

**Instrukcja do ćwiczenia nr 3**  
**SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)**  
**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,
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: praca w skali półmikro, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja, chromatografia cienkowarstwowa
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z bromem i fenolem.

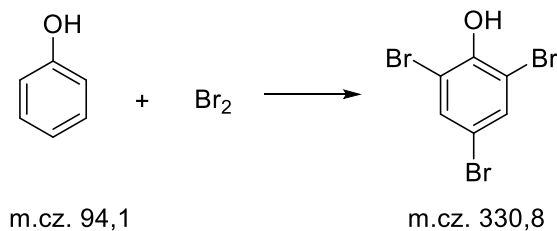
Brom jest substancją szczególnie niebezpieczną. Powoduje zatrucia i silne, trudno gojące się oparzenia. W razie wylania na skórę należy natychmiast miejsce obłania zmyć etanolem i dużą ilością wody z mydłem. Podczas pracy z bromem trzeba bezwzględnie chronić ręce gumowymi rękawicami. Równocześnie wskazane jest przed rozpoczęciem bromowania sporządzenie roztworu tiosiarczanu sodu lub wodorosiarczynu sodu. Roztwór ten przydatny jest do przemywania 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: kolba stożkowa o poj. 25 cm<sup>3</sup>, 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 pojemności 25 cm<sup>3</sup> rozpuszcza się 1 g (10 mmoli) fenolu w 10 cm<sup>3</sup> wody i powoli dodaje z wkraplacza 1,8 cm<sup>3</sup> (5,4 g; 34 mmole) bromu [I], jednocześnie wstrząsając i chłodząc kolbę wodą. Po wklepieniu bromu mieszaninę ogrzewa się przez 15 minut w łaźni wodnej o temperaturze 60°C, co pewien czas mieszając. Po ochłodzeniu, wytrącony osad odsąca się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa niewielką ilością wody i suszy.

Surowy produkt należy przekrystalizować z etanolu. Po rozpuszczeniu osadu w etanolu do gorącego roztworu dodaje się wodę, aż do momentu trwałego zmętnienia. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej, kolbę z krystalizowanym preparatem chłodzi się w łaźni wodno-lodowej. Otrzymuje się 3,0 g czystego 2,4,6-tribromofenolu o temp. topnienia 94-95°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.

#### 5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą Al<sub>2</sub>O<sub>3</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 chloroformem (CHCl<sub>3</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%.

#### 6. 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.