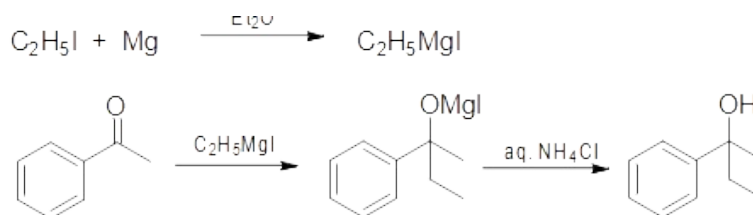


I.5.

Synteza 2-fenylbutan-2-olu (zapach lipowo-kwiatowy)



Odczynniki

Jodek etylu	7,8 g
Magnez wiórki	1,25 g
Eter dietylowy	45 cm ³
Acetofenon	3 g
Chlorek amonu	20 cm ³
Tiosiarczan sodu (10%)	20 cm ³

Aparatura

Kolba dwuszyjna o poj. 100 cm ³
Mieszadło magnetyczne
Chłodnica zwrotna
Wkraplacz

Wykonanie

W dwuszyjnej kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³ zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne i chłodnicę zwrotną umieszczono 1,25 g magnezu (**UWAGA 1**) i 10 cm³ eteru dietylowego. Z wkraplacza dodano 0,5 cm³ czystego jodku etylu, a po rozpoczęciu reakcji wkroplono pozostały jodek etylu rozpuszczony w 25 cm³ eteru dietylowego z taką szybkością, aby utrzymywać łagodne wrzenie eteru. Mieszaninę ogrzewano we wrzeniu przez 15 min.

Po całkowitym przereagowaniu magnezu do kolby wkroplono powoli 3 g acetofenonu w 10 cm³ suchego eteru dietylowego. Roztwór intensywnie mieszano w temperaturze wrzenia przez 1,5 godziny. Mieszaninę reakcyjną schłodzono w łaźni lodowej i wkroplono powoli nasycony roztwór chlorku amonu (**UWAGA 2**).

Całość przelano do rozdzielacza i rozdzielono warstwy. Dolną warstwę ekstrahowano eterem dietylowym (15 cm³). Połączone warstwy organiczne przemyto wodą (20 cm³), dwukrotnie tiosiarczanem sodu (2x10 cm³), ponownie wodą do odczynu obojętnego, osuszono za pomocą bezwodnego siarczanu(VI) magnezu, a eter dietylowy usunięto na wyparce obrotowej.

Produkt oczyszczono za pomocą destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem (**UWAGA 3**) lub cieczonej chromatografii kolumnowej (**UWAGA 4**).

Analizy:

- wydajność reakcji należy policzyć na surowy produkt
- widma spektroskopii IR oraz NMR

UWAGI:

1. W celu oczyszczenia mechanicznego wiórków magnezowych należy przez dodaniem eteru dietylowego pomieszać na mieszadle magnetycznym.

2. W trakcie wkraplania roztworu chlorku amonu wytrąca się trudny do mieszania osad, który rozpuszcza się przy nadmiarze roztworu chlorku amonu
3. Jeśli podczas oddestylowywania eteru roztwór ściemniał, oznacza to, że w kolbie jest nieprzereagowany jod, a to mogłoby zakłócić destylację pod zmniejszonym ciśnieniem. Dodano do kolby tiosiarczanu sodu i intensywnie mieszano przez 2 godziny. Mieszaninę wiano do rozdzielacza, dodano eteru dietylowego. Warstwę górną przemyto wodą do odczynu obojętnego i osuszono za pomocą bezwodnego siarczanu(VI) manganu, a eter dietylowy usunięto na wyparce obrotowej. Surowy produkt poddano destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem (t.wrz. 92 °C/5 mmHg), (lit. t.wrz. 211-212 °C/760 mmHg, 103-104/16 mmHg).
4. Patrz instrukcja rozdziału chromatograficznego

Literatura:

1) Kulesza J., Chemia i technologia związków zapachowych, Wydawnictwo Przemysłu lekkiego i spożywczego, Warszawa 1961, str. 72

Uwaga!

Eter dietylowy jest łatwopalny. Podczas pracy nie używać otwartego ognia.