

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

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

W kolbie kulistej o poj. 25 cm³, znajdującej się w łaźni wodnej, umieszcza się 1 g (7,5 mmola) acetanilidu i 3,5 cm³ lodowatego kwasu octowego. Mieszaninę miesza się termometrem i dodaje kroplami roztwór 0,4 cm³ (1,2 g; 7,5 mmola) bromu w 2 cm³ lodowatego kwasu octowego z taką szybkością, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej nie przekraczała 30°C. Mieszaninę pozostawia się na 15 minut co pewien czas mieszając. Następnie zawartość kolbki wylewa się do 30 cm³ zimnej wody, po czym kolbkę przepłukuje się 7 cm³ zimnej wody. Wytrącony osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa lodowatą wodą i suszy na powietrzu. Surowy 4-bromoacetanilid krystalizuje się z etanolu, otrzymując 1,3 g bezbarwnych kryształków o temp. topnienia 166-167°C, co stanowi 82% wyd. teoretycznej.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa 1984, s. 584.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą SiO₂ należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilek 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:

Roztwory poreakcyjne należy wylać do pojemnika na kwaśne zlewki wodno-organiczne. 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.