***Ćwiczenie 7 – cz. 2***

***Wydzielanie i badanie właściwości beta-bromostyrenu***

Mieszanina poreakcyjna z poprzednich zajęć zawiera bezsprzecznie nowy związek chemiczny, co można łatwo stwierdzić obserwując warstwę niemieszającej się z wodą cieczy (dla przypomnienia, substrat, kwas 2,3-dibromo-3-fenylopropanowy, był ciałem stałym). Jednak, aby potwierdzić tożsamość produktu konieczne jest jego wydzielenie w stanie czystym. Można wtedy wykonać odowiednie analizy, np. test na obecność wiązania C=C, jak również określić wydajność.

Do efektywnego wydzielenia β-bromostyrenu wykorzystamy ekstrakcję ciecz-ciecz, otrzymując roztwór tytułowego związku w rozpuszczalniku organicznym. Usunięcie rozpuszczalnika na wyparce obrotowej pozwoli uzyskać surowy produkt. Dalsze oczyszczenie jest możliwe za pomocą destylacji, jednak czystość surowego β-bromostyrenu jest wystarczająca dla naszych potrzeb.

Sposób wykonania ćwiczenia.

UWAGA

🡪 Ćwiczenie należy wykonywać pod działającym wyciągiem.

1. Dwufazową mieszaninę poreakcyjną po syntezie β-bromostyrenu przenosimy z kolby kulistej do rozdzielacza (Rysunek 1.) Należy uprzednio zamknąć kran w rozdzielaczu.



rozdzielacz

kolba stożkowa

łapa

statyw

Rysunek 1. Zestaw do ekstrakcji.

1. Kolbę przemywamy 10 ml dichlorometanu, który dolewamy do cieczy w rozdzielaczu.
2. Prowadzący demonstruje sposób wykonania ekstrakcji i rozdziału faz w rozdzielaczu – uważnie słuchamy.
3. Warstwę organiczną (dolną) zlewamy do kolbki stożkowej 50ml.
4. Do pozostałej w rozdzielaczu warstwy wodnej dodajemy kolejne 10ml dichlorometanu. Wstrząsamy rozdzielaczem i czekamy na rozdzielenie się faz.
5. Ponownie spuszczamy dolną warstwę (organiczną), dołączając ją do pierwszej porcji w kolbce stożkowej.
6. Ekstrahujemy po raz trzeci powtarzając jeszcze raz punkty 5 i 6.
7. Połączone ekstrakty zasypujemy niewielką ilością MgSO4 i odstawiamy na kilkanaście minut do suszenia.
8. Odsączamy środek suszący na sączku karbowanym, zbierając przesącz do zważonej uprzednio kolby kulistej (Rysunek 2).



sączek karbowany

lejek szklany

kolba kulista

łapa

statyw

Rysunek 2. Zestaw do sączenia grawitacyjnego.

1. Odparowujemy rozpuszczalnik przy użyciu wyparki obrotowej (Rysunek 3).



Rysunek 3. Wyparka obrotowa.

1. Ważymy kolbkę z produktem, obliczamy wydajność syntezy β-bromostyrenu z kwasu 2,3-dibromo-3-fenylopropanowego.
2. W celu sprawdzenia obecności wiązania podwójnego w produkcie, kilka kropli
β-bromostyrenu wytrząsamy w probówce z niewielką ilością wodnego roztworu KMnO4.