

KATALIZA

Ćwiczenie 79

Preparatyka heterogenicznego katalizatora $\text{SiO}_2\text{-NaHSO}_4$ i jego wykorzystanie w reakcji indolu z wybranymi pochodnymi aldehydu benzoowego

Celem ćwiczenia jest preparatyka i charakterystyka heterogenicznego katalizatora $\text{SiO}_2\text{-NaHSO}_4$ oraz jego zastosowanie w reakcji kondensacji pomiędzy indolem i wybranymi pochodnymi aldehydu benzoowego.

Sprzęt:

- Kolbka okrągłodenna o poj. 50-100 ml – 2 szt.,
- Zlewka o poj. 5, 25 ml – po 2 szt.,
- Buteleczka o poj. 5-10 ml – 1 szt.
- Buteleczki chromatograficzne o poj. 2 ml – 3 szt.,
- Pipeta miarowe o poj. 1 ml – 3 szt.,
- Pipeta miarowe o poj. 5, 10 ml – po 2 szt.,
- Pipeta miarowe o poj. 25 ml – 1 szt.,
- Rozdzielacz o poj. 50 ml – 1 szt.
- Kolbki stożkowe o poj. 50 ml: bez szlifem – 3 szt., ze szlifem 1 szt. + korki szklane
- Biureta o poj. 10 ml,
- Mikroszpatułka – 1 szt..

Odczynniki:

- Żel krzemionkowy (70-230 mesh) – 1,5 g,
- Kwas siarkowy(VI) stęż. – 0,51 g
- Wodorotlenek sodu 4N – 1,25 ml,
- Woda – 8 ml,
- Indol – 1 mmol,
- Pochodna aldehydu benzoowego – 1 mmol
- Mianowany 0,01 M roztwór n-BuNH₂ w toluenie,
- 0,01 M roztwór HCl,
- Roztwór fenoloftaleiny.

Wykonanie ćwiczenia:

Preparatyka $\text{SiO}_2\text{-NaHSO}_4$

Do zważonej kolbki kulistej o poj. 50 ml odważyć 5 mmol H_2SO_4 (0,51 g 96%), a następnie dodać 8 ml wody (Uwaga 1). Wprowadzić do kolby magnetyczny element mieszający

i umieścić kolbę na mieszadle magnetycznym. Do roztworu kwasu, przy ciągłym mieszaniu wprowadzić 50 mmol 4N NaOH (1,25 ml). Następnie do tak otrzymanego roztworu NaHSO₄ wprowadzić stopniowo 1,5 g żelu krzemionkowego, w czasie ok. 15 min. Zawartość kolby mieszać przez dodatkowe 45 min w temperaturze otoczenia. Po tym czasie usunąć wodę na wyparce próżniowej (Uwaga 2), po czym otrzymany katalizator suszyć do stałej masy w temperaturze 120°C.

Uwagi:

- 1. Proces jest silnie egzotermiczny. Wodę należy dodać w jednej porcji i energicznie wymieszać zawartość kolby. W razie potrzeby kolbę schłodzić.*
- 2. Przed umieszczeniem kolby na wyparce należy usunąć z kolby magnetyczny element mieszający przy pomocy magnesu.*

Test katalityczny

Do buteleczki o pojemności 10 ml, zaopatrzonej w mieszadełko magnetyczne odważyć 12-15 mg otrzymanego katalizatora. W dwóch osobnych buteleczkach odważyć odpowiednio 1 mmol indolu i 0,5 mmol odpowiedniej pochodnej aldehydu benzoowego (podaje prowadzący ćwiczenie). Aldehyd i indol przesypać do buteleczki z katalizatorem i umieścić na mieszadle magnetycznym. Po 10 minutach sprawdzić postęp reakcji wykonując płytkę TLC (octan etylu:heksan (1:3 v:v)). Po zakończeniu reakcji do mieszaniny reakcyjnej dodać ok. 10 ml wody i całość przenieść do kolbki stożkowej o poj. 50-100 ml. Powstały produkt ekstrahować 2 porcjami po 30 ml chlorku metylenu. Warstwę organiczną suszyć nad bezwodnym MgSO₄, a następnie usunąć rozpuszczalnik na wyparce próżniowej. Powstały surowy produkt zważyć i oznaczyć jego temp. topnienia.

Oznaczenie stężenia centrów kwasowych w SiO₂-NaHSO₄ i SiO₂ metodą miareczkową

Do kolbek stożkowych ze szlifem o poj. 50 ml odważyć 30-50 mg otrzymanego katalizatora i żelu krzemionkowego, dodać 36 ml mianowanego roztworu n-BuNH₂ w toluenie, zatkać korkiem i łagodnie wymieszać. Tak przygotowane próbki zostawić do następnych zajęć.

Do 3 kolbek stożkowych bez szlifu pobrać po 5 ml roztworu z katalizatora, dodać 10 ml wody oraz kilka kropel fenoloftaleiny. Miareczkować 0,01 M roztworem HCl do zaniku różowego zabarwienia. Obliczyć liczbę grup funkcyjnych w przeliczeniu na 1 g katalizatora. Policzyć %-mol. katalizatora użytego do reakcji.

Opracowanie sprawozdania:

Sprawozdanie powinno zawierać krótki wstęp literaturowy (1 strona tekstu, czcionka 12, odstęp 1,5, tekst wyjustowany) z zakresu wykorzystania kwasowych katalizatorów heterogenicznych, sprecyzowany cel ćwiczenia (z odpowiednimi reakcjami wykonanymi w edytorze wzorów chemicznych) oraz zwięzły opis wykonanych eksperymentów, a także podsumowanie otrzymanych wyników (syntez i analiz) poparte odpowiednimi obliczeniami oraz wnioski. Przy opracowaniu wstępu literaturowego należy wykorzystać minimum dwie publikacje naukowe o zasięgu międzynarodowym opublikowane w ostatnich 10 latach. Wykorzystane do opracowania wstępu literaturowego publikacje powinny zostać zacytowane w odpowiednim miejscu wprowadzenia oraz w prawidłowy sposób zestawione na końcu sprawozdania.

Zagadnienia do kolokwium:

- Podstawowe zagadnienia z zakresu katalizy heterogenicznej.
- Rodzaje centrów aktywnych w katalizatorach heterogenicznych. Metody badania centrów kwasowych na powierzchni.
- Żyvice jonowymienne – synteza, właściwości i zastosowanie (typy grup funkcyjnych, nośniki, morfologia).
- Kataliza kwasami na przykładach, w tym procesów przemysłowych.