

Instrukcja do ćwiczenia nr 3

SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC) 4-ACETYLOTOLUIDYNY (N-(4-METYLOFENYLO)ACETAMIDU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 4-acetylotoluidyny z p-toluidyny,
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 acylowania amin, 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 bezwodnikiem octowym, p-toluidyną i toluenem.

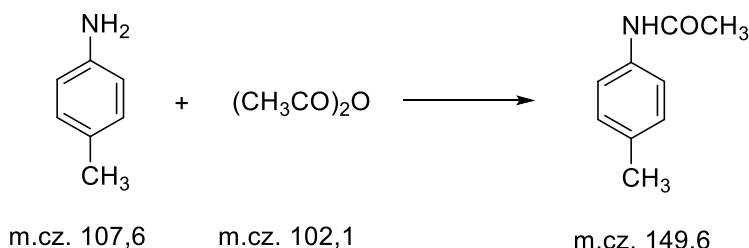
Bezwodnik octowy działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody.

p-Toluidyna, toluen i ich pary są silnie toksyczne.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o pojemności 10 cm³, chłodnica zwrotna, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: p-toluidyna, bezwodnik octowy, toluen.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: reakcję oraz sączenie surowego produktu należy wykonać pod dygestorium.

W kolbie kulistej o pojemności 10 cm³ sporządza się roztwór 1,04 g (9,66 mmola) p-toluidyny w 2,16 cm³ (1,88 g; 20,46 mmoli) toluenu. Na kolbę nakłada się chłodnicę zwrotną. Mieszaninę ogrzewa się do łagodnego wrzenia, następnie porcjami dodaje przez chłodnicę zwrotną 1,1 cm³ (1,13 g; 11,11 mmoli) bezwodnika octowego. Po dodaniu bezwodnika mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia. Zawartość kolby zestala się w miarę oziębiania. Wytrącone krystaliczne igły odsąca się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa toluenem

aż do zaniku zapachu kwasu octowego i suszy. Surowy produkt krystalizuje się z etanolu. Otrzymuje się 1,6 g (98% wyd. teoret.) białego krystalicznego produktu o temp. topnienia 149-151°C.

Piśmiennictwo: W. Polackowa (red.): Preparatyka organiczna. PWT, Warszawa 1954, s. 474

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą Al_2O_3 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 (CH_2Cl_2). 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%.

6. Utylizacja odpadów:

Wodny roztwór po odsączeniu produktu wylać do kwaśnych zlewek wodno-organicznym. Roztwór pokryształacyjny należy wylać do zlewek organicznych niezawierających 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 należy zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.