

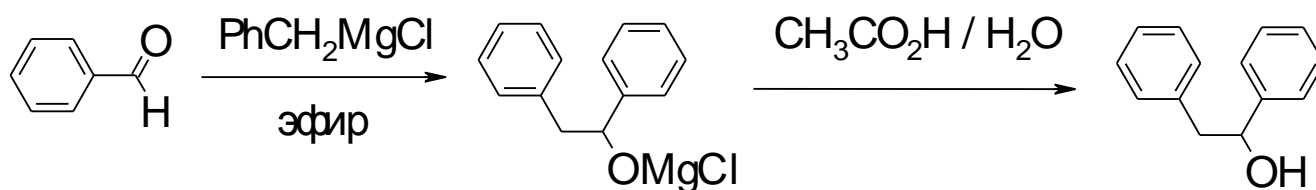
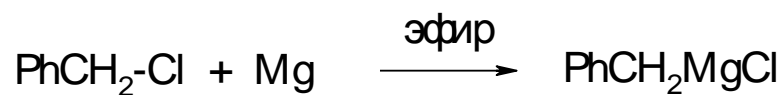
Отчет

студента (ки) _____
(фамилия, И.О.) _____ группы _____ курса

о выполнении лабораторной работы № _____

Синтез 1,2-Дифенилэтанола (бензилфенилкарбинола)

Уравнение основной реакции (с учетом стехиометрических коэффициентов):



Уравнения побочных реакций:

Расчет синтеза

Исходные вещества			Требуемые количества			Избыток, моль (%)
			по методике		по уравнению	
Формула, название	Константы (т.пл., т.кип., n_D^{20} , d_4^{20})	M_r	г (мл)	моль	моль	
PhCH ₂ -Cl (бензилхлорид)	т.кип. 179 ⁰ С d_4^{20} 1,1002 n_D^{20} 1,5390	126,6	12,7 (11,6)	0,1	0,08	0,02 (25)
Mg (магниева стружка)		24	2,4	0,1	0,08	0,02 (25)
Ph-CH=O (бензальдегид)	т.кип. 179 ⁰ С, 62(10 мм) d_4^{20} 1,0490 n_D^{20} 1,5450	106	8,5 (8,1)	0,08	0,08	-
CH ₃ COOH (уксусная кислота)	т.кип. 118 ⁰ С т.пл. 17 ⁰ С (ледяная) d_4^{20} 1,0492	60	4,8 (4,5)	0,08	0,08	-
Et ₂ O (диэтиловый эфир) - растворитель абсолютный	т.кип. 35,6 ⁰ С					

План синтеза: В трехгорлую колбу, снабженную мешалкой, обратным

(разбивается на абзацы в соответствии с важнейшими препаративными операциями)

холодильником и капельной воронкой с хлоркальциевыми трубками, помещают измельченные магниевые стружки, кристаллик иода и нагревают на плитке до появления фиолетовых паров. После охлаждения колбы через капельную воронку приливают 10-15 мл р-ра VnCl в 50 мл Et_2O ; затем, если необходимо вызвать реакцию, колбу осторожно нагревают до кипения эфира на горячей водяной бане. После начала реакции (при этом наблюдается помутнение реакционной смеси и самопроизвольное кипение эфира) нагрев убирают и при перемешивании прикапывают остаток смеси галогенида и эфира с такой скоростью, чтобы все время поддерживалось спокойное кипение эфира. При сильном кипении добавление алкилгалогенида замедляют или приостанавливают, а колбу охлаждают баней с холодной водой. После добавления всего VnCl смесь слабо кипятят еще 20 минут.

Полученный раствор алкилмагниегалогенида охлаждают и добавляют к нему по каплям при перемешивании и внешнем охлаждении водой со льдом р-р бензальдегида в 15 мл абсолютного Et_2O . Реакция экзотермична, и эфир может закипать, при этом к концу прибавления образуется осадок магниевоего алкоголята. Для того чтобы довести реакцию до конца реакционную смесь нагревают до слабого кипения эфира еще в течение примерно 30 минут.

Полученный магниевый алкогольат разлагают, добавляя по каплям при охлаждении в бане с ледяной водой и перемешивании (вначале очень осторожно – эфир может закипать) р-р 4,8 мл ледяной уксусной кислоты в 30 мл воды. При этом осадок полностью растворяется. Эфирный слой отделяют, водный экстрагируют эфиром (2 × 5 мл). Объединенные эфирные вытяжки промывают последовательно 10 % раствором хлорида натрия, 10 % раствором соды, насыщенным раствором хлорида натрия, затем сушат прокаленным поташом или безводным сульфатом натрия.

Эфир отгоняют из колбы Фаворского, а остаток перегоняют в вакууме с воздушным холодильником, собирая фракцию с т. кип. 169-170 °C (15 мм), которая тут же закристаллизовывается. Выход около 12 г.

Проведение расчетов:

Техника безопасности при проведении синтеза _____

(указываются ядовитые, разъедающие, легковоспламеняющиеся вещества и техника работы с ними)

Et_2O - легковоспламеняющаяся жидкость. Избегать попадания паров на горячие поверхности.

Осторожно! Бензилхлорид слезоточив (лакриматор) и сильно раздражает кожу (ирритант).

Выполнение синтеза _____

(отмечаются наблюдаемые изменения, отступления от плана и т.п.)

Характеристика полученного продукта:

Формула, название продукта	M_r	Константы		Выход		
		полученные в работе	литератур- ные	г	% от теории	% от методики
			т.кип. 169°C (15 мм Hg) т.пл. 66°C (петр.эфир/ бензол)			

Подпись преподавателя _____ Дата _____ 201 ____ г.