

## Instrukcja do ćwiczenia nr 2

### SYNTEZA 2-BROMO-2-METYLOPROPANU (BROMKU *t*-BUTYLU)

#### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy bromku *t*-butylu z 2-metylopropan-2-olu (*t*-butanolu),
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez destylację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z następującymi zagadnieniami:

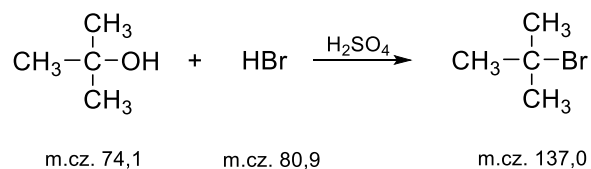
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja substytucji nukleofilowej (S<sub>N</sub>1, S<sub>N</sub>2),
2. techniki laboratoryjne: destylacja, ekstrakcja, sączenie grawitacyjne, suszenie,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, w szczególności praca ze stężonymi kwasami.

Kwas bromowodorowy i kwas siarkowy: substancje żrące, powodują poważne oparzenia. W razie kontaktu ze skórą należy przepłukać dużą ilością wody.

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

#### B. Wykonanie ćwiczenia

##### 1. Schemat reakcji



2. Sprzęt: kolba stożkowa o poj. 100 cm<sup>3</sup>, kolba dwuszyjna o poj. 100 cm<sup>3</sup>, termometr, wkrapłacz z odpowietrzeniem, mieszadło magnetyczne, rozdzielacz, zestaw do destylacji prostej.

3. Odczynniki: 48% kwas bromowodorowy (d=1,49 g/cm<sup>3</sup>), stężony (95%) kwas siarkowy (VI), 2-metylopropan-2-ol, bezwodny chlorek wapnia.

##### 4. Sposób wykonania ćwiczenia:

W kolbie stożkowej o poj. 100 cm<sup>3</sup> ostrożnie sporządza się roztwór 27 cm<sup>3</sup> (40,2 g; 0,24 mol) 48% kwasu bromowodorowego i 6 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego (VI). Mieszaninę kwasów chłodzi się do temperatury pokojowej. Do kolby dwuszyjnej o poj. 100 cm<sup>3</sup>, zaopatrzonej w termometr i wkrapłacz z odpowietrzeniem wlewa się 13,4 cm<sup>3</sup> (11,8 g; 0,142 mol) 2-metylopropan-2-olu. Sporządzoną wcześniej mieszaninę kwasów wlewa się do wkraplacza. Po uruchomieniu mieszadła magnetycznego wkrapla się mieszaninę kwasów z taką prędkością, aby temperatura w kolbie nie przekroczyła 20°C (w razie potrzeby należy chłodzić kolbę w łaźni wodnej). Po zakończeniu wkrapłania mieszaninę należy pozostawić na 15 minut a następnie przelać do rozdzielacza. Górną warstwę organiczną oddziela się od warstwy wodnej. Surowy bromek *t*-butylu przemywa się 2-krotnie wytrząsając z 20 cm<sup>3</sup> wody,

každorazowo odrzucając warstwę wodną (na tym etapie bromek *t*-butylu stanowi warstwę dolną). Surowy bromek *t*-butylu przenosi się do kolby stożkowej i suszy bezwodnym chlorkiem wapnia. Po odsączeniu środka suszącego surowy produkt destyluje się zbierając frakcję właściwą w temperaturze 71-74°C. Otrzymuje się 18,5g produktu co stanowi 95% wyd. teoretycznej.

Piśmiennictwo: A. Roeding w Houben-Weyl: Methoden der Organischen Chemie. IV Ed., Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1960, t. 5/4, s.382

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

#### **5. Utylizacja odpadów:**

Warstwę dolną oraz roztwory wodne po przemywaniu warstwy organicznej zawierające nieprzereagowane kwasy oraz alkohol należy przelać do pojemnika na roztwory wodno-organiczne kwaśne. Przedgon i pogon po destylacji należy przelać do pojemnika na zlewki organiczne zawierające chlorowiec.

#### **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.