, bez fluorowców).