

Instrukcja do ćwiczenia nr 3

SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)

1,3-DIFENYLOTRIAZENU(DIAZOAMINOBEENZENU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 1,3-difenylotriazenu z aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje diazowania, struktury mezomeryczne
2. techniki laboratoryjne: praca w skali półmikro, krystalizacja, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, chromatografia cienkowarstwowa.
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności praca z stężonym kwasem solnym i aniliną.

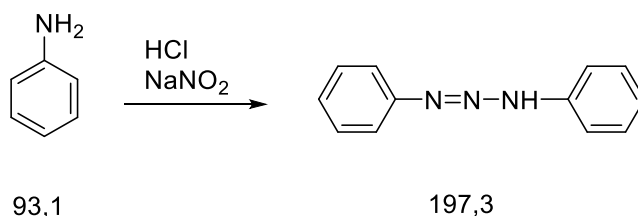
Kwas solny jest substancją żrącą i powoduje poważne poparzenia. W razie kontaktu ze skórą należy przemyć dużą ilością wody.

Anilina działa toksycznie na drogi oddechowe, w kontakcie ze skórą i po połknięciu.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: Kolba kulista o poj. 30 cm³, kolba stożkowa o poj. 50 cm³, termometr, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: anilina, stężony kwas solny, azotan (III) sodu, krystaliczny octan sodu, n-heksan.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

W kolbie stożkowej o pojemności 50 cm³ umieszcza się 7,5 cm³ wody, 2 cm³ (2,36 g, 236 mmoli) stężonego kwasu solnego i 1,37 cm³ (1,4 g, 150 mmoli) aniliny. Kolbę zamyka się korkiem, wstrząsa energicznie i dodaje 5,0 g potłuczonego lodu. Następnie w ciągu 5-10 minut (podczas ciągłego wstrząsania) dodaje się roztwór 0,52 g (75 mmoli) azotanu (III) sodu w 1,2 cm³ wody. Mieszaninę reakcyjną pozostawia się na 15 minut, dość często wstrząsając, po czym w ciągu 5 minut dodaje się roztwór 2,1 g octanu sodu w 4,0 cm³ wody. Natychmiast zaczyna wypadać żółty osad 1,3-difenylotriazenu. Mieszaninę reakcyjną pozostawia się na 20 minut, często wstrząsając i nie pozwalając jednocześnie, aby temperatura przekroczyła 20°C (w razie

konieczności kolbę umieszcza się w łaźni wodno-lodowej). Żółty 1,3-difenylotriazen odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa 20 cm³ zimnej wody, osad odciska możliwie jak najdokładniej i suszy na powietrzu.

Surowy produkt krystalizuje się z heksanu. Otrzymuje się 1,3 g produktu o temp. top. 94-96°C, co stanowi 87% wyd. teoret.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel, Preparatyka organiczna WNT, Warszawa 1984, s. 614.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO₂ należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilarek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chlorkiem metylenu (CH₂Cl₂). 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%.

5. Utylizacja odpadów:

Roztwór po odsączeniu produktu należy wylać do kwaśnych zlewek wodno-organicznych. Roztwór pokryształizacyjny należy wylać do zlewek organicznych niezawierających chlorowców.

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.