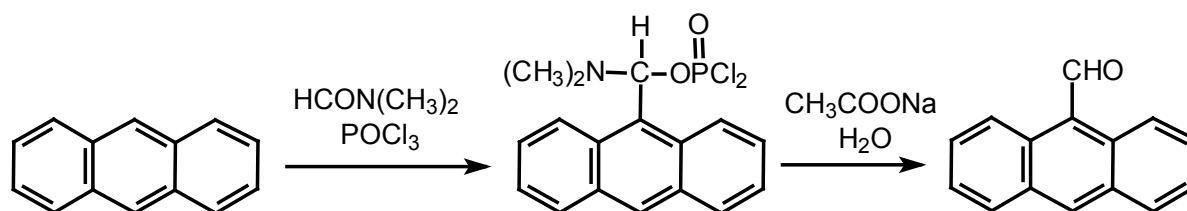




Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

ZADANIE 3B

9-FORMYLOANTRACEN



Odczynniki:

antracen ^P (naważka)	4,5 g (0,025 m)
dimetyloformamid ^S	5,0 cm ³ (4,8 g, 0,065 m)
o-dichlorobenzen ^P (naważka)	5,0 cm ³
trichlorek tlenek fosforu (tlenochlorek fosforu) ^P	4,0 cm ³ (6,8 g, 0,044 m)
wodorotlenek sodu	do zobojętniania

UWAGA: Reakcję należy prowadzić pod sprawnie działającym wyciągiem!

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

⚡ możliwość przerwania

Suchą kolbę dwuszyjną (lub trójszyjną) o poj. 100 cm³ montuje się na sprawnym mieszadle magnetycznym i zaopatruje we wkraplacz i chłodnicę zwrotną zakończoną rurką z chlorkiem wapnia. W kolbie umieszcza się dimetyloformamid, antracen i o-dichlorobenzen. Uruchamia się mieszadło i z wkraplacza dodaje się porcjami tlenochlorek fosforu. Następnie ogrzewa się mieszaninę na łaźni olejowej w temp. 100 °C przez 2 godz. Po zakończeniu ogrzewania, ⚡ zawartość kolby chłodzi się wodą z lodem i przenosi do zlewki o poj. 800 cm³. Mieszaninę zobojętnia się wobec papierka uniwersalnego wodnym roztworem NaOH, a następnie rozcieńcza wodą do objętości ok. 500 cm³. ⚡ Pozostawia się w temp. 0 °C przez 2 godz. Żółty krystaliczny produkt odsąca się¹ ⚡ i oczyszcza przez krystalizację z rozcieńczonego kwasu octowego.² Otrzymuje się produkt o tt. 104 °C, zawierający jednak dużo nieprzereagowanego antracenu, dlatego należy go oczyścić metodą chromatografii kolumnowej. Warunki chromatografii należy dobrać samemu.



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Zadania:

1. Przedstaw mechanizm reakcji Vilsmeiera–Haacka na przykładzie *N,N*-dimetyloaniliny.
2. Ile sygnałów i w jakich zakresach [ppm] będzie widocznych w widmie ^{13}C NMR antracenu oraz 9-formyloantracenu.

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

- ¹ Przesącz należy umieścić w pojemniku na odpady W-K
- ² Przesącz po krystalizacji rozcieńcza się ok. dziesięciokrotną objętością wody. Wydzielony osad zanieczyszczeń odsącza się i po wysuszeniu umieszcza wraz z sączkiem w pojemniku P (stałe, palne). Przesącz ponownie rozcieńcza się wodą i wylewa do zlewu pod wyciągiem, spłukując wodą.