Univerzita Pavla Jozefa Šafárika v Košiciach

Prírodovedecká fakulta

**Protokol č.7:** Príprava kyseliny benzilovej.

**Meno:** Slavomír Boňko 2BCHb1

**Dátum cvičenia:** 15.11.2017

**Teória:**

**Benzilový prešmyk**

- východiskovou zlúčeninou tejto reakcie je benzil.

- prebieha pri všetkých aromatických a heterocyklických α-diketónoch.

- pripravíme ním kyselinu benzilovú v alkalickom prostredí.

Hydroxylový anión atakuje uhlík jednej karbonylovej skupiny vicinálneho diketónu a vytvára O-anión. Tento anión sa môže buď rozložiť na pôvodné zložky, alebo odštiepiť arylanión, ktorý môže atakovať susednú karbonylovú skupinu, čím sa prešmyk skončí.

**Mechanizmus prípravy kyseliny benzilovej:**



**Súhrnná reakcia:**



**Pomôcky:**

aparatúry pre: reflux, filtráciu, odsávanie

*aparatúra pre reflux:* varná banka, elektrický varič, vodný kúpeľ(hrniec s vodou), spätný chladič, hadice pre prívod a odvod vody, svorky, lapáky, stojan

*aparatúra pre filtráciu:* stojan, filtračný kruh, svorky, vata, kadička, tyčinka, odmerný valec

*aparatúra pre odsávanie:* Buchnerov lievik, odsávacia banka, kruh filtračného papiera, výveva

špachtľa

**Chemikálie:**

Benzil (C6H5COCOC6H5) – 2 g

Etanol(96%) (CH3CH2OH ) – 5 ml

Vod. roztok hydroxidu sodného (KOH) 2g

Zried. kys. chlorovodíková (1:1) (HCl)

**Vzorec pripravenej látky:**

Kyselina benzilová(C6H5COOHCOHC6H5 = (C6H5)2COOHCOH )



**Postup:**

Najprv si navážime 2g benzilu, ktoré dáme do varnej banky spolu s 5 ml etanolu. Benzil v etanole rozpustíme zahrievaním na vodnom kúpeli. Následne prilejeme cez spätný chladič vodný roztok KOH (2g KOH rozpustené v 2ml vody). Reakčnú zmes budeme zahrievať/ refluxovať na vriacom vodnom kúpeli 30 minút. Hneď po priliatí KOH je možné pozorovať zmenu sfarbenia reakčnej zmesi zo žltej na tmavohnedú až čiernu. Po kratšom čase sa nám vylučujú kryštáliky draselnej soli kyseliny benzilovej. Po uplynutí 30 minút, ochladíme varnú banku pod prúdom tečúcej vody. Vzniknuté kryštály odsajeme na Buchnerovom lieviku. Následne ich rozpustíme v 10 ml horúcej vody. Roztok odfiltrujeme cez filtračnú aparatúru. Na filtračnom papieri nám zostane nezreagovaný benzil a v kadičke zostane číry filtrát. Ten budeme okysľovať pomocou zriedenej kyseliny chlorovodíkovej (1:1) na pH 2-3 (oranžová až červená farba), ktoré kontrolujeme pomocou indikátorového papierika). Vylúčenú kyselinu benzilovú odsajeme a dôkladne premyjeme vodou(aby sme odstránili nežiadúci chlorid draselný). Kyselina benzilová má po vysušení hmotnosť **0,316 g** a výsledná výťažnosť má hodnotu **13,84 %**.

**Výsledky:**

**Výťažnosť kyseliny benzilovej:**

m(C6H5COCOC6H5)= 2g

M(C6H5COCOC6H5)= 210,2 g.mol-1

n(C6H5COCOC6H5)= m(C6H5COCOC6H5) / M (C6H5COCOC6H5)

n(C6H5COCOC6H5)= 2/ 210,2

n(C6H5COCOC6H5)= 0,0095 mol = 0,01 mol

ζ = n / υ

ζ = 0,01 / 1

ζ = 0,01 (pre celú reakciu)

n((C6H5)2COOHCOH)=0,01 mol

m((C6H5)2COOHCOH)= n((C6H5)2COOHCOH ) . M((C6H5)2COOHCOH )

m((C6H5)2COOHCOH)= 0,01 . 228,3

m((C6H5)2COOHCOH)= 2,283 g

Teoreticky získaná hmotnosť = 2,283 g

Experimentálne získaná hmotnosť = 0,316 g

η = V(exp.) / V(teoret.) . 100%

η = 0,316 / 2,283 . 100%

η = 13,84 %

**Záver** :

Pri tomto cvičení sme mali za úlohu vyrobiť kyselinu benzilovú. Počas prípravy tohto produktu sme použili aparatúry na reflux, filtráciu a odsávanie. Do varnej banky sme umiestnili potrebné množstvo reaktantov: benzil, etanol, vodný roztok hydroxidu draselného. Po 30 minút dlhom refluxe sme reakčnú zmes preliali do 10 ml horúcej vody, kde sme ju rozpustili. Následne sme pomocou filtrácie získali filtrát, ktorý sme okyselili potrebným množstvom zriedenej kyseliny chlorovodíkovej na pH(2-3) a potom sme vylúčenú kyselinu benzilovú odsali na Buchnerovom lieviku, kde sme ešte dôkladne premyli produkt vodou. Vzniknutá kyselina benzilová má po vysušení hmotnosť **0,316 g** a výsledná výťažnosť má hodnotu **13,84 %**.

Množstvo vzniknutého roztoku má priamy vplyv na nízku výťažnosť. Dôvodom nízkej výťažnosti môže byť buď nedostatočné prerefluxovanie, alebo vzniknuté straty produktu pri filtrácii, či následnom odsávaní.