

Instrukcja do ćwiczenia nr 3
SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)
4-NITROACETANILIDU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 4-nitroacetanilidu z acetanilidu,
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: reakcja substytucji elektrofilowej 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 praca ze stężonymi kwasami.

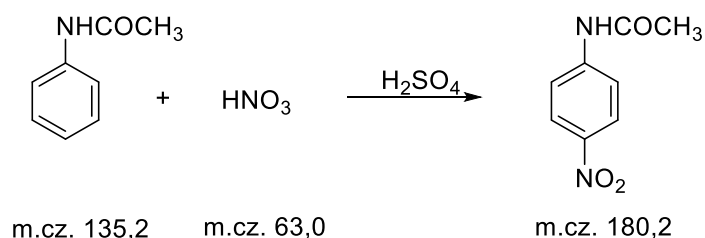
Stężone kwasy: siarkowy i azotowy posiadają silne właściwości żrące, dlatego praca z nimi wymaga szczególnej ostrożności. W razie bezpośredniego kontaktu ze skórą, kwas trzeba spłukać obficie wodą oraz wodą z mydłem.

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.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: zlewki, termometr, łaźnia wodno-lodowa, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: acetanilid, lodowaty kwas octowy, stężony kwas azotowy, stężony kwas siarkowy, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: ćwiczenie należy wykonywać pod dygestorium.

W zlewce o poj. 25 cm³ należy przygotować mieszaninę nitrującą przez sporządzenie roztworu 0,96 cm³ (1,34 g; 0,021 mola) stężonego kwasu azotowego (V) w 0,36 cm³ (0,66 g; 0,007 mola) stężonego kwasu siarkowego (VI). Mieszaninę nitrującą chłodzi się do temperatury pokojowej. Do zlewki o poj. 50 cm³, umieszczonej na mieszadle magnetycznym, dodaje się 1,3 g (0,0096 mola) rozdrobnionego acetanilidu oraz 1,3 cm³ (1,36 g; 0,022 mola) lodowatego kwasu octowego. Mieszając dodaje się powoli za pomocą pipety 2,6 cm³ (4,78 g; 0,048 mola) stężonego kwasu siarkowego (VI). W trakcie dodawania kwasu temperatura mieszaniny wzrasta i acetanilid powoli się rozpuszcza. Zlewkę chłodzi się w łaźni wodno-lodowej do temp. 0°C dalej mieszając. Mieszaninę nitrującą dodaje się powoli pipetą do zlewki z rozpuszczonym acetanilidem. Reakcja jest egzotermiczna, lecz temperatura nie powinna przekroczyć 10°C. Po zakończeniu wkraplania wyjmuje się zlewkę z łaźni wodno-lodowej i pozostawia w temperaturze pokojowej przez 30 minut. Następnie mieszaninę wlewa się do zlewki zawierającej 26 cm³ wody z lodem i pozostawia na 30 min., co pewien czas mieszając. Powstały osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa trzykrotnie porcjami po 10 cm³ zimnej wody, starannie odciska i suszy na powietrzu. Produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu, otrzymując 1,04 g (wyd. 60%) czystego związku o temp. topnienia 214-215°C.

Piśmiennictwo: M. Mąkosza: Synteza organiczna. PWN, Warszawa 1972, s.254

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą Al₂O₃ należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chloroformem (CHCl₃). 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:

Roztwór po przesączeniu preparatu zawierający rozcieńczone kwasy oraz resztki nie przereagowanego acetanilidu należy przelać do pojemnika na kwaśne roztwory wodno-organiczne.

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.