

Ćwiczenie: BROMIANOMETRYCZNE OZNACZANIE KWASU SALICYLOWEGO

Wstęp

Bromowanie związków aromatycznych przebiega jako substytucja elektrofilowa w miejscach zagęszczenia ładunków ujemnych pierścienia aromatycznego. Szybkość reakcji wzrasta w obecności takich katalizatorów jak AlCl_3 , FeBr_3 czy ZnCl_2 .

Podstawniki elektronotłoczące jak $-\text{NH}_2$ czy $-\text{OH}$, powodując zagęszczenie ładunków ujemnych w położeniach orto- i para-, uaktywniają pierścień aromatyczny umożliwiając przebieg reakcji bez zastosowania katalizatorów.

Klasyczna metoda Koppeschaara polega na dodaniu do próby fenolu lub aminy aromatycznej, ściśle określonego nadmiaru bromianu(V) wobec nadmiaru jonów bromkowych

w silnie kwasowym środowisku. Część wydzielonego bromu reaguje z pierścieniem aromatycznym. Jeżeli w położeniu orto- lub para- w stosunku do grupy fenolowej lub aminowej znajduje się grupa $-\text{COOH}$ lub $-\text{SO}_3\text{H}$, w czasie bromowania zostają one usunięte i zastąpione atomami bromu, natomiast jeżeli zajmują położenie meta-, pozostają nienaruszone. Nadmiar bromu reaguje z jonami jodkowymi wydzielając jod, który następnie odmiareczkuje się tiosiarczanem (VI) sodu.

Roztwór bromianu (V) nie musi być mianowany, jeśli ilość generowanego przez niego bromu, zostanie określona w próbie zerowej (bez substancji oznaczanej).

Odczynniki:

- mianowany roztwór KBrO_3
- mianowany roztwór $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- roztwór KBr o stężeniu 2.5 % w 1 mol/dm^3 roztworze HCl
- roztwór KI o stężeniu 10 %
- roztwór skrobi o stężeniu 1 %

Wykonanie:

1. Otrzymaną do badania próbkę w kolbie miarowej poj. 100 ml, uzupełnić wodą do kreski i starannie wymieszać.
2. Pobrać dokładnie pipetą jednomiarową 20 ml uzyskanego roztworu i przenieść do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem.
3. Dodać dokładnie pipetą jednomiarową 20 ml mianowanego roztworu KBrO_3 , 40 ml (cylindrem) roztworu KBr . Zamknąć kolbę korkiem i starannie wymieszać zawartość.
4. Po ok. 10 minutach dodać cylindrem 20 ml roztworu jodku potasu, zamknąć kolbę korkiem, wymieszać zawartość i odstawić na ok. 5 minut.
5. Biuretę napełnić mianowanym roztworem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
6. Przygotowaną mieszaninę miareczkować dodając pod koniec miareczkowania (gdy roztwór przyjmie barwę jasnocytrynową) 1 ml roztworu skrobi.
7. Gdy roztwór przyjmie barwę jasnoliliową, zamknąć kolbę korkiem i energicznie wytrząsnąć zawartość po czym dokończyć miareczkowanie (do odbarwienia roztworu od jednej kropli titranta).
8. Oznaczenie powtórzyć.

9. Do obliczeń użyć średnią z obu miareczkowań.
10. Należy wykonać próbę zerową (co najmniej dwukrotnie) biorąc zamiast próby badanej 20 ml wody.
11. Obliczyć zawartość kwasu salicylowego w otrzymanej do badania próbce (w gramach).