

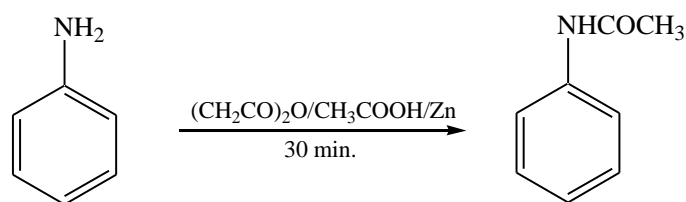
Wykaz preparatów dla studentów I roku kierunek Farmacja



Katedra i Zakład Chemii Organicznej UMP

Spis preparatów

Acetanilid.....	3
2-Amino-4-nitrotoluen.....	4
Anilina.....	5
Azoksybenzen.....	6
Benzoesan etylu.....	7
Benzoesan metylu.....	8
Benzimidazol.....	9
Benzotriazol.....	10
Bromek n-butylu.....	11
Bromek n-propylu.....	12
p-Bromoacetanilid.....	13
p-Bromoanilina.....	14
3,5-Dimetylopirazol.....	15
Diocyan hydrochinonu.....	16
1-Fenyl-3-hydroksy-6-pirydazynon.....	17
Imid kwasu ftalowego (ftalimid).....	18
Indygo.....	19
Jodek etylu.....	20
Kaprolaktam.....	21
Keton etylowo-metylowy.....	22
Kwas antranilowy.....	23
Kwas cynamonowy.....	24
Kwas dibromobursztynowy.....	25
Kwas p-nitrobenzoesowy.....	26
2-Metylobut-2-en.....	27
p-Nitroacetanilid.....	28
p-Nitroanilina.....	29
Octan butylu.....	30
Octan t-butylu.....	31
Octan 2-naftyli.....	32
Octan n-pentylu (amylu).....	33
Oksym benzofenonu.....	34
Oksym cykloheksanonu.....	35
Oksym waniliny.....	36
Pent-2-en.....	37

Acetanilid**Odczynniki:**

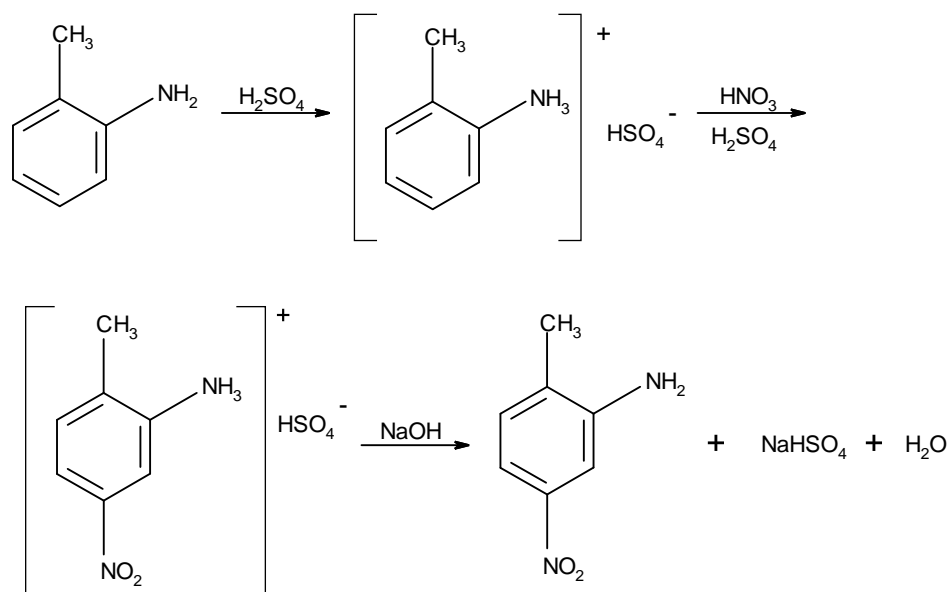
anilina - 10,2 g (10 ml)

bezwodnik octowy - 10,8 g (10 ml)

kwas octowy - 10,5 g (10 ml)

pył cynkowy – 0,1 g

W kolbie kulistej o pojemności 250 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się kolejno 10,2 g aniliny (10 ml), 10,8 g (10 ml) bezwodnika octowego, 10,5 g (10 ml) lodowatego kwasu octowego oraz 0,1 g pyłu cynkowego. Mieszaninę ogrzewa się na czaszy grzejnej do łagodnego wrzenia w ciągu 30 minut, a następnie zawartość kolby wlewa się cienkim strumieniem do zlewki zawierającej 250 ml zimnej wody, przy czym zawartość zlewki należy mieszać. Po oziębieniu w wodzie z lodem surowy produkt odsącza się, przemywa wodą, a uzyskany osad dobrze odciska. Surowy produkt oczyszcza się na drodze krystalizacji z wody, a uzyskany osad suszy na powietrzu. Otrzymuje się 13,5 g (91% wyd. teoret.) acetanilidu w postaci bezbarwnego krystalicznego ciała stałego o temperaturze topnienia 112-114°C.

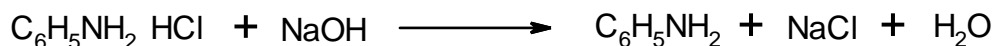
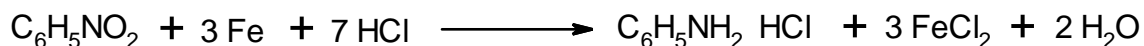
2-Amino-4-nitrotoluen**Odczynniki:***o*-toluidyna – 7,5 ml H_2SO_4 stęż. – 75 ml HNO_3 stęż. – 5 ml

NaOH 20%

węgiel aktywowany

metanol do krystalizacji

W zlewce o pojemności 600 ml rozpuszcza się 7,5 ml *o*-toluidyny w 61,5 ml stęż. H_2SO_4 . Otrzymany roztwór chłodzi się do temperatury -10°C , uruchamia mieszadło mechaniczne i wkrapla powoli mieszaninę nitrującą, składającą się z 5 ml stęż. HNO_3 i 13,5 ml stęż. H_2SO_4 . Szybkość dodawania mieszaniny nitrującej reguluje się tak, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej nie przekraczała 0°C . Po skończonym procesie nitrowania, wylewa się mieszaninę poreakcyjną bardzo ostrożnie na lód, unikając jego nadmiaru. Wydzielony prawie bezbarwny osad odsącza się na lejku ze szklaną płytką porowatą i zawiesza w 15 ml wody. Chłodząc w lodzie, zobojętnia się zawiesinę 20% roztworem NaOH. Wydzielony jasnożółty osad odsącza się na lejku Büchnera, przemywa wodą i krystalizuje z metanolu z dodatkiem węgla aktywowanego. Otrzymuje się 7,5 g (75,5% wyd. teoret.) 2-amino-4-nitrotoluenu w postaci dużych żółtopomarańczowych kryształów o temperaturze topienia $106-108^\circ\text{C}$.

Anilina**Odczynniki:**

nitrobenzen – 8 ml

żelazo opiłki – 15 g

HCl stęż. – 40 ml

NaOH – 22,5 g

eter dietylowy – 120 ml

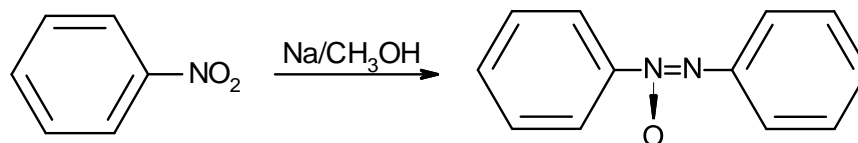
KOH – 2,5 g

NaCl

Do kolby kulistej o pojemności 250 cm³, umieszczonej pod wyciągiem i zaopatrzonej w chłodnicę powietrzną zwrotną, dodaje się 8 ml nitrobenzenu oraz 15 g opiłków żelaznych. Przez górny otwór chłodnicy wlewa się do kolby małymi porcjami (nie więcej niż 1-2 ml) stęż. HCl. Mieszanina mocno się rozgrzewa i zaczyna wrzeć. W przypadku zbyt gwałtownego przebiegu reakcji, kolbę należy chłodzić wodą. Po wlaniu około 15 ml HCl, dalsze jego ilości można dodawać większymi porcjami. Po wprowadzeniu całej ilości kwasu, kolbę ogrzewa się do wrzenia w ciągu 1 godziny. Do ciepłego jeszcze roztworu dodaje się ostrożnie, małymi porcjami 22,5 g wodorotlenku sodu w 45 ml wody i z gorącej mieszaniny oddestylowuje anilinę z parą wodną tak długo, aż destylat spływający z chłodnicy będzie zupełnie przezroczysty. Z destylatu wysala się anilinę solą kuchenną, stosując na każde 50 ml destylatu 10-12,5 g soli. Następnie ekstrahuje się trzykrotnie eterem dietylowym (pierwsza porcja eteru 60 ml, następne po 30 ml). Połączone wyciągi eterowe suszy się wodorotlenkiem potasu. Po oddzieleniu środka suszącego oddestylowuje się eter na łaźni wodnej. Pozostałość przenosi się do małej kolbki destylacyjnej i destyluje anilinę, stosując chłodnicę powietrzną (1). Temperatura wrzenia 184°C; wydajność 6 g (50% wyd. teoret.).

Uwaga:

1. W celu odbarwienia aniliny destyluje się ją z nad niewielkiej ilości pyłku cynkowego.

Azoksybenzen**Odczynniki:**

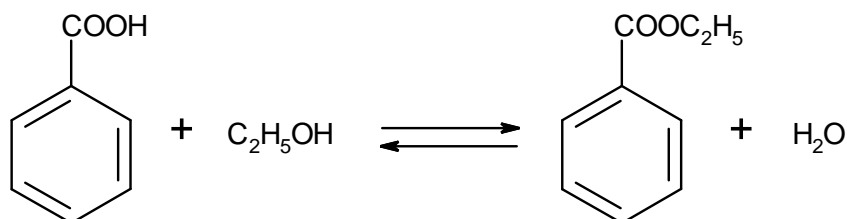
alkohol metylowy – 33 ml

nitrobenzen – 4,2 ml

sód metaliczny – 3,3 g

metanol do krystalizacji

Do 33 ml alkoholu metylowego w kolbie kulistej o pojemności 250 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, dodaje się stopniowo 3,3 g sodu metalicznego kawałkami wielkości grochu. Mimo rozgrzewania się alkoholu, kolby nie chłodzi się. Ponieważ alkohol metylowy zawiera często pewno ilości wody, pierwsze porcje sodu dodaje się bardzo powoli. Po rozpuszczeniu się sodu w metanolu dodaje się 4,2 ml nitrobenzenu i ogrzewa mieszaninę trzy godziny na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną. Wydzielające się po pewnym czasie kryształy mrówczanu sodowego powodują niepożądane podrzucanie cieczy. Następnie oddestylowuje się większą część alkoholu, ogrzewając kolbę na łaźni wodnej. Pozostałość zawiesza się w wodzie, przelewa do zlewki i chłodzi w wodzie z lodem. Zebrany na dnie zlewki olej krzepnie na krystaliczną jasnożółtą masę, która oddziela się od cieczy wodnej przez dekantację, przepłukuje kilkakrotnie wodą, sączy na lejku Büchnera i przemywa wodą. W razie gdyby azoksybenzen nie zestalił się, zlewa się z niego roztwór wodny i wrzuca kilka kawałków lodu. Jeśli i to nie pomaga, oddestylowuje się domieszkę nitrobenzenu, utrudniającą krzepnięcie, z parą wodną. Pozostałość w kolbie ochładza się w lodzie i wyodrębnia jak wyżej. Azoksybenzen krystalizuje się z alkoholu metylowego. Jasnożółte igły o temperaturze topnienia 36°C, ok. 5 g.

Benzoesan etylu***Odczynniki:***

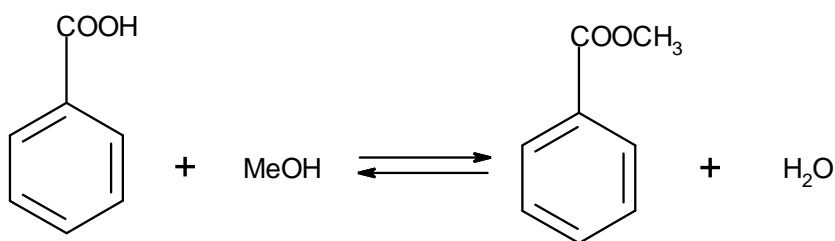
kwas benzoesowy – 12,2 g

alkohol etylowy bezw. – 29,2 ml

 H_2SO_4 stęż. – 1,3 ml

chloroform – 35 ml

W kolbie kulistej o pojemności 250 cm³ umieszcza się 12,2 g kwasu benzoesowego, 29,2 ml alkoholu etylowego bezwodnego i 1,3 ml stęż. H_2SO_4 . Mieszaninę reagentów gotuje się 4 godziny pod chłodnicą zwrotną, zaopatrzoną w rurkę z chlorkiem wapnia. Po ostudzeniu rozcieńcza się mieszaninę poreakcyjną 45 ml wody i ekstrahuje ją dwukrotnie 25 i 10 ml chloroformu. Połączone wyciągi chloroformowe przemywa się trzykrotnie wodą i suszy bezw. $CaCl_2$. Po oddestylowaniu chloroformu na łaźni wodnej przelewa się pozostałość do małej suchej kolbki i poddaje destylacji, zbierając frakcję wrzącą w zakresie temperatury 211-213°C, wydajność: około 6 g (40% wyd. teoret.).

Benzoesan metylu***Odczynniki:***

kwas benzoesowy – 12,5 g

alkohol metylowy – 30 ml

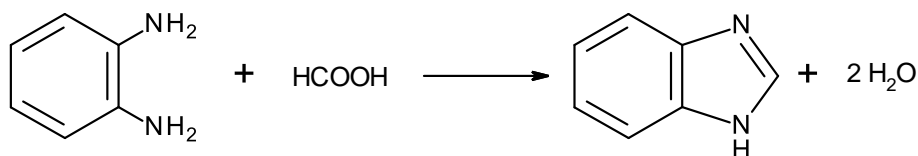
kwas siarkowy stęż. – 2 ml

eter dietylowy – 55 ml

węglan sodu – 2,5 g

chlorek wapnia bezw. – 2 g

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³, połączonej z chłodnicą zwrotną (zaopatrzoną w rurkę CaCl₂), umieszcza się 12,5 g kwasu benzoesowego, 30 ml alkoholu metylowego, 2 ml stęż. kwasu siarkowego i ogrzewa się przez 3-4 godz. Następnie oddestylowuje się nadmiar alkoholu w łaźni wodnej, pozostałość przenosi do rozdzielacza zawierającego 40 ml wody i ekstrahuje trzykrotnie eterem. Połączone wyciągi eterowe wytrząsa się z 25 ml 10% roztworu węglanu sodu do odczynu zasadowego, a następnie z 25 ml wody i suszy bezw. chlorkiem wapnia. Po odsączeniu oddestylowuje się eter w łaźni wodnej, pozostałość destyluje się przy użyciu chłodnicy powietrznej, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 196-200°C. Otrzymuje się 11-12,3 g (79-98% wyd. teoret.) bezbarwnej cieczy o charakterystycznym zapachu.

Benzimidazol**Odczynniki:**

o-fenylenodiamina – 10 g

kwask mrówkowy 90% - 5,3 ml

NaOH 10% roztwór

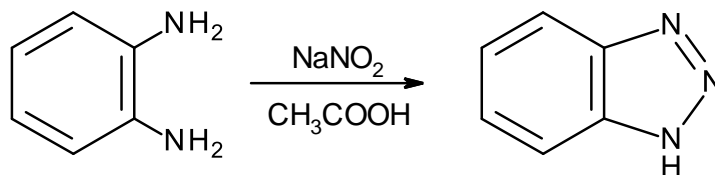
węgiel aktywowany

W kolbie kulistej o pojemności 100 cm³ umieszcza się 10 g *o*-fenylenodiaminy (1), dodaje małymi porcjami, wstrząsając, 5,3 ml 90% kwasu mrówkowego (2) i ogrzewa 2 godziny pod chłodnicą zwrotną na wrzącej łaźni wodnej. Kolbę chłodzi się i do utworzonej gęstej mieszaniny dodaje ostrożnie, wstrząsając, 10% roztwór NaOH (3) do reakcji alkalicznej (papierek lakmusowy). Wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa lodowatą wodą (4), dokładnie odciska i ponownie przemywa wodą. Otrzymany surowy produkt rozpuszcza się w około 130 ml wrzącej wody (roztwór winien być nasycony) dodaje 1 g węgla aktywowanego, gotuje 30 minut i sączy na gorąco do ogrzanej kolby stożkowej. Przesącz chłodzi się wolno do temp. pokojowej, następnie w wodzie z lodem do temp. 10°C, odsącza wydzielony osad i przemywa go 2-krotnie małą ilością zimnej wody. Surowy produkt reakcji krystalizuje się z wody z dodatkiem węgla aktywowanego. Po wysuszeniu w temp. około 90°C otrzymuje się 5,4 g (50% wyd. teoret.) benzimidazolu w postaci bezbarwnego, krystalicznego osadu o temperaturze topnienia 171-172°C.

Uwagi:

1. Techniczną *o*-fenylenodiaminę należy uprzednio oczyścić w sposób następujący: aminę rozpuszcza się w wodzie na gorąco (3:10) z dodatkiem tiosiarczanu sodu (1 g Na₂S₂O₃ na 100 ml wody) i ogrzewa 15 minut w temp. wrzenia z niewielką ilością węgla aktywowanego. Następnie sączy się na gorąco, przesącz chłodzi w mieszaninie oziębiającej, a wytrącone bezbarwne kryształy odsącza się na lejku Büchnera, przemywa lodowatą wodą i suszy w eksykatorze próżniowym.
2. Można użyć do syntezy bardziej rozcieńczonego kwasu mrówkowego, np. 40%, po odpowiednim przeliczeniu stechiometrycznym.
3. Podczas alkalizowania barwa zmienia się z brunatnej na różową.
4. Przemywanie należy prowadzić szybko, małą ilością dobrze oziębionej wody, ponieważ benzimidazol jest częściowo rozpuszczalny w wodzie.

Benzotriazol



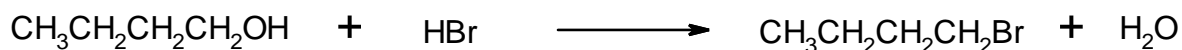
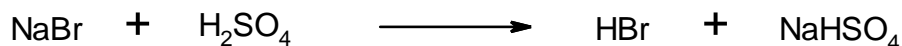
Odczynniki:

o-fenylenodiamina – 5,4 g

kwas octowy lod. – 6 ml

NaNO₂ – 3,8 g

W kolbie stożkowej o pojemności 100 cm³ rozpuszcza się 5,4 g *o*-fenylenodiaminy w mieszaninie 6 ml lod. kwasu octowego i 15 ml wody, ogrzewając zawartość kolby w łaźni wodnej do momentu uzyskania przezroczystego roztworu. Następnie chłodzi się roztwór do temp. 15°C i dodaje, energicznie mieszając mieszadłem elektromagnetycznym, w jednej porcji roztwór 3,8 g NaNO₂ w 8 ml wody. Przebieg reakcji jest egzotermiczny, temperatura wzrasta do ok. 80°C. Mieszanie kontynuuje się przez 15 minut, temperatura obniża się, a mieszanina zmienia zabarwienie czerwone na jasnobrązowe. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się 30 minut w wodzie z lodem, po czym odsącza wydzielony osad na lejku Büchnera i przemywa zimną wodą. Surowy produkt krystalizuje się z wody z dodatkiem węgla aktywowanego. Roztworu uzyskanego po odsączeniu węgla nie należy chłodzić, aby uniknąć wydzielania się substancji w postaci oleju. Proces krystalizacji można przyspieszyć przez pocieranie ścianek naczynia pałeczką szklaną. Otrzymuje się około 3 g benzotriazolu w postaci kremowych igieł o temperaturze topnienia 98-100°C.

Bromek *n*-butylu**Odczynniki:**

alkohol butylowy – 11 ml

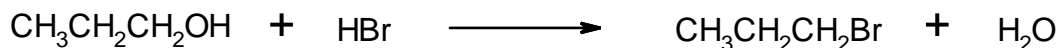
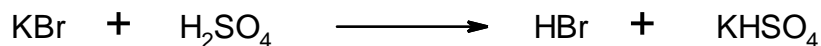
NaBr – 15,5 g

H₂SO₄ stęż. – 11 gNa₂CO₃ roztw. 10% - 5 mlCaCl₂ bezw.

W kolbie kulistej o pojemności 100 cm³ umieszcza się 13,5 ml wody i dodaje, mieszając, 15,5 g dobrze sproszkowanego bromku sodu, 11 ml alkoholu butylowego i stopniowo 5,5 ml stęż. H₂SO₄. Kolbę łączy się z chłodnicą zwrotną i przez górny otwór chłodnicy dodaje ostrożnie małymi porcjami 5,5 ml stęż. H₂SO₄, wstrząsając od czasu do czasu zawartość kolby. Następnie ogrzewa się mieszaninę reagującą dwie godziny w temperaturze wrzenia, po czym oddestylowuje bromek butylu. Destylacja jest ukończona w momencie, gdy a chłodnicy przestaną wyciekać oleiste krople bromku butylu. Destylat przenosi się do rozdzielacza i oddziela dolną oleistą warstwę bromku butylu. Surowy produkt przemywa się kolejno kilku mililitrami wody, 1,3 ml stęż. H₂SO₄ i 5 ml 10% roztworu Na₂CO₃, oddziela i suszy kilka godzin bezw. CaCl₂. Osuszoną ciecz sący się i poddaje destylacji, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 101-104°C. Otrzymuje się 10-11,5 g (60-70% wyd. teoret.) bromku butylu w postaci bezbarwnej cieczy.

Uwagi:

1. Dla zapobieżenia tworzenia się grudek bromku sodu należy dodawać sól do wody, a nie odwrotnie.
2. Kwas stanowi warstwę dolną.
3. W związku z gwałtownym wydzielaniem CO₂ (zobojętnienie resztek kwasu siarkowego), roztwór węglanu sodu należy dodawać ostrożnie i łagodnie wstrząsać.

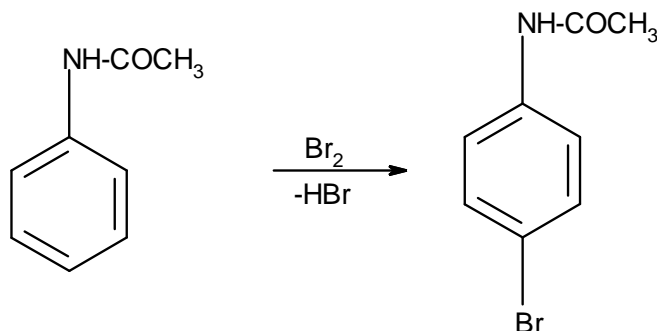
Bromek *n*-propylu**Odczynniki:**

alkohol propylowy – 22,4 ml

KBr – 11,9 g

H₂SO₄ stęż. – 16 ml

Do 16 ml stęż. H₂SO₄ w kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³ wlewa się, mieszając, 22,4 ml alkoholu propylowego. Następnie chłodzi się ciepłą mieszaninę zimną wodą i po osiągnięciu temperatury pokojowej dodaje kolejno, nie przerywając chłodzenia i mieszania, 7,5 ml wody i 11,9 g drobno sproszkowanego bromku potasu. Kolbę z mieszaniną reagentów łączy się z zestawem do destylacji. Na koniec chłodnicy destylacyjnej nakłada się przedłużacz, a jako odbieralnik służy kolba stożkowa o pojemności 100 ml, wypełniona wodą w takiej objętości, aby koniec przedłużacza zanurzał się w wodzie. Mieszaninę reakcyjną poddaje się powoli destylacji, podczas której tworzący się bromek propylu przechodzi do odbieralnika i gromadzi się pod warstwą wodną. Reakcja jest ukończona z chwilą, gdy z chłodnicy przestaną opadać oleiste krople bromku propylu. Zawartość odbieralnika wlewa się do rozdzielacza, spuszcza warstwę dolną bromku propylu do kolby stożkowej, po czym usuwa się z niego wytworzony ubocznie eter dipropylowy za pomocą stęż. H₂SO₄. Ponieważ przy tym zabiegu wydziela się ciepło, oziębia się zawartość kolby stożkowej w wodzie z lodem i dodaje stęż. H₂SO₄ kroplami, ciągle wstrząsając, aż do momentu oddzielenia się dolnej warstwy kwasu siarkowego. Wtedy oddziela się w mniejszym suchym rozdzielaczu górną warstwę bromku propylu i przenosi do suchej kolbki destylacyjnej. Bromek propylu poddaje się destylacji, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 70-72°C; wydajność: ok. 4 g (9% wyd. teoret.).

p-Bromoacetanilid**Odczynniki:**

acetanilid – 6,8 g

kwas octowy lod. – 35 ml

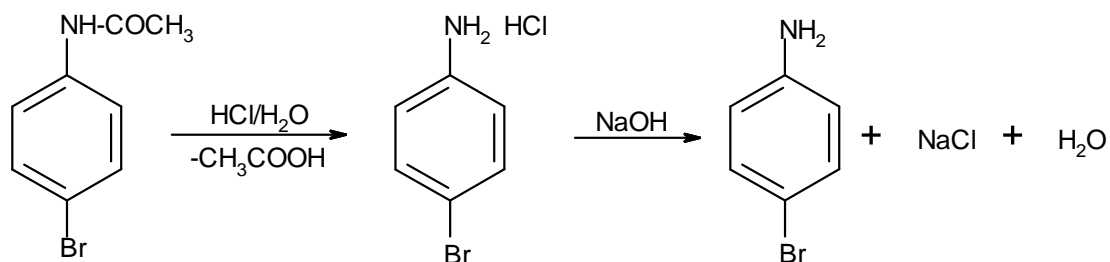
brom – 2,5 ml

alkohol metylowy do krystalizacji

W kolbie stożkowej o pojemności 200 cm³ rozpuszcza się 6,8 g dobrze rozdrobnionego acetanilidu w 22,5 ml lodowatego kwasu octowego, a w małej kolbie stożkowej 2,5 ml bromu w 12,5 ml lodowatego kwasu octowego (1). Roztwór bromu przenosi się do wkraplacza, zamocowanego nad kolbą stożkową. Po umieszczeniu tej ostatniej w zimnej wodzie wkrapla się powoli roztwór bromu, stale mieszając. Po dodaniu całej ilości bromu roztwór winien wykazywać barwę pomarańczową, wywołaną małym nadmiarem bromu. Produkt reakcji częściowo krystalizuje. Mieszaninę pozostawia się 30 minut w temperaturze pokojowej, wstrząsając co pewien czas, a następnie wylewa się ją do 200 ml wody, spłukując kolbę 50 ml wody (2). Krystaliczny osad odsącza się na lejku Büchnera, przemywa starannie zimną wodą i możliwie jak najdokładniej odciska za pomocą szerokiego, szklanego korka. Produkt surowy krystalizuje się z alkoholu metylowego lub etylowego z dodatkiem węgla aktywowanego, otrzymując 9 g p-bromoacetanilidu w postaci prawie bezbarwnych kryształów o temperaturze topnienia 167°C.

Uwagi:

1. Wszelkie prace z bromem należy wykonywać bardzo ostrożnie, w rękawicach ochronnych i pod wyciągiem.
2. Jeżeli mieszanina wykaże wyraźne zabarwienie pomarańczowe, należy dodać do niej roztworu wodorosiarczynu(IV) sodu w celu odbarwienia.

p-Bromoanilina**Odczynniki:***p*-bromoacetanilid – 9 g

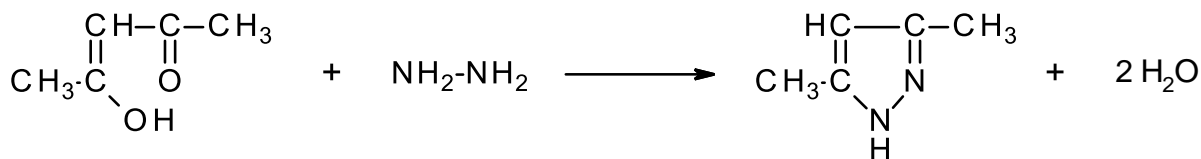
alkohol etylowy – 18 ml

HCl stęż. – 11 ml

NaOH 15%

alkohol metylowy do krystalizacji

W kolbie okrągłodennej dwuszyjnej o pojemności 250 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i wkraplacz, rozpuszcza się 9 g *p*-bromoacetanilidu w 18 ml alkoholu etylowego. Do wrzącego roztworu dodaje się z wkraplacza małymi porcjami 11 ml stęż. HCl, po czym ogrzewa się zawartość kolby 40 minut do wrzenia. Z kolei rozcieńcza się roztwór 75 ml wody i kolbę zaopatruje się w nasadkę destylacyjną, która łączy się z chłodnicą Liebiga. Mieszaninę poddaje się destylacji, ogrzewając kolbę palnikiem na siatce azbestowej lub czaszy elektrycznej. Destylację przerywa się po zebraniu 50 ml destylatu, zawierającego octan etylu, alkohol etylowy i wodę. Pozostały w kolbie chlorowodorek *p*-bromoaniliny przelewa się do 50 ml wody z lodem i energicznie mieszając dodaje 15% roztworu NaOH aż do momentu uzyskania zasadowego odczynu (papierek lakmusowy). *p*-Bromoanilina wydziela się w postaci oleju, który wkrótce krystalizuje. Kryształy odsącza się na lejku Büchnera, przemywa zimną wodą i suszy na powietrzu. Otrzymuje się około 7 g *p*-bromoaniliny o temperaturze topnienia 66°C. Krystalizacja z rozcieńczonego alkoholu metylowego związana jest ze znacznymi stratami.

3,5-Dimetylopirazol**Odczynniki:**

siarczan hydrazyny – 6,5 g

2,5M roztwór NaOH – 40 ml

acetyloaceton – 5,2 ml

eter dietylowy – 60 ml

roztwór NaCl nasycony

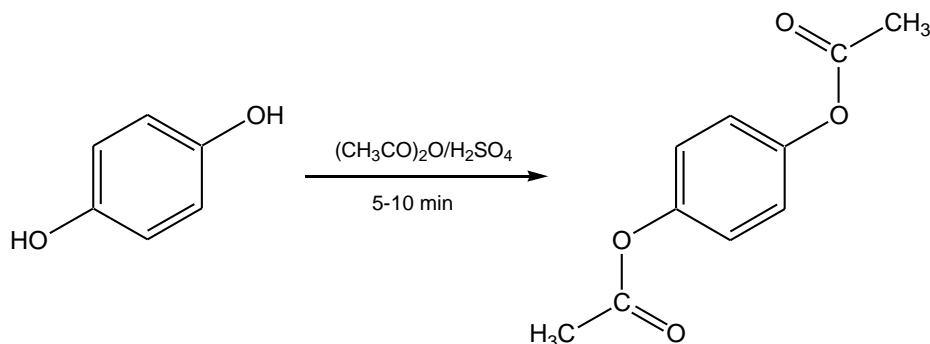
K₂CO₃ bezw.

W zlewce o pojemności 150 cm³, zaopatrzonej w wkraplacz i termometr, sporządza się roztwór 6,5 g siarczanu hydrazyny w 40 ml 2,5M roztworu NaOH. Termometr osadza się na taką głębokość, by zbiorniczek z rtęcią był zanurzony w roztworze. Zlewkę umieszcza się w łaźni wodnej z lodem i gdy temperatura roztworu obniży się do 15°C (1) wkrapla się 5,2 ml acetyloacetonu, mieszając zawartość kolby mieszadłem elektromagnetycznym i utrzymując stale temperaturę 15°C. Po wkropleniu acetyloacetonu (2) kontynuuje się mieszanie w tej samej temperaturze jeszcze przez 1 godzinę. W tym czasie wydziela się dimetylopirazol. Do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się 20 ml wody i miesza jeszcze przez chwilę w celu rozpuszczenia siarczanu sodu. Zawartość zlewki przenosi się do rozdzielacza i wytrząsa ją z 20 ml eteru dietylowego. Warstwy rozdziela się, a dolną warstwę wodną ekstrahuje 4-krotnie z 10 ml tego samego rozpuszczalnika. Połączone wyciągi eterowe przemywa się nasyconym wodnym roztworem NaCl, suszy bezw. K₂CO₃ i oddestylowuje eter. Jasnożółtą pozostałość krystalizuje się z wody z dodatkiem węgla aktywowanego. Otrzymuje się 3,5-dimetylopirazol w postaci bezbarwnych płytek o temperaturze topnienia 106-108°C; wydajność około 2 g (50% wyd. teoret.).

Uwagi:

1. W roztworze mogą pojawić się kryształy Na₂SO₄.
2. Czas wkraplania trwa około 30 minut.

Dioctan hydrochinonu



Odczynniki:

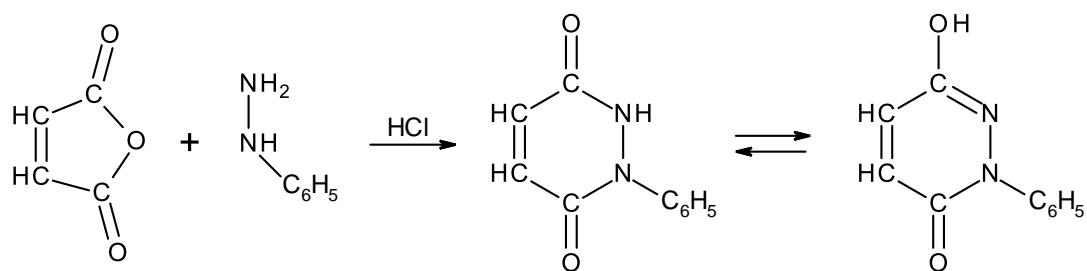
hydrochinon - 5,5 g

bezwodnik octowy - 10,4 g (9,6 ml)

H_2SO_4 stęż. - 1 kropla

W kolbie stożkowej o pojemności 100 ml umieszcza się kolejno 5,5 g hydrochinonu i 9,6 ml bezwodnika octowego oraz kroplę stężonego kwasu siarkowego (VI). Kolbę należy mieszać na mieszadle magnetycznym. Po 5 minutach uzyskany roztwór wylewa się na 40 g drobno pokruszonego lodu. Wytrącony ester odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, po czym przemywa 50 ml wody. Surowy produkt oczyszcza się na drodze krystalizacji z alkoholu metylowego na łaźni wodnej. Osad uzyskany po krystalizacji suszy się na powietrzu.

Otrzymuje się 9,0 g (92% wyd. teoret.) dioctanu hydrochinonu w postaci krystalicznego ciała stałego o temperaturze topnienia 137-139°C.

1-Fenylo-3-hydroksy-6-pirydazynon**Odczynniki:**

fenylohydrazyna – 1,5 ml

bezwodnik maleinowy – 1,5 g

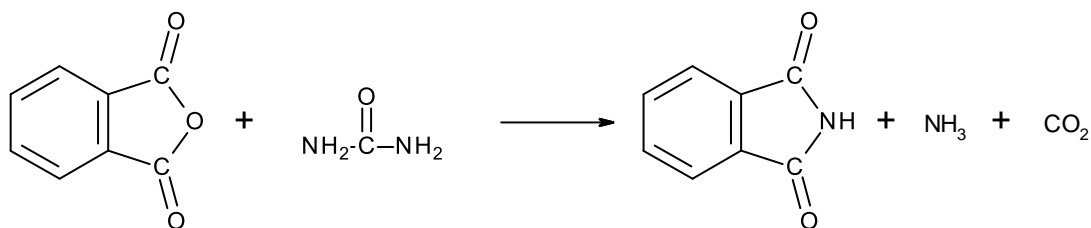
HCl 10% - 10 ml

HCl stęż.

NaOH 8% roztwór

kwas octowy

W kolbie kulistej o pojemności 50 cm³ umieszcza się 1,5 g bezwodnika maleinowego i 1,5 ml fenylohydrazyny, po czym dolewa 10 ml 10% HCl. Zawartość kolby ogrzewa się 1 godzinę do wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Wydzielony po oziębieniu osad odsącza się i rozpuszcza w 8% roztworze NaOH. Uzyskany roztwór sączy się przez sączek karbowany, a z przesączu strąca surowy produkt reakcji przez dodanie stęż. HCl (wobec papierka Kongo). Osad odsącza się na lejku stożkowym i przemywa starannie zimną wodą. Po krystalizacji z kwasu octowego otrzymuje się 1-fenylo-3-hydroksy-6-pirydazynon w postaci bezbarwnych płytek o temperaturze topnienia 267-269°C; wydajność: około 1 g (40% wyd. teoret.).

Imid kwasu ftalowego (ftalimid)**Odczynniki:**

bezwodnik ftalowy – 7,3 g

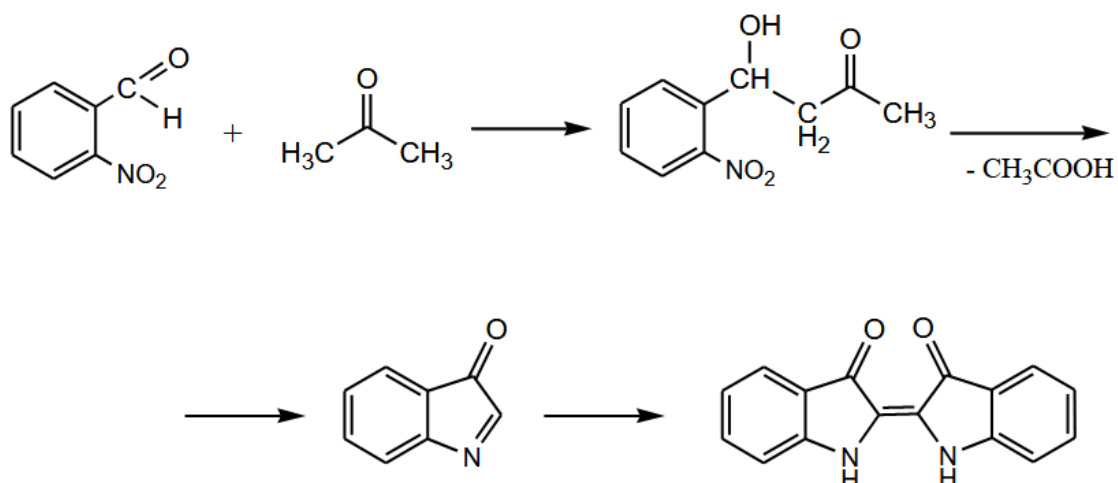
mocznik – 2 g

alkohol etylowy do krystalizacji

Do długoszyjnej kolby kulistej o pojemności 200 cm³ wprowadza się 7,3 g bezwodnika ftalowego i 2 g mocznika. W szyjce kolby umieszcza się termometr na takiej wysokości, aby zbiornik z rtęcią był zanurzony w mieszaninie substratów (1). Zawartość kolby ogrzewa się na łaźni olejowej do temp. 130-135°C. Po stopieniu się substratów się egzotermiczna reakcja, w wyniku której temperatura wzrasta do 190-200°C, a mieszanina reagująca zestala się. Po ostygnięciu dodaje się około 5 ml zimnej wody, rozdrabnia zawartość kolby, odsącza ją na lejku Büchnera i przemywa dokładnie wodą (2). Produkt suszy się w temp. 100°C i krystalizuje z alkoholu etylowego. Otrzymuje się około 6 g imidu kwasu ftalowego w postaci bezbarwnego, krystalicznego osadu o temperaturze topnienia 233°C.

Uwagi:

1. Termometr osadza się w szyjce kolby za pomocą korka z szerokim wycięciem. Kulka z rtęcią nie powinna dotykać dna kolby.
2. Przemywanie wodą ma na celu usunięcie niezmiennego mocznika i innych rozpuszczalnych w wodzie zanieczyszczeń.

Indygo**Odczynniki:**aldehyd *o*-nitrobenzoesowy – 1,5 g

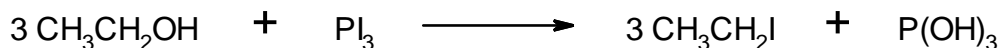
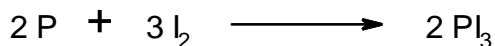
aceton – 4,5 ml

wodorotlenek sodu 1n roztwór

etanol

eter etylowy

1,5 g aldehydu *o*-nitrobenzoesowego rozpuszcza się w 4,5 ml acetonu i dodaje 4 ml wody. Do klarownego roztworu, mieszając, dodaje się kroplami roztwór 1n wodorotlenku sodu, do alkalicznego odczynu. Mieszanina rozgrzewa się i staje się ciemnobrązowa. Po ochłodzeniu odsącza się wykrystalizowany barwnik, przemywa etanolem i eterem. Otrzymuje się 0,65 g (70% wyd. teoret.). Bardzo czysty preparat ma piękny czerwono-fioletowy połysk.

Jodek etylu**Odczynniki:**

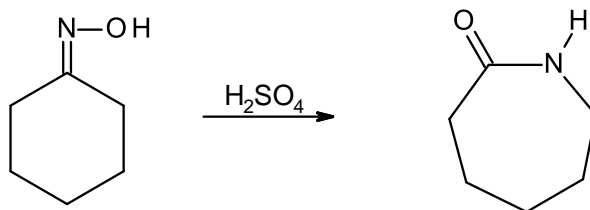
alkohol etylowy bezw. – 11,7 ml

fosfor czerwony – 8,7 g

jod – 12,7 g

CaCl₂ bezw.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³ umieszcza się 11,7 ml alkoholu etylowego bezw. i 8,7 g suchego czerwonego fosforu. Mieszając zawartość kolby, dodaje się porcjami 12,7 g jodu, chłodząc kolbę zimną wodą po każdej świeżo dodanej porcji. Następnie ogrzewa się mieszaninę reagentów 30 minut do wrzenia pod chłodnicą zwrotną, ochładza zimną wodą i umieszcza między kolbę i chłodnicę wkraplacz z boczną rurką do wyrównania ciśnienia. Ogrzewanie kontynuuje się, a skraplający się w chłodnicy jodek etylu spływa do wkraplacza. Gdy zawartość w wkraplaczu osiągnie objętość około 6-8 ml, przerywa się gotowanie, chłodzi kolbę zimną wodą i dodaje 20 ml wody. Następnie destyluje się pozostałą część jodku etylu wraz z wodą do wkraplacza jak uprzednio aż do chwili, gdy z chłodnicy przestaną wyciekać oleiste krople jodku etylu. Wówczas przerywa się ogrzewanie, spuszcza dolną warstwę jodku etylu do suchej kolby stożkowej i suszy go, dodając kilka ziarenek bezw. CaCl₂. Po oddzieleniu środka suszącego destyluje się surowy jodek etylu, zbierając frakcję w temperaturze 70-73°C; wydajność: około 7 g (22% wyd. teoret.).

Kaprolaktam**Odczynniki:**

oksym cykloheksanonu – 5,7 g

 H_2SO_4 stęż. – 12 ml

chloroform – 80 ml

 NH_4OH stęż.

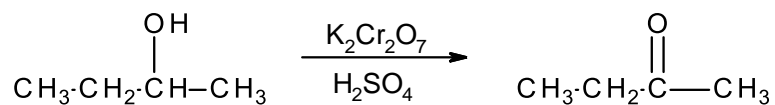
cykloheksan

 CaCl_2 bezw.

W zlewce o pojemności 50 cm³ umieszcza się 8 ml stęż. H_2SO_4 , chłodzi do temperatury poniżej 20°C i mieszając dodaje małymi porcjami 5,7 g oksymu cykloheksanonu (1). Roztwór ten wkrapla się do 4 ml stęż. H_2SO_4 , ogrzanego w zlewce do 120°C. Reakcja jest silnie egzotermiczna. Temperaturę reguluje się szybkością dodawania oksymu (2). Zawartość zlewki ogrzewa się następnie 20 minut w temp. 125-130°C, pozostawia do ostygnięcia i wylewa na 50 g potłuczonego lodu. Następnie chłodząc w wodzie z lodem (temp. nie powinna przekroczyć 20°C) zobojętnia się mieszaninę poreakcyjną stęż. NH_4OH i ekstrahuje 4-krotnie chloroformem. Połączone wyciągi chloroformowe suszy się bezw. CaCl_2 i po odsączeniu środka suszącego oddestylowuje rozpuszczalnik bardzo starannie (całkowicie) pod zmniejszonym ciśnieniem. Syropowatą pozostałość w kolbie poddaje się krystalizacji z ligroiny lub benzyny albo też zadaje jak najmniejszą objętością cykloheksanu i pozostawia do krystalizacji. Kryształy odsącza się i suszy na powietrzu. Kaprolaktam można także oczyścić na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 138-143°C/12 mm Hg. Kaprolaktam krystalizuje w odbieralniku w postaci białych płatków o temperaturze topnienia 68-70°C. Wydajność około 3 g (50% wyd. teoret.).

Uwagi:

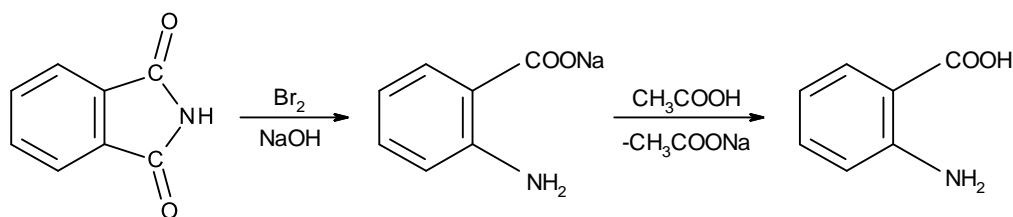
1. Czynność tę należy wykonać bardzo ostrożnie, pod wyciągiem i w okularach ochronnych.
2. W przypadku, gdy temperatura spadnie poniżej 115°C, wkraplanie przerywa się i podgrzewa mieszaninę reagującą do 120°C.

Keton etylowo-metylowy***Odczynniki:***

alkohol butylowy II-rz. – 12,5 ml

 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – 10 g H_2SO_4 stęż. – 25 ml

W kolbie kulistej dwuszyjnej o pojemności 250 cm³, zaopatrzonej we wkraplacz i deflegmator, połączony z chłodnicą Liebiga, umieszcza się 12,5 ml alkoholu butylowego II-rz., 25 ml wody i kilka kawałków porowatej porcelany. Osobno rozpuszcza się 10 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ w 25 ml wody i bardzo powoli, ciągle mieszając, dodaje 25 ml stęż. H_2SO_4 . Otrzymany roztwór chłodzi się i przenosi do wkraplacza. Kolbę ogrzewa się na siatce aż do łagodnego wrzenia jej zawartości, po czym odstawia źródło ogrzewania i wkrapla powoli roztwór $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ z taką szybkością, żeby temperatura par destylatu nie przekraczała temperatury 92°C. Od czasu do czasu wstrząsa się kolbą. Po dodaniu roztworu $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ogrzewa się łagodnie kolbę i zbiera ciecz, destylując poniżej temperatury 95°C. Destylat przenosi się do suchej kolbki destylacyjnej i poddaje destylacji, zbierając frakcję o temperaturze wrzenia 78-82°C. Otrzymuje się keton etylowo-metylowy w postaci bezbarwnej cieczy o charakterystycznym zapachu; wydajność około 16 ml (60% wyd. teoret.).

Kwas antranilowy**Odczynniki:**

imid kwasu ftalowego – 9,5 g

brom – 3,3 ml

NaOH – 23 g

NaHSO₃ – 2,5 gCH₃COONa – 2,5 g

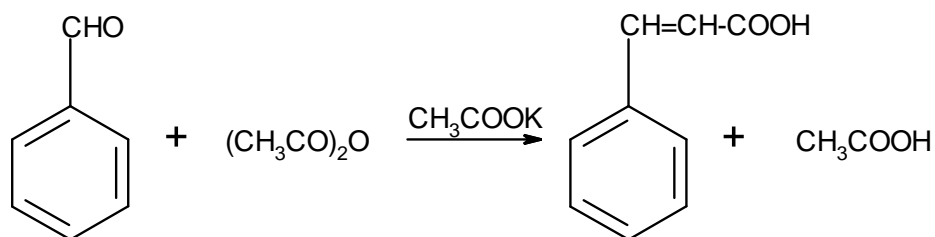
HCl stęż. – 20 ml

CH₃COOH lod. – 4 ml

W zlewce o pojemności 300 cm³, umieszczonej pod wyciągiem i zaopatrzonej w mieszadło, termometr i wkraplacz, rozpuszcza się 14 g NaOH w 60 ml wody. Roztwór wodorotlenku oziębia się do temp. -10°C i mieszając wkrapla 3,3 ml bromu (1), a następnie dodaje, małymi porcjami w ciągu 1 godziny, 9,5 g dobrze sproszkowanego ftalimidu, utrzymując w dalszym ciągu temperaturę w granicach ok. -10°C. Mieszanie kontynuuje się, usuwa po 10 minutach mieszaninę oziębiającą i dodaje po 30 minutach, małymi porcjami, 9 g sproszkowanego NaOH, nie przerywając mieszania. Temperatura nie powinna przekroczyć +30°C (2). Po dodaniu całej ilości NaOH miesza się jeszcze przez 10 minut, podgrzewa powoli do temp. 50°C (w ciągu 10-20 min.) dodaje 2,5 g NaHSO₃ i miesza do rozpuszczenia. Do roztworu dodaje się 2,5 g bezw. CH₃COONa i około 20 ml stęż. HCl do reakcji lekko kwaśnej (papierek lakmusowy) (3). Następnie wytrąca się kwas antranilowy przez dodanie 4 ml lodowatego kwasu octowego. Po pewnym czasie osad odsącza się na lejku Büchnera, przemywa wodą i krystalizuje z wody z dodatkiem węgla aktywowanego. Otrzymuje się około 5 g (58% wyd. teoret.) kwasu antranilowego w postaci bezbarwnych igieł o temperaturze topnienia 143-146°C.

Uwagi:

1. Podczas wkraplania bromu utrzymuje się temperaturę w granicach -8 do -10°C. Wszelkie prace z bromem należy wykonywać bardzo ostrożnie, w rękawicach ochronnych i bezwzględnie pod wyciągiem.
2. Jeżeli temperatura przekracza 30°C, mieszanina reagująca silnie ciemnieje.
3. Kwas solny należy dodawać ostrożnie, gdyż nadmiar jego powoduje wytworzenie się rozpuszczalnego w wodzie chlorowodoru kwasu antranilowego.

Kwas cynamonowy**Odczynniki:**

aldehyd benzoesowy – 10 ml

bezwodnik octowy – 14 ml

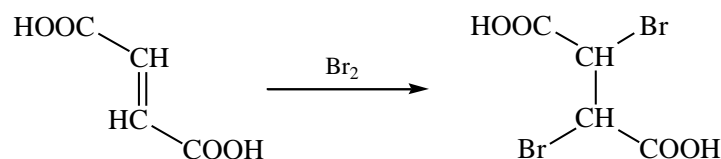
octan potasu – 6 g

Na₂CO₃

HCl stęż.

węgiel aktywowany

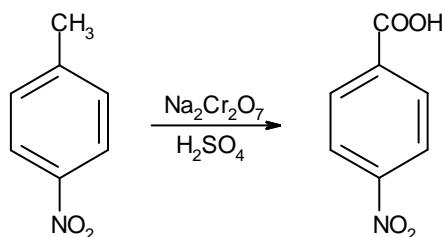
W kolbie kulistej o pojemności 100 cm³ umieszcza się 10 ml przedestylowanego aldehydu benzoesowego, 14 ml bezwodnika octowego i 6 świeżo stopionego i dokładnie sproszkowanego octanu potasu. Po starannym wymieszaniu substratów ogrzewa się kolbę 1 godzinę na łaźni olejowej o temperaturze 170-180°C pod chłodnicą powietrzną, zaopatrzoną w rurkę z bezw. CaCl₂. Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się do temperatury 80-100°C, przelewa do długoszyjnej kolby kulistej, zawierającej 50 ml wody, a kolbę poreakcyjną wypłukuje niewielką ilością gorącej wody. Następnie alkalizuje się mieszaninę poreakcyjną ostrożnie za pomocą stęż. wodnego roztworu Na₂CO₃ (papierek lakmusowy) i poddaje destylacji z parą wodną w celu oddzielenia niezmienionego aldehydu benzoesowego. Destylację przerywa się z chwilą, gdy destylat spływający z chłodnicy staje się przezroczysty. Po ochłodzeniu sączy się pozostały w kolbie roztwór przez lejek Büchnera w celu oddzielenia smolistych produktów ubocznych. Energicznie mieszając, zakwasza się przesącz stęż. HCl, dodając kwas powoli, porcjami i tak długo, aż przestanie wydzielać się dwutlenek węgla. Po ochłodzeniu odsącza się wydzielony kwas cynamonowy na lejku Büchnera, przemywa zimną wodą i krystalizuje z wody z dodatkiem węgla aktywowanego. Otrzymuje się 9 g kwasu cynamonowego w postaci bezbarwnych płatków o temperaturze topnienia 133°C.

Kwas dibromobursztynowy***Odczynniki:***

kwas fumarowy – 5,8 g

brom – 2,6 ml

W kolbie kulistej o pojemności 100 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę Dimrotha i wkraplacz z boczną rurką do wyrównania ciśnienia, sporządza się zawiesinę 5,8 g drobno rozartego kwasu fumarowego w 15 ml wody. Zawiesinę ogrzewa się na siatce ceramicznej do energicznego wrzenia i wkrapla z przerwami 2,6 ml bromu w taki sposób, aby pary bromu nie ulatniały się z chłodnicy. Po każdej przerwie kolejne krople bromu dodaje się dopiero wówczas, gdy z chłodnicy przestają wyciekać krople bromu. Podczas tego procesu, trwającego około 1,5 godziny, kwas fumarowy powoli się rozpuszcza, zaś pod koniec reakcji zaczyna wydzielać się produkt addycji. Po wkropleniu bromu gotuje się mieszaninę reakcyjną jeszcze przez 10 minut, po czym ochładza ją do 0°C. Wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa lodowatą wodą. Surowy produkt krystalizuje się z wody, otrzymując kwas dibromobursztynowy w postaci bezbarwnych kryształów o temperaturze topnienia 254-256°C (rozkł.); wydajność około 8 g (60% wyd. teoret.).

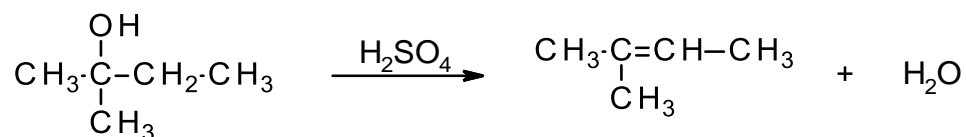
Kwas *p*-nitrobenzoesowy**Odczynniki:**

<i>p</i> -nitrotoluen – 4,5 g	H ₂ SO ₄ 5% roztwór – 20 ml
Na ₂ Cr ₂ O ₇ • 2H ₂ O – 13,5 g	NaOH 5% roztwór – 40 ml
H ₂ SO ₄ stęż. – 19 ml	węgiel aktywowany
H ₂ SO ₄ 15% roztwór – 44 ml	alkohol etylowy do krystalizacji

W kolbie kulistej o pojemności 100 cm³ umieszcza się 4,5 g *p*-nitrotoluenu, 13,5 g Na₂Cr₂O₇ • 2H₂O i 30 ml wody. Silnie wstrząsając zawartość kolby, wkrapla się wolne 19 ml stęż. H₂SO₄. Ciepło rozcieńczenia kwasu powoduje stopienie się *p*-nitrotoluenu (t.t. 51°C) i zaczyna się proces utleniania. Jeżeli reakcja przebiega zbyt gwałtownie, należy zmniejszyć szybkość dolewania kwasu, jeżeli zbyt wolno, podgrzewa się łagodnie zawartość kolby. Po dodaniu H₂SO₄, zaopatruje się kolbę w chłodnicę i gotuje 1 godzinę na siatce ceramicznej (1). Mieszaninę poreakcyjną chłodzi się i wylewa do zlewki, zawierającej 50 ml zimnej wody. Wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera, przenosi ponownie do zlewki, dodaje 20 ml 5% H₂SO₄ (1 ml stęż. H₂SO₄ w 35 ml wody) i ogrzewa na łaźni wodnej, mieszając, w celu rozpuszczenia soli chromu. Następnie studzi się, ponownie sączy przez lejek Büchnera i przemywa osad dwukrotnie 15 ml wody. Osad przenosi się z kolei do zlewki z 40 ml 5% NaOH i miesza bagietką (2). Kwas *p*-nitrobenzoesowy tworzy sól sodową i rozpuszcza się, a w zawieszynie pozostaje niezmieniony *p*-nitrotoluen oraz wodorotlenek chromu. Do mieszaniny tej dodaje się węgla aktywowanego i mieszając ogrzewa do 50°C. Po odsączeniu węgla wytrąca się z przesączu wolny kwas dodając, energicznie mieszając, 44 ml 15% roztworu H₂SO₄ (4 ml stęż. H₂SO₄ i 40 ml wody). Wydzielony osad odsącza się, przemywa zimną wodą i krystalizuje z alkoholu etylowego z dodatkiem węgla aktywowanego. Otrzymuje się 3,5 g (64% wyd. teoret.) kwasu *p*-nitrobenzoesowego o temperaturze topnienia 239-240°C.

Uwagi:

1. Jeżeli *p*-nitrotoluen krystalizuje w chłodnicy, zamyka się dopływ wody chłodzącej aż do momentu, gdy ulegnie stopieniu i spłynie do kolby reakcyjnej.
2. Roztwór powinien być alkaliczny (papierek uniwersalny).

2-Metylobut-2-en***Odczynniki:***

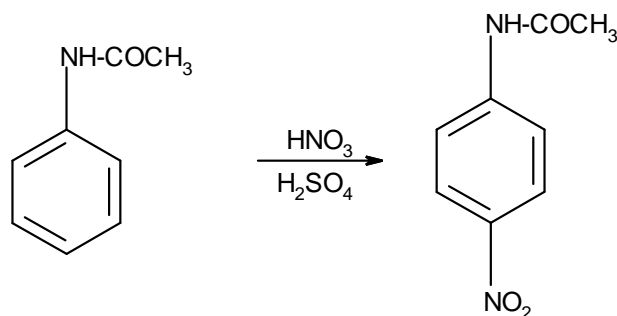
alkohol pentylowy III-rz. – 27,5 ml

H₂SO₄ stęż.- 17 ml

NaOH 10% roztw. – 5 ml

MgSO₄ bezw.

W kolbie kulistej o pojemności 250 cm³ umieszcza się rozcieńczony i oziębiony roztwór H₂SO₄ (17 ml stęż. H₂SO₄ i 32 ml wody) i 27,5 ml alkoholu pentylowego III-rz., po czym poddaje mieszaninę reagującą destylacji frakcyjnej, zbierając frakcję wrzącą do temp. 42°C. Otrzymany destylat przemywa się w rozdzielaczu 5 ml 10% NaOH, następnie 5 ml wody i suszy bezw. MgSO₄. Po odsączeniu środka suszącego oczyszcza się surowy 2-metylo-but-2-en na drodze destylacji, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 37-39°C. Podczas destylacji chłodzi się odbieralnik w wodzie z lodem. 2-Metylobut-2-en jest bezbarwną, łatwo lotną i palną cieczą. Wydajność 10,5 g.

p-Nitroacetanilid**Odczynniki:**

anilid kwasu octowego – 5 g

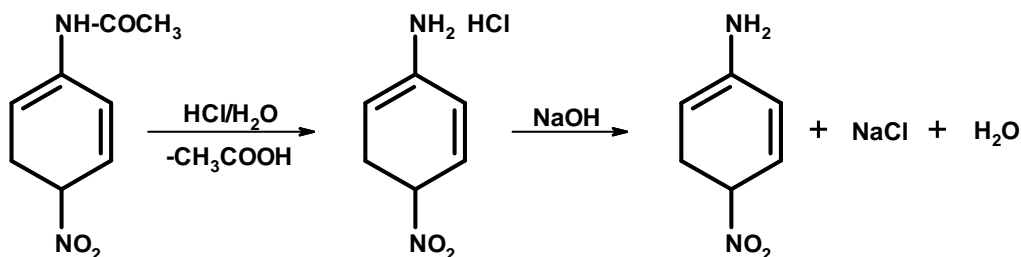
kwas octowy lod. – 5 ml

H₂SO₄ stęż. – 11 ml

HNO₃ – 3,5 ml

alkohol etylowy do krystalizacji

W kolbie kulistej o pojemności 50 cm³ umieszcza się 5 g anilidu kwasu octowego (acetanilidu), 5 ml lodowatego kwasu octowego i ogrzewa na siatce ceramicznej pod chłodnicą zwrotną aż do rozpuszczenia się substratu. Uzyskany roztwór chłodzi się i wlewa w momencie pojawienia się pierwszych kryształów powoli do zlewki, zawierającej 11 ml stęż. H₂SO₄, utrzymując temperaturę 30°C. Następnie chłodzi się w lodzie do temperatury poniżej 5°C i powoli wkrapla, mieszając, 3,5 ml stęż. HNO₃, utrzymując temperaturę w granicach 15-20°C. Po dodaniu całej ilości HNO₃ miesza się jeszcze przez 30 minut, po czym wlewa do 63,5 ml wody z lodem. Wydzielony jasnożółty, drobnokryształiczny osad odsącza się na lejku Büchnera, przemywa dokładnie wodą do odczynu obojętnego (papierek Kongo) i suszy na powietrzu. Po krystalizacji z alkoholu etylowego otrzymuje się p-nitroacetanilid w postaci bezbarwnych kryształów o temperaturze topnienia 212-214°C; wydajność około 8 g (60% wyd. teoret.).

p-Nitroanilina**Odczynniki:**

p-Nitroacetanilid – 4 g

HCl rozc. (1:1) – 20 cm³

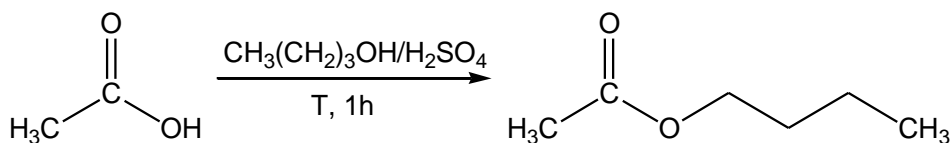
NaOH 30% roztwór

Węgiel aktywowany

W kolbie kulistej o pojemności 50 cm³ umieszcza się 4 g *p*-nitroacetanilidu, dodaje 20 cm³ rozcieńczonego HCl (1:1) i ogrzewa 30 minut do wrzenia pod chłodnicą zwrotną (1). Uzyskany czerwony roztwór wlewa się, mieszając, do 100 cm³ zimnej wody i alkalizuje 30% roztworem NaOH (papierek lakmusowy). Po oziębieniu odsącza się wydzielony osad na lejku Büchnera, przemywa wodą, odciska i oczyszcza przez krystalizację z wody z dodatkiem węgla aktywowanego (2). Otrzymuje się około 3 g *p*-nitroaniliny w postaci żółtopomarańczowych igieł o temperaturze topnienia 145-147°C.

Uwagi:

- Po tym czasie próbka rozcieńczona 10-krotną objętością wody winna tworzyć przezroczysty roztwór.
- Dla zwiększenia rozpuszczalności *p*-nitroaniliny w wodzie można dodać podczas krystalizacji niewielką objętość alkoholu etylowego. Wówczas otrzymuje się jednak niższe wydajności dla *p*-nitroaniliny.

Octan butylu**Odczynniki:**

alkohol n-butyłowy - 11,1 g (13,7 ml)

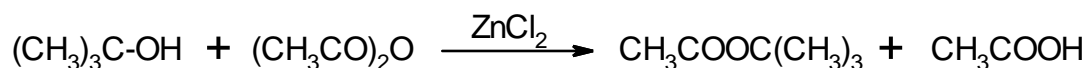
kwas octowy lodowaty - 18,0 g (17,2 ml)

kwas siarkowy (VI) stęż. - 0,6 g (0,3 ml)

wodorowęglan sodu

siarczan (VI) magnezu

W kolbie kulistej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, zakończoną rurką zawierającą bezwodny chlorek wapnia umieszcza się kolejno 11,1 g (13,7 ml) alkoholu n-butyłowego, 18,0 g (17,2 ml) lodowatego kwasu octowego oraz 0,6 g (0,3 ml) 98% kwasu siarkowego (VI). Kolbę ogrzewa się przez 1 h. Następnie, po ochłodzeniu, mieszaninę przenosi się do rozdzielacza, w którym znajduje się 80 ml wody destylowanej, wytrząsa i oddziela górną warstwę estru. Surowy octan butylu przemywa się kolejno 30 ml wody, 10 ml nasyconego wodnego roztworu wodorowęglanu sodu, a następnie znowu 20 ml wody. Po wysuszeniu nad bezwodnym siarczanem (VI) magnezu i przefiltrowaniu, ester poddaje się destylacji prostej zbierając frakcję wrzącą w zakresie temperatur 125-128°C. Otrzymuje się 11,0 g (65% wyd. teoret.) octanu butylu w postaci bezbarwnej cieczy o charakterystycznym bananowym zapachu.

Octan *t*-butylu***Odczynniki:***

bezwodnik octowy – 100 ml

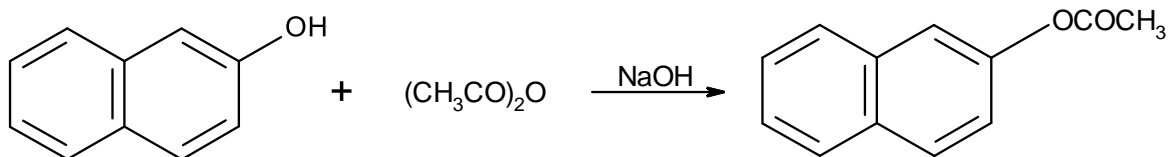
alkohol *t*-butylowy – 100 ml

chlorek cynku bezw. – 0,3 g

węglan potasu bezw. – 10 g

siarczan potasu bezw. – 10 g

Do kolby kulistej o pojemności 500 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną (zabezpieczoną przed dostępem wilgoci), wprowadza się 100 ml świeżo destylowanego bezwodnika octowego, 100 ml bezw. *t*-butanolu i 0,3 g chlorku cynku. Kolbę potrząsa się kilkakrotnie, a następnie mieszaninę reakcyjną ogrzewa stopniowo do temp. wrzenia i utrzymuje ją w stanie łagodnego wrzenia przez 2 godziny i następnie chłodzi. Chłodnicę zwrotną zastępuje się sprawną kolumną destylacyjną i prowadzi destylację do osiągnięcia temp. 110°C. Uzyskuje się 100-125 g surowego produktu, który przemywa się dwiema porcjami wody po 25 ml, a następnie 10% roztworem węglanu potasu, porcjami po 25 ml, aż do uzyskania obojętnego odczyn wobec lakmusu. Ester suszy się bezwodnym siarczanem potasu, sączy, a przesącz destyluje używając sprawnej kolumny destylacyjnej. Otrzymuje się 70 g estru (56% wyd. teoret.), temperatura wrzenia 96-98°C.

Octan 2-naftyłu***Odczynniki:***

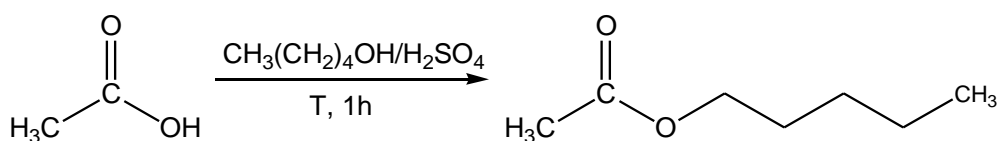
2-naftol – 1,1 g

wodorotlenek sodu – 0,6 g w 10 ml wody

bezwodnik octowy – 1,2 ml

alkohol etylowy

W kolbie okrągłodennej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną rozpuszcza się sproszkowany 2-naftol w przygotowanym wcześniej roztworze wodorotlenku sodu, dodaje 30 g potłuczonego lodu oraz 1,2 ml bezwodnika octowego. Zawartość kolby miesza się na mieszadle magnetycznym przez ok. 10 minut. Octan 2-naftyłu wypada w postaci bezbarwnych kryształów. Odsącza się je pod zmniejszonym ciśnieniem, odciska, suszy na powietrzu i krystalizuje z mieszaniny etanol-woda (2:1). Jeżeli substancja nie rozpuszcza się całkowicie we wrzącym rozpuszczalniku (widoczne są oleiste krople), to należy dodać przez chłodnicę niewielką ilość etanolu. Wydajność czystego produktu o temperaturze topnienia 71°C wynosi 1,3 g (92% wyd. teoret.).

Octan n-pentylu (amylu)**Odczynniki:**

alkohol n-pentylowy - 13,2 g (16,3 ml)

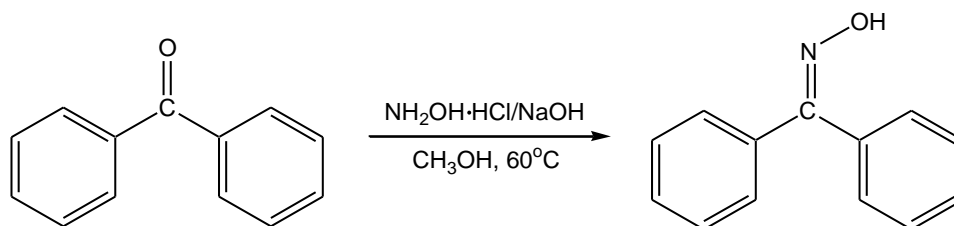
kwas octowy lodowaty - 18,0 g (17,2 ml)

kwas siarkowy (VI) stęż. - 0,6 g (0,3 ml)

wodorowęglan sodu

siarczan (VI) magnezu

W kolbie kulistej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, zakończoną rurką zawierającą bezwodny chlorek wapnia umieszcza się kolejno 13,2 g (16,3 ml) alkoholu n-pentylowego, 18,0 g (17,2 ml) lodowatego kwasu octowego oraz 0,6 g (0,3 ml) 98% kwasu siarkowego (VI). Kolbę ogrzewa się przez 1 h. Następnie, po ochłodzeniu, mieszaninę przenosi się do rozdzielacza, w którym znajduje się 80 ml wody destylowanej, wytrząsa i oddziela górną warstwę estru. Surowy octan n-pentylu przemycza się kolejno 30 ml wody, 10 ml nasyconego wodnego roztworu wodorowęglanu sodu, a następnie znowu 20 ml wody. Po wysuszeniu nad bezwodnym siarczanem (VI) magnezu i przefiltrowaniu, ester poddaje się destylacji prostej zbierając frakcję wrzącą w zakresie temperatur 142-149°C. Otrzymuje się 12,0 g (65% wyd. teoret.) octanu n-pentylu w postaci bezbarwnej cieczy o charakterystycznym jabłkowym zapachu.

Oksym benzofenonu***Odczynniki:***

benzofenon - 2,7 g

hydroksyloaminy chlorowodorek - 1,4 g

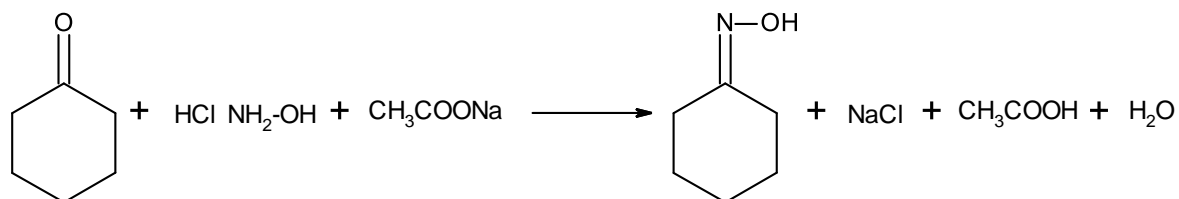
wodorotlenek sodu - 1,0 g

etanol -10 ml

W kolbie kulistej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne, umieszcza się 2,7 g benzofenonu oraz 10 ml etanolu. Po zamieszaniu i rozpuszczeniu benzofenonu dodaje się 1,4 g chlorowodoru hydroksyloaminy i 1 ml wody. Przy intensywnym mieszaniu dodaje się małymi porcjami 1,0 g wodorotlenku sodu. Po zakończeniu dodawania wodorotlenku sodu kolbę z mieszaniną reakcyjną umieszcza się pod chłodnicą zwrotną i ogrzewa w temperaturze wrzenia w łaźni wodnej przez 1,5 godziny (temperatura łaźni 90°C). Po tym czasie ciepłą mieszaninę reakcyjną wylewa się do zlewki zawierającej mieszaninę 50 ml wody i 1 ml stężonego kwasu solnego. Strącony osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem i przemywa trzykrotnie niewielką ilością zimnej wody (po ok. 15 ml).

Otrzymuje się 2,98 g produktu o temperaturze topnienia 143,3-143,8 °C.

Surowy produkt krystalizuje się z metanolu (2,7 ml metanolu na 1 g surowego produktu reakcji) uzyskując 2,5g (83% wyd. teoret.) produktu w postaci niewielkich igieł.

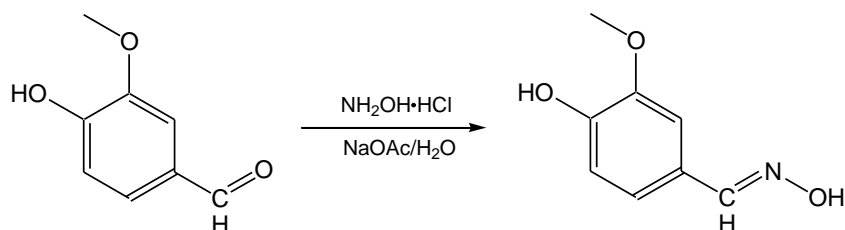
Oksym cykloheksanonu**Odczynniki:**

cykloheksanon – 10,3 ml

NH₂-OH • HCl– 10,4 gCH₃COONa • 3H₂O – 16,3 g

alkohol metylowy do krystalizacji

W kolbie stożkowej z szeroką szyją o pojemności 200 cm³, zaopatrzonej w mieszadło elektryczne, rozpuszcza się 10,4 g chlorowodoru hydroksyloaminy i 16,3 g trójwodnego octanu sodu w 60 ml wody. Kolbę zanurza się w łaźni wodnej o temperaturze ok. 90°C i z chwilą gdy temperatura zawartości kolby osiągnie 80°C, wkrapla się powoli mieszając 10,3 ml cykloheksanonu. Mieszanie kontynuuje się w tej samej temperaturze przez 30 minut, po czym ochładza się mieszaninę poreakcyjną do temperatury 0°C (lód/NaCl) i odsącza wydzielony produkt reakcji. Surowy oksym krystalizuje się z jak najmniejszej objętości 50% alkoholu metylowego, otrzymując bezbarwne pręciki o temperaturze topnienia 90-92°C; wydajność: około 5 g (41% wyd. teoret.).

Oksym waniliny***Odczynniki:***

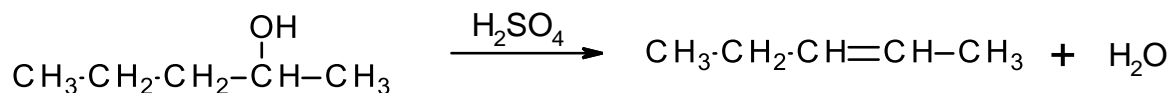
octan sodu bezw. – 2,1 g

wanilina – 1,96 g

chlorowodorek hydroksyloaminy – 1 g

metanol

W kolbie kulistej o pojemności 50 ml umieszcza się 2,1 g octanu sodu, 1,96 g waniliny i 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, po czym dolewa 18 ml wody. Zawartość kolby ogrzewa się na czaszy z funkcją mieszania przez 20 minut pod chłodnicą zwrotną. Uzyskany roztwór schłodzić w temperaturze pokojowej, a następnie umieścić w lodówce na ok. 20 minut w celu krystalizacji. Wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera. Surowy produkt krystalizuje się z metanolu. Otrzymuje się oksym waniliny o temperaturze topnienia 118-122°C.

Pent-2-en**Odczynniki:**

alkohol pentyłowy II-rz. – 27,5 ml

H₂SO₄ rozc. (1:1) – 35 ml

NaOH 10% roztw. – 5 ml

MgSO₄ bezw.

W kolbie kulistej o pojemności 250 cm³ przygotowuje się 35 ml rozcieńczonego H₂SO₄ (1:1), chłodzi i dodaje 27,5 ml alkoholu pentyłowego II-rz. Tak otrzymaną mieszaninę reakcyjną poddaje się destylacji w aparaturze zaopatrzonej w deflegmator. Kolbę ogrzewa się na łaźni wodnej i zbiera frakcję wrzącą do 40°C, chłodząc odbieralnik w wodzie z lodem. Otrzymany destylat przemywa się w rozdzielaczu 5 ml 10% roztworu NaOH, następnie 5 ml wody i suszy bezw. MgSO₄. Po odsączeniu środka suszącego, oczyszcza się surowy pent-2-en na drodze destylacji, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 35-37°C. Odbieralnik chłodzi się w wodzie z lodem. Otrzymuje się 9 g pent-2-enu w postaci bezbarwnej, łatwo lotnej i palnej cieczy.

