

Instrukcja do ćwiczenia nr 1

SYNTEZA 2,4,6-TRIBROMOFENOLU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 2,4,6-tribromofenolu z fenolu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację z etanolu.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje elektrofilowej substytucji aromatycznej, struktury mezomeryczne,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z bromem i fenolem.

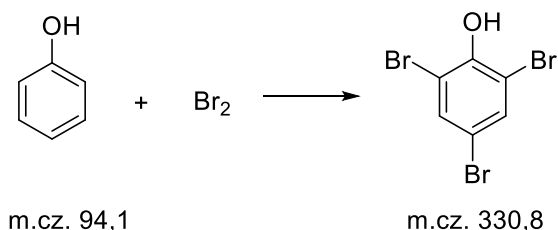
Brom jest substancją szczególnie niebezpieczną. Powoduje zatrucia i silne, trudno gojące się oparzenia. W razie wylania na skórę należy natychmiast miejsce obłania zmyć etanolem i dużą ilością wody z mydłem. Podczas pracy z bromem trzeba bezwzględnie chronić ręce gumowymi rękawicami. Równocześnie wskazane jest przed rozpoczęciem bromowania sporządzenie roztworu tiosiarczanu sodowego lub wodorosiarczynu sodu. Roztwór ten przydatny jest do przemycia miejsc poparzonych i usunięcia resztek bromu z aparatury.

Fenol wykazuje działanie toksyczne i żrące. Działa szkodliwie w postaci par i jest łatwo wchłaniany przez skórę, powoduje trudno gojące się oparzenia. W razie zetknięcia się fenolu ze skórą trzeba to miejsce obficie zmyć wodą z mydłem i etanolem.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolby stożkowe o poj. 50 cm³, wkraplacz z przelewem, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

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 poj. 50 cm^3 rozpuszcza się 2 g ($0,021\text{ mola}$) fenolu w 20 cm^3 wody i powoli dodaje z wkraplacza $3,5\text{ cm}^3$ ($10,8\text{ g}$; $0,067\text{ mola}$) 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 na lejku sitowym, przemywa niewielką ilością wody i suszy.

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

Uwagi:

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

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

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 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.