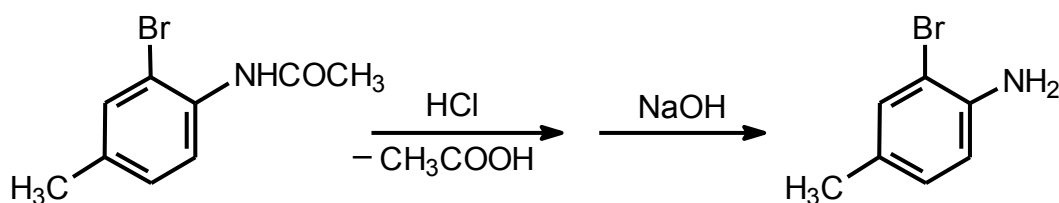


**2-BROMO-4-METYLOANILINA****Odczynniki:**

<a href="#">2-bromo-4-metyloacetanilid</a>	9,1 g (0,05 m)
<a href="#">kwas chlorowodorowy stęż.</a>	10,0 cm <sup>3</sup> (ok. 0,12 m)
<a href="#">etanol</a>	10,0 cm <sup>3</sup>
<a href="#">wodorotlenek sodu</a>	2,8 g (0,07 m) - jako roztwór w 15 cm <sup>3</sup> wody
<a href="#">eter dietylowy</a>	do ekstrakcji

**UWAGA: Obowiązują rękawice ochronne. Praca z eterem dietylowym wyłącznie w pomieszczeniu do prac z substancjami łatwopalnymi.**

W kolbie okrągłodennej o poj. 50 cm<sup>3</sup>, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, rozpuszcza się na gorąco 2-bromo-4-metyloacetanilid w 10 cm<sup>3</sup> etanolu. Do wrzącego roztworu wkrapla się następnie przez chłodnicę zwrotną 10 cm<sup>3</sup> stęż. kwasu chlorowodorowego. Zawartość kolby ogrzewa się do wrzenia przez ok. 3 godz. W trakcie ogrzewania w kolbie zaczynają się pojawiać kryształy chlorowodoru 2-bromo-4-metyloaniliny. Zawartość kolby oziębia się w łaźni lodowej, wydzieloną sól odsącza na lejku Büchnera, przemywa odrobiną zimnego etanolu, odciska i suszy.<sup>1</sup>

Uzyskany chlorowodorek 2-bromo-4-metyloaniliny (ok. 6,5 g) przenosi się do kolby umieszczonej na sprawnym mieszadle magnetycznym, dodaje ok. 15 cm<sup>3</sup> wody, a następnie, w trakcie intensywnego mieszania, wprowadza się roztwór 2,8 g wodorotlenku sodu w 15 cm<sup>3</sup> wody. Wolna amina wypada w postaci ciemnego, ciężkiego oleju. Surowy produkt przenosi się do kolby o poj. 500 cm<sup>3</sup>, w razie potrzeby wypłukując go kilkoma cm<sup>3</sup> etanolu, dodaje ok. 150 cm<sup>3</sup> wody i prowadzi destylację z parą wodną, do chwili, aż krople destylatu będą całkowicie klarowne.<sup>2</sup> Oziębiony destylat przenosi się do rozdzielacza, oddziela dolną warstwę organiczną, a wodną ekstrahuje dwoma porcjami eteru dietylowego<sup>3</sup> po ok. 40 cm<sup>3</sup>. Połączone warstwy organiczne suszy się nad pastylkami wodorotlenku sodu,<sup>4</sup> a następnie rozpuszczalnik odparowuje na wyparce obrotowej pod normalnym ciśnieniem.<sup>5</sup> Otrzymuje się 2-bromo-4-metyloanilinę o stopniu czystości wystarczającym do dalszych syntez ( $n_D^{20} = 1,6020$ ,  $d = 1,49$  g/cm<sup>3</sup>).<sup>6</sup> Czysta 2-bromo-4-metyloanilina krzepnie po oziębieniu (tt. 14 - 16 °C).

<sup>1</sup> Przesącz umieszcza się w pojemniku **E** (roztwory etanolowe).

<sup>2</sup> Ostudzoną zawartość kolby destylacyjnej do pojemnika **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych).

<sup>3</sup> Warstwę wodną, po dokładnym oddzieleniu eteru, można wylać do zlewu pod wyciągiem.

<sup>4</sup> Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty wodorotlenek sodu można rozpuścić w wodzie (ok. 3 cm<sup>3</sup> na każdą pastylkę), a roztwór wlać do pojemnika **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych).

<sup>5</sup> Destylat umieszcza się w butelce "eter dietylowy do ekstrakcji" lub w pojemniku **O**.

<sup>6</sup> Dokładnie oczyszczoną 2-bromo-4-metyloanilinę można otrzymać na drodze destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem, zbierając frakcję wrząca 92 - 94 / 14 mmHg.