

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA 3-BROMOPROP-1-ENU (BROMKU ALLILU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 3-bromoprop-1-enu z prop-2-en-1-olu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez destylację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z następującymi zagadnieniami:

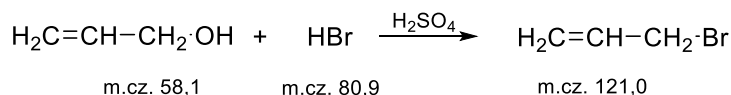
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja substytucji nukleofilowej (S_N1 , S_N2),
2. techniki laboratoryjne: destylacja, ekstrakcja, sączenie grawitacyjne, suszenie,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, w szczególności z pracą ze stężonymi kwasami.

Kwas bromowodorowy i kwas siarkowy: substancje żrące, powodują poważne oparzenia. W razie kontaktu ze skórą należy przepłukać dużą ilością wody.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o poj. 100 cm³, kolba stożkowa o poj 25 cm³, rozdzielacz, zestaw do destylacji prostej.

3. Odczynniki: 48% kwas bromowodorowy ($d=1,49 \text{ g/cm}^3$), stężony (95%) kwas siarkowy (VI), prop-2-en-1-ol, bezwodny chlorek wapnia

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Do kolby kulistej o pojemności 100 cm³ umieszczonej w łaźni wodno-lodowej wlewa się 26 cm³ (38,7 g; 0,48 mol) 48% kwasu bromowodorowego i ostrożnie, kroplami dodaje się 10 cm³ stężonego kwasu siarkowego (VI). Do ochłodzonej mieszaniny dodaje się 8,5 cm³ (7,3 g; 0,13 mol) prop-2-en-1-olu. Kolbę zaopatruje się w chłodnicę zwrotną i ogrzewa we wrzącej łaźni wodnej przez 30 min. Podczas ogrzewania roztwór zaczyna mętnieć i zmienia kolor na żółto-brązowy. Do rozdzielacza o pojemności 100 cm³ zawierającego 20 cm³ wody przelewa się ochłodzoną mieszaninę reakcyjną i ostrożnie wytrząsa. Po rozdzieleniu faz, warstwę dolną organiczną zlewa się do kolbki a górną (wodną) odrzuca. Warstwę organiczną wlewa się do rozdzielacza. Do warstwy organicznej dodaje się 10 cm³ 5% wodnego roztworu wodorowęglanu sodu i ostrożnie wytrząsa. Czynność powtarza się dodając do warstwy organicznej 10 cm³ wody. Surowy bromek allilu przelewa się do kolby stożkowej o pojemności 25 cm³ i suszy bezwodnym chlorkiem wapnia. Po odsączeniu środka suszącego surowy produkt

destyluje się zbierając frakcję właściwą w temperaturze 69-70°C. Otrzymuje się 7,6 g produktu (wyd. 50%).

Piśmiennictwo: Skrypt pod red. T. Kiersznickiego, Preparatyka organiczna część II, Politechnika Śląska, Gliwice 1980, s.70

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

5. Utylizacja odpadów:

Warstwę dolną oraz roztwory wodne po przemywaniu warstwy organicznej zawierające nieprzereagowane kwasy oraz alkohol należy przelać do kwaśnych zlewek wodno-organicznych.

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.