

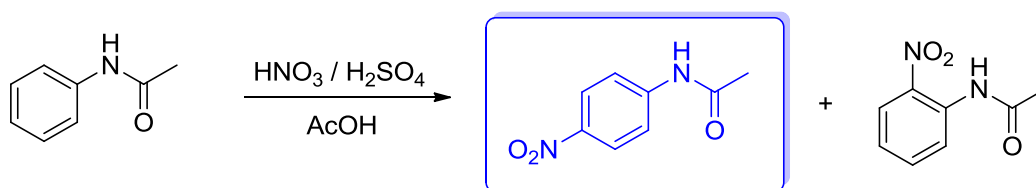
SUBSTYTUCJA ELEKTROFILOWA – NITROWANIE ACETANILIDU

CHROMATOGRAFIA CIENKOWARSTWOWA

Wymagania teoretyczne:

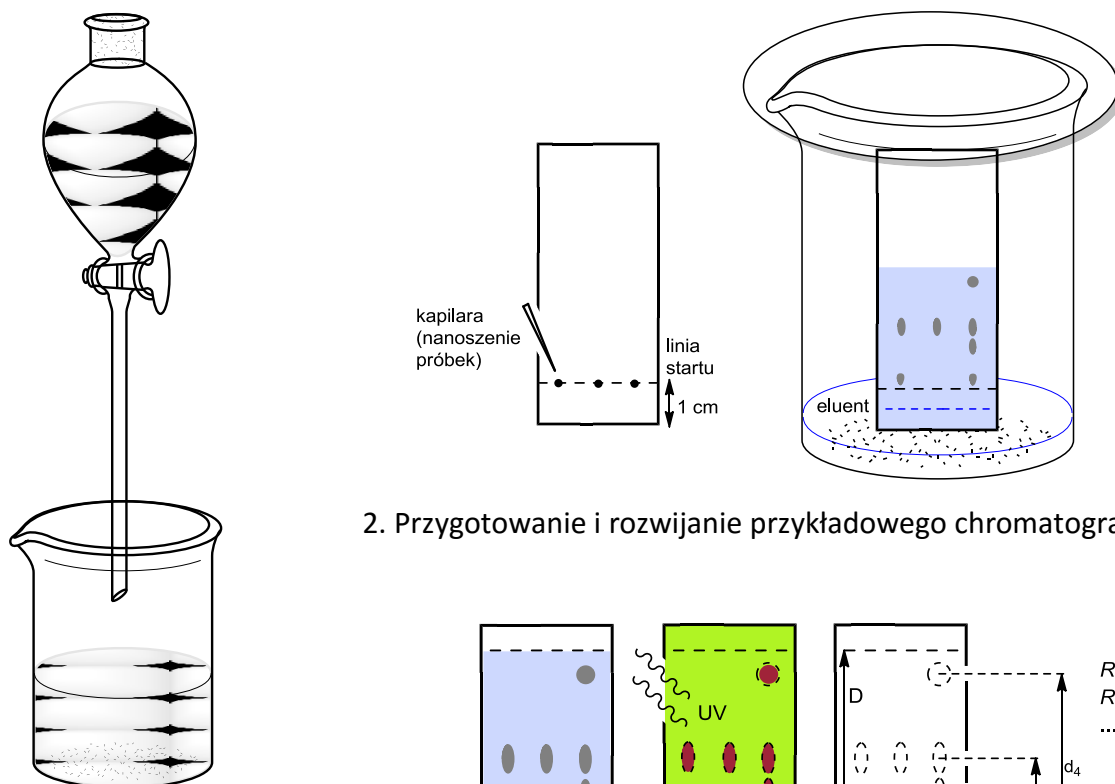
- sposoby chłodzenia mieszanin reakcyjnych, łaźnie chłodzące i osiągnięte temperatury,
- chromatografia, podstawy teoretyczne i typy chromatografii.

Odczynniki, reagenty, rozpuszczalniki: acetanilid, 5 g,
lodowaty kwas octowy, 5 ml,
stężony kwas siarkowy(VI), 11,4 ml,
stężony kwas azotowy(V), 2,2 ml,
alkohol etylowy, 50 ml, octan etylu, chloroform.



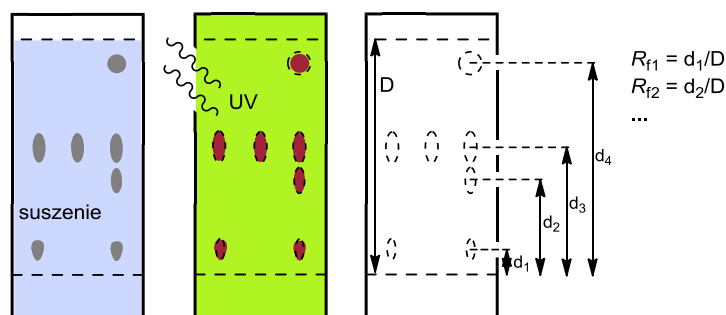
W zlewce o pojemności 100 ml umieszcza się 5,0 g (0,037 mola) otrzymanego poprzednio, suchego acetanilidu i dodaje się 5 ml lodowatego kwasu octowego oraz 10 ml stężonego kwasu siarkowego(VI). Zawartość zlewki energicznie miesza się. Podczas dodawania kwasu siarkowego mieszanina rozgrzewa się i staje się klarowna. Zlewkę umieszcza się w mieszaninie chłodzącej woda/lód. Po osiągnięciu temperatury poniżej 2°C , mieszając mechanicznie zawartość zlewki, wkrapla się do niej mieszaninę nitrującą złożoną z 2,2 ml stężonego kwasu azotowego(V) i 1,4 ml stężonego kwasu siarkowego(VI) (rys. 1, **Uwaga, stężone kwasy** !). Podczas dodawania temperatura mieszaniny reakcyjnej nie powinna wzrosnąć powyżej 10°C (!). Po zakończeniu wkraplania, zlewkę wyjmuje się z łaźni chłodzącej i odstawia na 30 min w temperaturze pokojowej, a następnie mieszaninę poreakcyjną wylewa się na 50 g lodu. Wytrącony surowy nitroacetanilid odsącza się na lejku Büchnera, a osad starannie przemywa wodą (sprawdzając pH przesączu) i dokładnie odciska. Próbkę surowego osadu (około 10-20 mg) pozostawia do przeprowadzenia chromatografii cienkowarstwowej.

Surowy, jasnożółty produkt rekrystalizuje się z etanolu (około 30-40 ml w zależności od wydajności reakcji i wilgotności produktu). Otrzymuje się czysty, bezbarwny izomer *para*, który odsącza się na lejku Büchnera i przemywa niewielką ilością zimnego etanolu. Żółty izomer *orto* pozostaje w roztworze. Krystaliczny produkt pozostawia się do wysuszenia, po czym waży się i oznacza temperaturę topnienia. Czystość produktu oraz skład przesącza analizuje się za pomocą chromatografii cienkowarstwowej.



1. Schemat zestawu do przeprowadzenia reakcji z wkraplaniem.

2. Przygotowanie i rozwijanie przykładowego chromatogramu.



3. Analiza wyników przykładowej chromatografii.

Chromatografia cienkowarstwowa. Próbkę surowego oraz końcowego produktu, jako roztwory w 1 ml acetonu, a także przesącz po krystalizacji nanosi się kapilarą na płytkę do chromatografii cienkowarstwowej pokrytą silikazelem (około 1 cm od dolnej krawędzi płytki stawiając plamki o możliwie najmniejszej średnicy, rys. 2). Płytkę umieszcza się w komorze chromatograficznej zawierającej roztwór octanu etylu i chloroformu (1:3) i rozwija do osiągnięcia przez czoło eluentu odległości około 0,5 cm od górnej krawędzi płytki (rys. 2). Po wyjęciu płytkę suszy się, oświetla lampą UV zaznaczając plamki ołówkiem i analizuje obliczając wartości R_f (rys. 3).