

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA 2-CHLORO-2-METYLOPROPANU (CHLORKU *t*-BUTYLU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy chlorku *t*-butylu z 2-metylopropan-2-olu (*t*-butanolu),
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez destylację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z następującymi zagadnieniami:

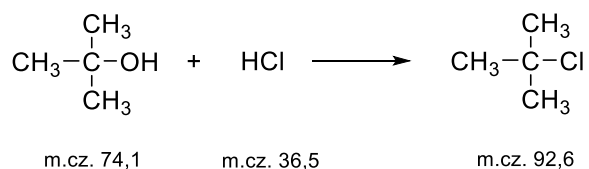
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja substytucji nukleofilowej (S_N1, S_N2),
2. techniki laboratoryjne: destylacja, ekstrakcja, sączenie grawitacyjne, suszenie,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, w szczególności praca ze stężonym kwasem solnym.

Kwas solny: substancja żrąca, powodująca 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: rozdzielacz o poj. 100 cm³, kolby stożkowe, zestaw do destylacji prostej.

3. Odczynniki: 2-metylopropan-2-ol, stężony (36%) kwas solny (d=1,18 g/cm³), 5% roztwór wodorowęglanu sodu, bezwodny chlorek wapnia.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

W rozdzielaczu o poj. 100 cm³ umieszcza się 8,0 cm³ (6,3 g; 0,085 mola) 2-metylopropan-2-olu i 20 cm³ (23,6 g; 0,647 mola) stężonego kwasu solnego. Zawartość rozdzielacza wytrząsa się energicznie i pozostawia na kilka minut. Czynność tę powtarza się kilkakrotnie w ciągu 15 minut. Po każdym wytrząsaniu należy na chwilę ostrożnie otworzyć kranik rozdzielacza.

Następnie oddziela się dolną warstwę, a do rozdzielacza dodaje się 5 cm³ (5,9 g; 0,162 mola) stężonego kwasu solnego, kilkakrotnie wytrząsa i pozostawia do rozwarstwienia. Po każdym wytrząsaniu należy na chwilę ostrożnie otworzyć kranik rozdzielacza.

Warstwę dolną oddziela się, a górną warstwę organiczną przemywa wytrząsając z 5 cm³ wody. Po rozdzieleniu, warstwę wodną (dolną) odrzuca się.

Pozostałą w rozdzielaczu warstwę organiczną przemywa się 5 cm³ 5% roztworu wodorowęglanu sodu.

Warstwę organiczną oddziela się, przenosi do kolbki stożkowej a następnie suszy bezwodnym chlorkiem wapnia. Surowy chlorek *t*-butylu sączy się do kolbki destylacyjnej i destyluje się, zbierając frakcję właściwą wrzącą w temperaturze 49-51 °C. Wydajność 7,3 g (92% wyd. teoret.).

Piśmiennictwo: A. Roeding w Houben-Weyl: Methoden der Organischen Chemie. IV Ed., Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1960, t. 5/4, s.382

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 nieprzereagowany kwas oraz alkohol należy przelać do pojemnika na roztwory wodno-organiczne kwaśne. Przedgon i pogon po destylacji należy przelać do pojemnika na zlewki organiczne zawierające chlorowiec.

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.