

2,4,6-TRIBROMOANILINY

3. Odczynniki: anilina, lodowaty kwas octowy, brom, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję należy wykonać pod dygestorium! Praca z bromem wymaga szczególnej ostrożności!

Kolbę trójszyjną o poj. 50 cm³, umieszcza się w łaźni lodowo-wodnej ustawionej na mieszadle magnetycznym. Do kolby wlewa się roztwór 2,4 cm³ (2,5 g; 28 mmoli) aniliny w 10 cm³ lodowatego kwasu octowego. Do ochłodzonego roztworu aniliny w lodowatym kwasie octowym wkrapla się roztwór 2,8 cm³ (8,6 g; 54 mmoli) bromu w 6 cm³ lodowatego kwasu octowego intensywnie mieszając. Reakcja jest silnie egzotermiczna. Surowa mieszanina poreakcyjna powinna być zabarwiona na żółto (w razie potrzeby dodaje się dodatkową ilość bromu).

Mieszaninę wylewa się do 50 cm³ wody z drobno potłuczonym lodem, osad sączy pod zmniejszonym, ciśnieniem, przemywa wodą i suszy. Otrzymuje się produkt o temp. topnienia 119-120°C. Po krystalizacji z etanolu uzyskuje się czystą 2,4,6-tribromoanilinę o temp. topnienia 120°C w ilości 5,6 g, co stanowi 63% wyd. teoret.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 576.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO₂ należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chlorkiem metylenu (CH₂Cl₂). Płytkę należy rozwijać do wysokości 0,5 cm od jej górnej krawędzi. Moką płytkę przenosi się pod dygestorium w celu odparowania rozpuszczalnika. Otrzymany chromatogram ogląda się w świetle lampy UV przy długości fal 254 i 365 nm. Określa się barwy plamek chromatogramu i mierzy wartości współczynnika R_f, jako stosunek drogi przebytej przez plamki związków do drogi przebytej przez czoło rozpuszczalnika.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

5. Utylizacja odpadów:

Zlewki poreakcyjne wodne i przesącz po krystalizacji należy wylać do pojemnika na zlewki organiczne zawierające chlorowce.

C. Sporządzenie raportu

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie pisemnej po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

D. Ocena ćwiczenia

Aby zaliczyć ćwiczenie, trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.