

3. Odczynniki: fenol, brom, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

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

W kolbie stożkowej o pojemności 25 cm³ rozpuszcza się 2 g (20 mmoli) fenolu w 20 cm³ wody i powoli dodaje z wkraplacza 3,6 cm³ (10,8 g; 68 mmole) bromu [I], jednocześnie wstrząsając i chłodząc kolbę wodą. Po wkropleniu bromu mieszaninę ogrzewa się przez 15 minut w łaźni wodnej o temperaturze 60°C, co pewien czas mieszając. Po ochłodzeniu, wytrącony osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa niewielką ilością wody i suszy.

Surowy produkt należy przekrystalizować z etanolu. Po rozpuszczeniu osadu w etanolu do gorącego roztworu dodaje się wodę, aż do momentu trwałego zmętnienia. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej, kolbę z krystalizowanym preparatem chłodzi się w łaźni wodno-lodowej. Otrzymuje się 6,0 g czystego 2,4,6-tribromofenolu o temp. topnienia 94-95°C, co stanowi 86% wyd. teoret.

Uwagi:

[I] Wkrapłacz należy zamontować tak, aby jego nóżka znajdowała się w kolbie.

Piśmiennictwo: Z. Jerzmanowska: Preparatyka organicznych związków chemicznych. PZWL, Warszawa 1972, s. 224.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą Al₂O₃ należy nałożyć punktowo, przy użyciu kapilek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chloroformem (CHCl₃). 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%.

6. Utylizacja odpadów:

Zlewki poreakcyjne 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.