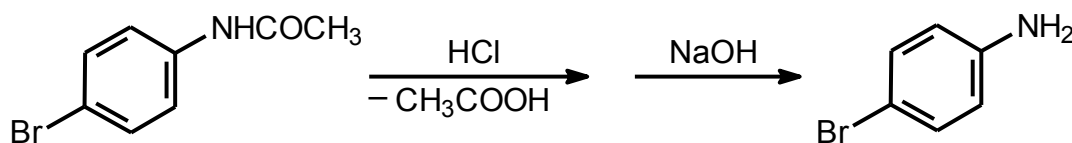


4-BROMOANILINA**Odczynniki:**

4-bromoacetanilid	2,14 g (10 mmoli)
kwas chlorowodorowy stęż.	2,5 cm ³ (ok. 30 mmoli)
etanol	5,0 cm ³ (oraz do krystalizacji)
wodorotlenek sodu	2,0 g (50 mmoli) - jako roztwór w 38 cm ³ wody (ok. 5 %)

UWAGA: Obowiązują rękawice ochronne. Praca tylko pod wyciągiem.

W małej kolbce okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, rozpuszcza się na gorąco 4-bromoacetanilid w 5 cm³ etanolu. Do wrzącego roztworu wkrapla się następnie przez chłodnicę zwrotną 2,5 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego. Zawartość kolby ogrzewa się do wrzenia przez ok. 40 min. Po tym czasie próbka roztworu, po rozcieńczeniu wodą, powinna pozostawać całkowicie przezroczysta. W przeciwnym wypadku ogrzewanie należy kontynuować jeszcze przez 20 - 30 min. Następnie do roztworu dodaje się ok. 18 cm³ wody i łączy kolbę z chłodnicą destylacyjną. Zbiera się ok. 12 cm³ destylatu, składającego się głównie z octanu etylu, etanolu i wody.¹ Pozostały roztwór, zawierający chlorowodorek 4-bromoaniliny, przenosi się do zlewki, rozcieńcza się ok. 12 cm³ zimnej wody i, mieszając energicznie, dodaje się 5 % roztwór wodorotlenku sodu, aż do uzyskania odczynu wyraźnie zasadowego. Produkt reakcji wydziela się w postaci oleju, który szybko krystalizuje. Surowy związek odsącza się na lejku Büchnera, przemywa zimną wodą,² suszy i mierzy temperaturę topnienia.

Dokładnie oczyszczoną 4-bromoanilinę (lit. tt. 65 - 66 °C) uzyskuje się w wyniku krystalizacji surowego produktu z rozcieńczonego etanolu³ lub destylacji z parą wodną. W tym drugim przypadku wytrącanie 4-bromoaniliny roztworem wodorotlenku sodu przeprowadza się bezpośrednio w kolbie, z której przeprowadzana będzie destylacja (o min. poj. 500 cm³) i nie ma konieczności odsączenia surowego produktu. Czysta 4-bromoanilina wytrąca się w odbieralniku w postaci bezbarwnego osadu, który odsącza się,⁴ suszy i mierzy jego temperaturę topnienia.

¹) Alternatywnie, roztwór można zagęścić do ok. połowy objętości wykorzystując wyparkę obrotową, konieczne jest jednak użycie sprawnej pompki wodnej. W każdym przypadku destylat umieszcza się w pojemniku **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców).

²) Przesącz umieszcza się w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych).

³) Niezależnie od zastosowanego stosunku etanol : woda, krystalizacja wiąże się ze znacznymi stratami produktu. Przesącz po krystalizacji umieszcza się w pojemniku **E** (roztwory etanolowe).

⁴) Wodę z kolby destylacyjnej umieszcza się w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych), zaś przesącz po odsączeniu produktu z destylatu można wylać do kanalizacji.