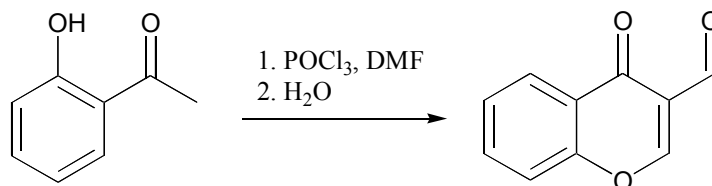


Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

ZADANIE 3A

3-FORMYLOCHROMON



Odczynniki:

o-hydroksyacetoftenon ^P	3,53 ml (4 g, 0,029 m)
dimetyloformamid ^S	30,0 cm ³ (28,3 g, 0,387 m)
trichlorek tlenek fosforu (tlenochlorek fosforu) ^P	11,0 cm ³ (18,4 g, 0,120 m)
wodorotlenek sodu	do zobojetniania

UWAGA: Reakcję należy prowadzić pod sprawnie działającym wyciągiem!

^S - dostępne w szafie; ^P - pobrać z przygotowni

⚡ możliwość przerwania

Suchą kolbę trójszyjną o poj. 100 cm³ montuje się na sprawnym mieszadle magnetycznym i zaopatruje we wkraplacz, termometr i chłodnicę zwrotną zakończoną rurką z chlorkiem wapnia. W kolbie umieszcza się dimetyloformamid i chłodzi go do temperatury około -15 °C (lód z solą). Uruchamia się mieszadło i powoli wkrapla tlenochlorek fosforu (kilka minut). Mieszając chłodzi się mieszaninę reakcyjną przez następne 30 minut. Po tym czasie powoli wkrapla się o-hydroksyacetoftenon i pozwala mieszaninie ogrzać do temperatury pokojowej. Następnie pozostawia się kolbę reakcyjną (zamkniętą rurką z CaCl₂) w szafce do następnych zajęć (zabezpieczyć kolbę przed przewróceniem się!). Zawartość kolby wylewa się do zlewki o poj. 600 cm³ zawierającej 200 g lodu. Mieszaninę ostrożnie zobojetnia się roztworem wodorotlenku sodu, a następnie produkt odsącza się na lejku Büchnera.¹ Oczyszczanie polega na krystalizacji z mieszaniny rozpuszczalników DMF-woda¹ (Należy pamiętać o minimalnej ilości DMF-u. Ogrzewając rozpuszczalnik **nie należy przekroczyć temperatury 100 °C**, można dodać węgla aktywowanego w celu lepszego oczyszczenia). Otrzymuje się produkt o tt. 151-153 °C.



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Zadania:

1. Podaj interpretację widma ^1H NMR 6-chloro-3-formylochromonu.
 ^1H NMR (δ [ppm]; CDCl_3): 7,53 (d, 1H, $J=9$ Hz); 7,73 (dd, 1H, $J=2$ Hz, $J=9$ Hz); 8,27 (d, 1H, $J=2$ Hz); 8,35 (s, 1H); 10,25 (s, 1H).
2. Przedstaw mechanizm reakcji Vilsmeiera–Haacka na przykładzie *N,N*-dimetyloaniliny.

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

- ¹ Przesącz należy umieścić w pojemniku na odpady W-K