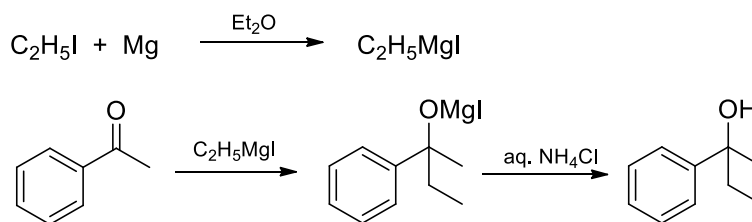


Synteza 2-fenylobutan-2-olu (zapach lipowo-kwiatowy)



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	20 cm ³

Aparatura

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

Wykonanie

W trójszyjnej kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³ zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne i chłodnicę zwrotną umieszczono 10 cm³ eteru dietylowego i 1,25 g wiórków magnezowych. 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. Po całkowitym przereagowaniu magnezu do kolby dodano 3 g acetofenonu w 10 ml eteru dietylowego. Roztwór utrzymywano w temperaturze wrzenia przez godzinę. Mieszaninę reakcyjną schłodzono w łaźni lodowej i wkroplono nasycony roztwór chlorku amonu (uwaga: wytrąca się trudny do mieszania osad, który rozpuszcza się przy nadmiarze roztworu chlorku amonu). Całość przelano do rozdzielacza i rozdzielono warstwy. Dolną warstwę ekstrahowano eterem dietylowym (15 mL). Połączone warstwy eterowe przemyto wodą (20 mL), dwukrotnie tiosiarczanem sodu (2x10 mL), ponownie wodą do odczynu obojętnego, osuszono za pomocą bezwodnego siarczanu(VI) magnezu, a eter dietylowy usunięto na wyparce obrotowej. 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 wlało do rozdzielacza, dodano eteru dietylowego. Warstwę górną przemyto wodą do odczynu obojętnego i osuszono za pomocą bezwodnego siarczanu(VI) magnezu, 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). Otrzymano 1,1 g produktu z wydajnością 39%.

Literatura:

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

Uwaga!

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