

Chemia Organiczna – Syntezy

Warsztaty dla uczestników

Forum Młodych Chemików – Gdańsk 2016



Dr hab. Sławomir Makowiec
Mgr inż. Ewelina Najada-Mocarska
Mgr inż. Anna Zakaszewska

Wydział Chemiczny
Katedra Chemii Organicznej

Szanowni Uczestnicy Forum Młodych Chemików,

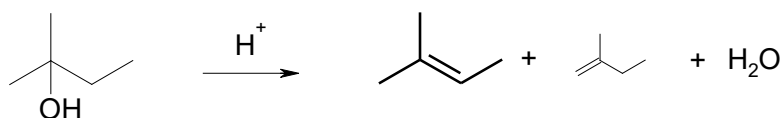
Pracownicy Katedry Chemii Organicznej przygotowali dla Was warsztaty dotyczące syntezy w chemii organicznej. W poniższym dokumencie znajdziecie opis syntezy sześciu preparatów. Zapoznajcie się z nimi, w szczególności z tymi, które chcielibyście wykonać. Wymienione poniżej potrzebne odczynniki jak i aparatura szklana znajdować się będą na odpowiednio oznaczonych stanowiskach (Sala 108, Chemia A). Ze swej strony nie zapomnijcie o fartuchach i okularach ochronnych.

Syntezy są tak dobrane aby możliwe było ich wykonanie w czasie czterogodzinnych warsztatów. Pracować będziemy w grupach 2 osobowych – każdy z sześciu preparatów będzie realizowany na dwóch stanowiskach – razem w jednej sesji warsztatów będzie mogło uczestniczyć do 24 osób.

Do zobaczenia na laboratorium.

Dr hab. Sławomir Makowiec

2-Metylobut-2-en



Odczynniki:

2-metylo-2-butanol 50 cm^3

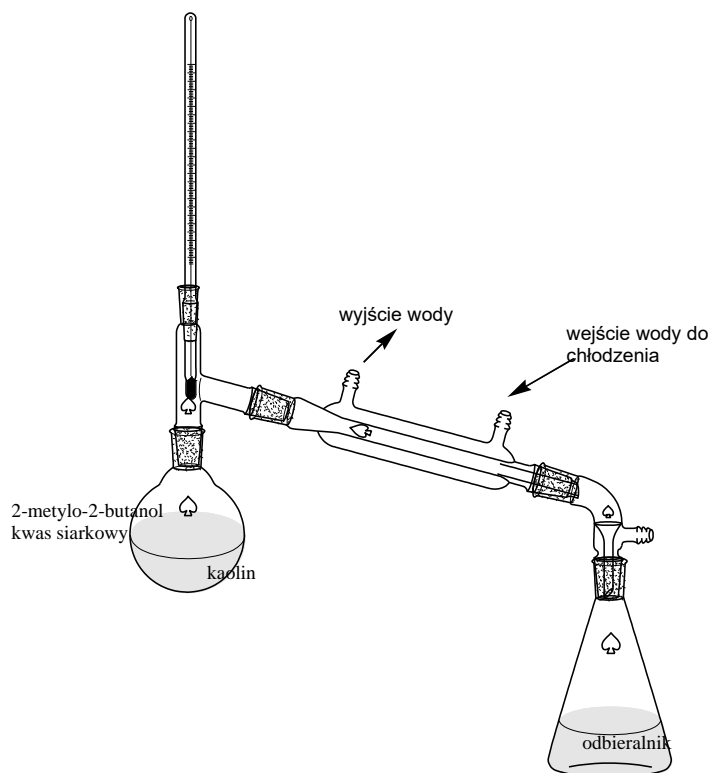
kwas siarkowy stęż. 1 cm^3

Przepis:

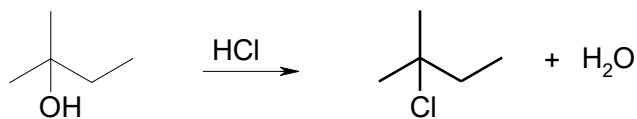
W kolbie kulistej o pojemności 100 cm^3 umieszcza się 50 cm^3 2-metylo-2-butanolu i 1 cm^3 kwasu siarkowego stężonego. W kolbie umieszcza się kamyczek kaolinu. Kolbę łączy się przez kolumnę Vigroux z chłodnicą destylacyjną i ogrzewa do ostrożnie do wrzenia. 2-metylo-2-buten zbiera się w temperaturze $34\text{--}40^\circ\text{C}$ (czysty wrze w temp. 38°C).

Odbieralnik na 2-metylo-2-buten należy chłodzić w wodzie z lodem.

Aparatura:



2-Chloro-2-metylobutan



Odczynniki:

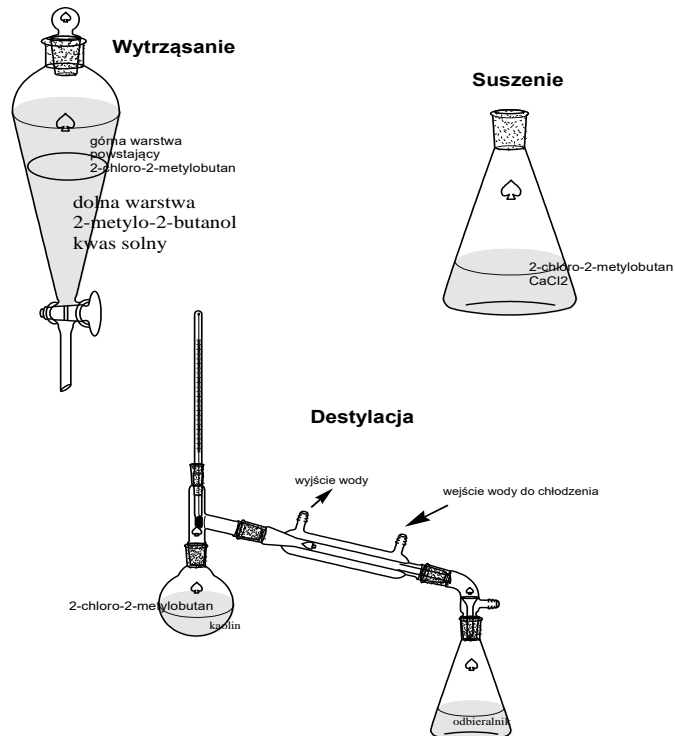
2-metylo-2-butanol 27 cm³

kwas solny stęż. 65 cm³

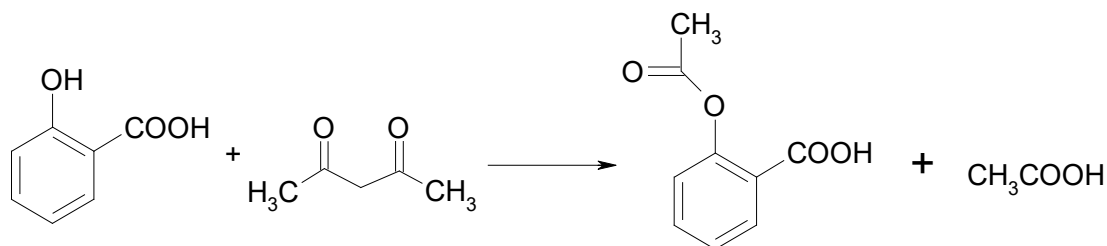
Przepis:

W rozdzielaczu o poj. 250 cm³ umieszcza się 27 cm³ 2-metylo-2-butanolu oraz 65 cm³ stężonego kwasu solnego. Mieszaninę wytrząsa się przez 15 minut, po każdym wytrząśnięciu należy wyjąć korek w celu wyrównania ciśnienia. Mieszaninę pozostawia się do wyraźnego rozdzielania warstw, dolną warstwę kwasu spuszcza się i odrzuca, górną warstwę halogenku przemywa się 30 cm³ wody (wlewa się wodę i wytrząsa). Dolną warstwę wodną oddziela się i odrzuca, górną warstwę halogenku spuszcza się do kolby stożkowej o pojemności 50 ml, wsypuje łyżeczkę CaCl₂ miesza przez chwilę w celu osuszenia, sączy przez karbowany sączek na lejku. Destyluje z kolby okrągłodennej o pojemności 50 ml, 2-chloro-2-metylobutan wrze w temp. 83-85°C

Aparatura:



Kwas acetylosalicylowy (polopiryna, aspiryna)



Odczynniki:

Kwas salicylowy 10g

Kwas siarkowy stężony

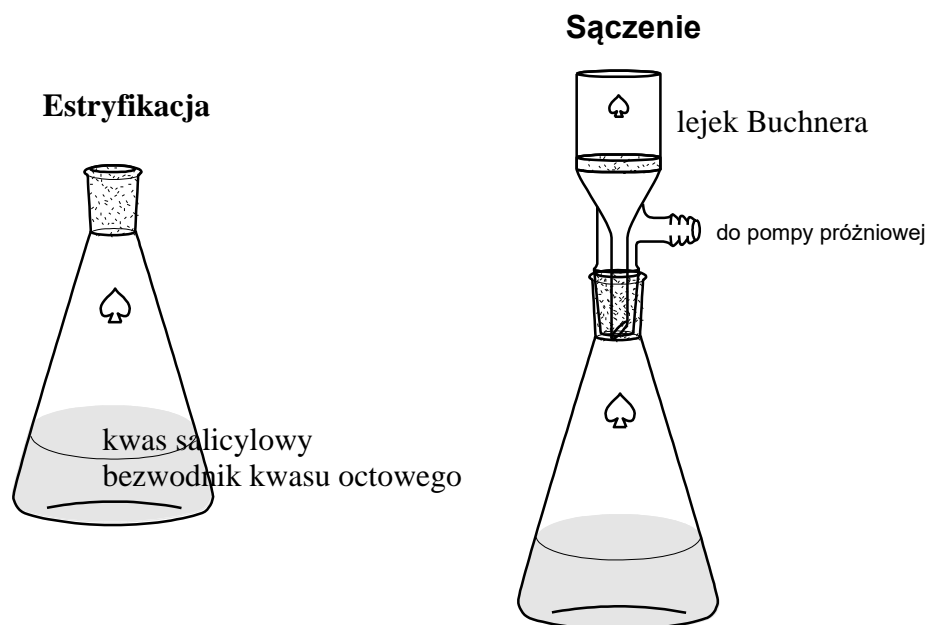
Bezwodnik octowy 15g; 14 ml ($d=1,089\text{g/cm}^3$)

Alkohol etylowy 15 cm^3

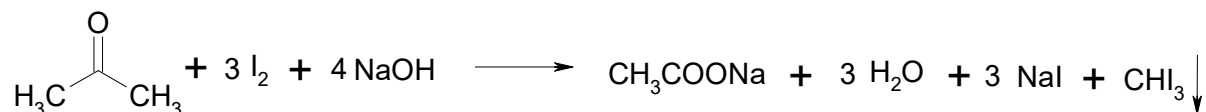
Przepis:

W kolbie Erlenmayer'a o pojemności 100 cm^3 umieszcza się 10 g kwasu salicylowego i 15g (14 cm^3) bezwodnika kwasu octowego i dodaje 5 kropli kwasu siarkowego jednocześnie mieszając zawartość kolby. Zawartość kolby miesza się i ogrzewa na łaźni wodnej do temperatury 50-60 $^{\circ}\text{C}$ przez 15 min. Mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia wstrząsając co pewien czas. Następnie dodaje się 50 cm^3 wody, starannie miesza i sączy pod zmniejszonym ciśnieniem na leju Buchnera

Aparatura:



Jodoform CHI_3



Odczynniki:

Aceton 4,8g (6 cm^3)

Roztwór I_2 w KI (10g KI oraz 5g I_2 rozpuszczone w 50ml wody)

5% roztwór NaOH w wodzie 100 cm^3

Przepis:

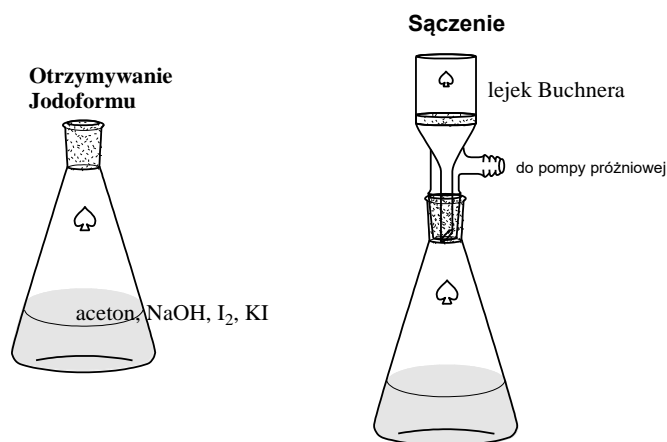
Do kolby Erlenmayer'a o pojemności 300 cm^3 wlać 40 cm^3 wody destylowanej oraz 6 cm^3 acetonu, następnie dodać 100 cm^3 5% roztwór NaOH. Do uzyskanej mieszaniny wprowadzać po kropli roztwór I_2 w KI aż do wystąpienia trwałego zabarwienia pochodzącego od jodu, mieszając jednocześnie zawartość kolby.

Otrzymany roztwór pozostawia się na 3-5 minut w temperaturze pokojowej, jeśli jodoform nie wypada to kolbę należy ogrzać w łaźni wodnej o temperaturze 60°C , jeżeli wówczas zniknie zabarwienie pochodzące od jodu to należy dodać kilka kropli roztworu I_2 w KI aż do wystąpienia trwałego zabarwienia a następnie ogrzewać kolbę w temperaturze 60°C przez 3 minuty.

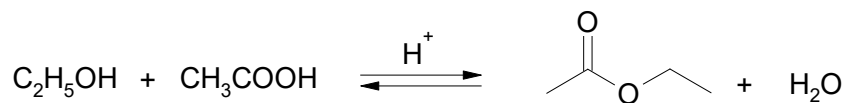
Roztwór w kolbie rozcieńczyć 50ml wody i pozostawić na 15 minut do całkowitego wytrącenia żółtego osadu jodoformu.

Żółty osad CHI_3 o charakterystycznym zapachu odsączyć na lejku Buchnera i osuszyć na kawałku bibuły filtracyjnej.

Aparatura:



Octan etylu



Odczynniki:

etanol 30 cm³

kwasy octowy lodowaty 30 g

kwasy siarkowy stęż. 1 cm³

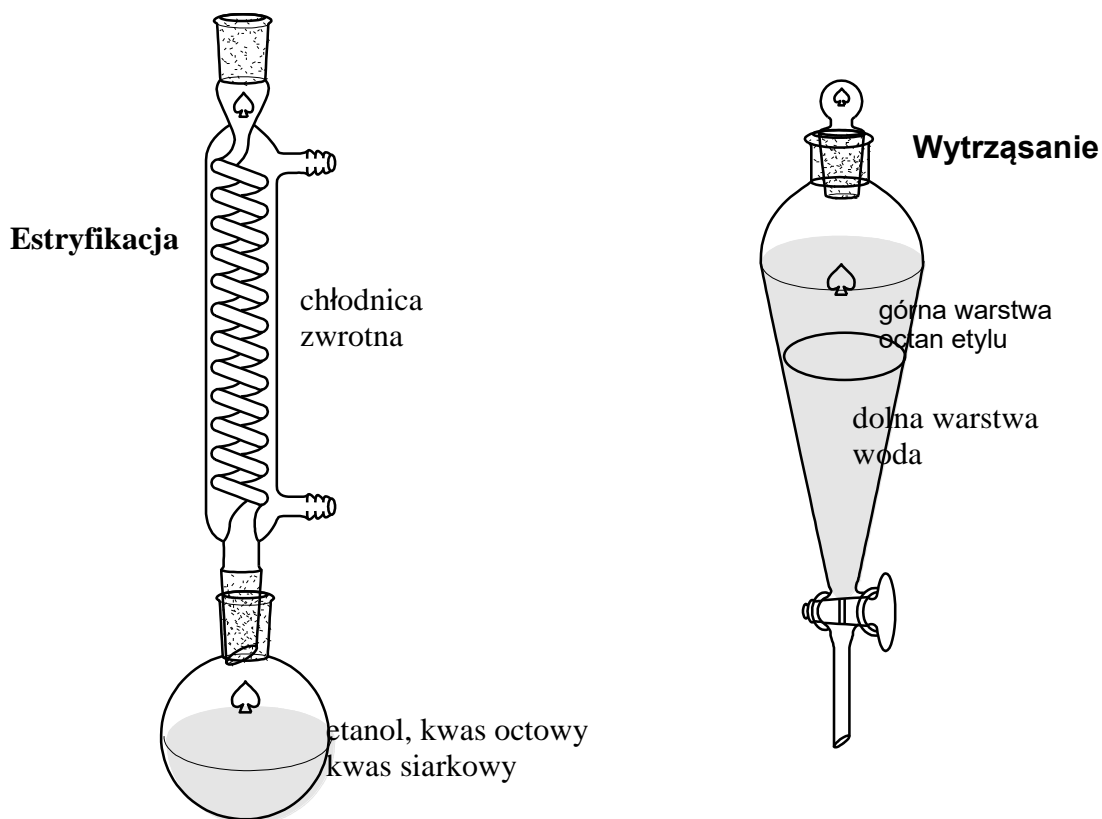
NaHCO₃, roztwór nasycony 20 cm³

siarczan magnezowy bezwodny

Przepis:

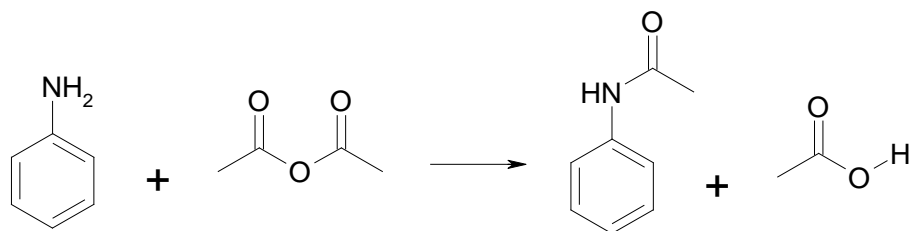
W kolbie kulistej o pojemności 100 cm³ umieszcza się 30ml etanolu i 30g. kwasu octowego lodowatego, a następnie dodaje 1ml. kwasu siarkowego stężonego. W kolbie umieszcza się kamyczek kaolinu. Kolbę łączy się z chłodnicą zwrotną i ogrzewa do wrzenia możliwie długo (przynajmniej 2h). Następnie mieszaninę wylewa się do rozdzielacza zawierającego 100 cm³ wody wytrząsa i pozostawia do rozdzielenia warstw, górną warstwę estru oddziela się.

Aparatura:



Acetanilid

(N-fenylamid kwasu octowego)



Odczynniki:

anilina	15.0 g (0.16 mola, 15 ml)
bezwodnik octowy	16.5 g (0.16 mola, 15 ml)
kwas octowy lodowaty	16.0 g (0.26 mola, 15 ml)
pył cynkowy	0.1 g

Przepis:

W kolbie kulistej o poj. 250 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 15 ml aniliny, 15 ml lodowatego kwasu octowego, 15 ml bezwodnika octowego, Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się łagodnie do wrzenia. Po upływie 30 minut gorącą cieczą wylewa się cienkim strumieniem do zlewki o poj. 500 ml, zawierającej 300 g drobno pokruszonego lodu. Wytrącony surowy produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Buchnera, i przemywa niewielką ilością zimnej wody

Aparatura:

