

**Instrukcja do ćwiczenia nr 3**  
**SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)**  
**2,4,6-TRIBROMOANILINY**

**A. Informacje wstępne**

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 2,4,6-tribromoaniliny z aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację z etanolu,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

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, lodowatym kwasem octowym i aniliną.

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.

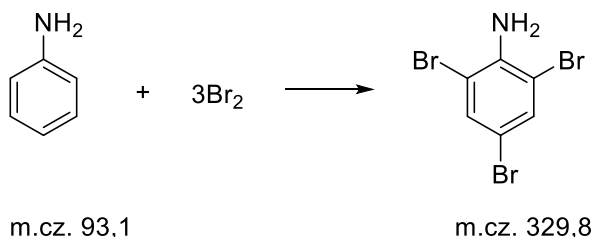
Kwas octowy lodowaty działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Powoduje trudno gojące się oparzenia. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody i umyć wodą z mydłem.

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

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

**B. Wykonanie ćwiczenia**

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba trójszyjna o poj. 50 cm<sup>3</sup>, mieszadło magnetyczne, wkraplacz z przelewem, zestaw do krystalizacji, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: anilina, lodowaty kwas octowy, brom, etanol.

#### 4. Sposób wykonania ćwiczenia:

**Uwaga:** reakcję należy wykonać pod dygestorium! Praca z bromem wymaga szczególnej ostrożności!

Kolbę trój szyjną o poj. 50 cm<sup>3</sup>, umieszcza się w łaźni lodowo-wodnej ustawionej na mieszadle magnetycznym. Do kolby wlewa się roztwór 1,2 cm<sup>3</sup> (1,25 g; 14 mmoli) aniliny w 5 cm<sup>3</sup> lodowatego kwasu octowego. Do ochłodzonego roztworu aniliny w lodowatym kwasie octowym wkrapla się roztwór 1,4 cm<sup>3</sup> (4,3 g; 27 mmoli) bromu w 3 cm<sup>3</sup> lodowatego kwasu octowego intensywnie mieszając. Reakcja jest silnie egzotermiczna. Surowa mieszanina poreakcyjna powinna być zabarwiona na żółto (w razie potrzeby dodaje się dodatkową ilość bromu).

Mieszaninę wylewa się do 25 cm<sup>3</sup> wody z drobno potłuczonym lodem, osad sączy pod zmniejszonym, ciśnieniem, przemywa wodą i suszy. Otrzymuje się produkt o temp. topnienia 119-120°C. Po krystalizacji z etanolu uzyskuje się czystą 2,4,6-tribromoanilinę o temp. topnienia 120°C w ilości 2,8 g, co stanowi 63% wyd. teoret.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 576.

#### 5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO<sub>2</sub> 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 (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>). 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<sub>f</sub>, 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:

Zlewki poreakcyjne wodne 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.