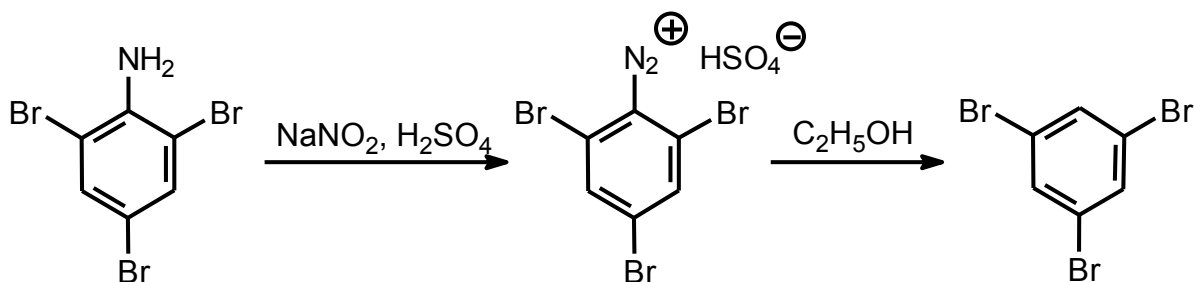


1,3,5-TRIBROMOBENZEN**Odczynniki:**

2,4,6-tribromoanilina	5,0 g (0,015 m)
azotan(III) sodu	3,6 g (0,052 m)
kwas siarkowy(VI) stęż.	1,7 cm ³
etanol	30,0 cm ³ oraz do krystalizacji
toluen	7,0 cm ³

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i toksyczną aminą aromatyczną. Obowiązują rękawice ochronne!

W kolbie kulistej z dwoma szyjami o poj. 250 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, rozpuszcza się, ogrzewając na łaźni wodnej, 2,4,6-tribromoanilinę w etanolu i toluenie. Drugi otwór kolby zamyka się korkiem. Do gorącego roztworu dodaje się przez boczną szyję kwas siarkowy(VI) za pomocą pipetki, poruszając łagodnie kolbą, a następnie ponownie zamyka się otwór korkiem i całość ogrzewa się na łaźni wodnej do chwili, gdy przezroczysty roztwór zacznie wrzeć. Kolbę zdejmuje się z łaźni i przez boczną szyję dodaje azotan(III) sodu w dwóch porcjach. Po dodaniu każdej porcji wylot zamyka się i wstrząsa kolbą. Kolejną porcję azotanu(III) sodu dodaje się, gdy reakcja zaczyna przebiegać spokojnie. Kolbę ogrzewa się na łaźni wodnej dopóty, dopóki wydziela się gaz, wstrząsając od czasu do czasu. Roztwór pozostawia się przez 10 min. do ostygnięcia, a potem chłodzi w lodzie. Krystalizuje mieszanina 1,3,5-tribromobenzenu z siarczanem(VI) sodu. Osad odsącza się, przemywa niewielką ilością etanolu, a następnie kilkakrotnie wodą w celu odmycia siarczanu(VI) sodu.¹ Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu² i suszy. Tt. 122 °C. Bardzo czysty 1,3,5-tribromobenzen można otrzymać przez sublimację niewielkiej próbki (ok. 0,5 - 1,0 g) pod ciśnieniem atmosferycznym, stosując prosty zestaw składający się z parownicy i lejka szklanego.

¹ Przesącz toluenowo-etanolowy umieszcza się w pojemniku **O** (ciekle, palne, bez fluorowców). Przesącz wodny można wylać do zlewu.

² Przesącz umieszcza się w pojemniku **E** (zlewki etanolu).