

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA 2-CHLORO-2-METYLOBUTANU (CHLORKU *t*-PENTYLU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 2-chloro-2-metylobutanu z 2-metylobutan-2-olu (*t*-pentanolu, alkoholu *t*-amyłowego),
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez destylację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

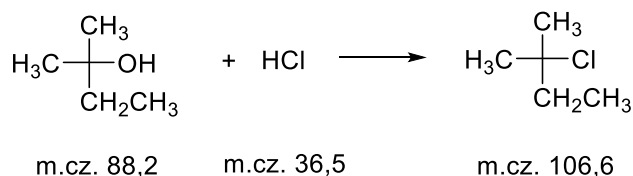
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja substytucji nukleofilowej (S_N1 , S_N2),
2. techniki laboratoryjne: destylacja, ekstrakcja, sączenie grawitacyjne, suszenie,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, w szczególności praca ze stężonym kwasem solnym.

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 pojemności 100 cm³, trzy kolby stożkowe o pojemności 100 cm³, zestaw do destylacji prostej.

3. Odczynniki: 2-metylobutan-2-ol, stężony 36% kwas solny, 5% roztwór wodorowęglanu sodu, bezwodny chlorek wapnia.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

W rozdzielaczu o pojemności 100 cm³ umieszcza się 9,2 cm³ (7,4 g; 0,084 mola) 2-metylobutan-2-olu i 27 cm³ (31,9 g; 0,873 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 otworzyć kurek 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.

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.

Po odsączeniu od środka suszącego produkt destyluje się, zbierając frakcję właściwą w temperaturze 83-85 °C. Wydajność 7,5 g (84% wyd. teoret.).

Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 324.

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 zneutralizować 5% wodorotlenkiem sodu, a następnie przelać do pojemnika na wodne roztwory. 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.