

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA I IDENTYFIKACJA 4-ACETYLOTOLUIDYNY (N-(4-METYLOFENYLO)ACETAMIDU)

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 4-acetylotoluidyny z p-toluidyny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje acylowania amin, struktury mezomeryczne,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z bezwodnikiem octowym, p-toluidyną i toluenem.

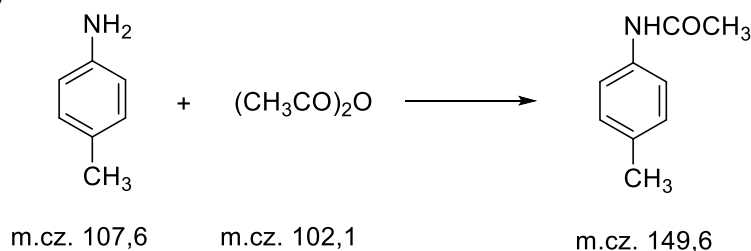
Bezwodnik octowy działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody.

p-Toluidyna, toluen i ich pary są silnie toksyczne.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

### B. Wykonanie ćwiczenia

#### 1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o pojemności 50 cm<sup>3</sup>, chłodnica zwrotna, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: p-Toluidyna, bezwodnik octowy, toluen.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

**Uwaga:** reakcję oraz sączenie surowego produktu należy wykonać pod dygestorium.

W kolbie kulistej o pojemności 50 cm<sup>3</sup> sporządza się roztwór 5,2 g (0,049 mola) p-toluidyny w 10,8 cm<sup>3</sup> (9,4 g; 0,103 mola) toluenu. Na kolbę nakłada się chłodnicę zwrotną. Mieszaninę ogrzewa się do łagodnego wrzenia, następnie w ciągu 5 min przez chłodnicę zwrotną dodaje się 5,3 cm<sup>3</sup> (5,7 g; 0,056 mola) bezwodnika octowego. Po dodaniu bezwodnika mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia. Zawartość kolby zestala się w miarę oziębiania. Wytracone krystaliczne igły odsąca się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa toluenem aż do zaniku zapachu kwasu octowego i suszy. Surowy produkt krystalizuje się z etanolu.

Otrzymuje się 7,2 g (98% wyd. teoret.) białego krystalicznego produktu o temp. topnienia 149-151°C.

Piśmiennictwo: W. Polackowa (red.): Preparatyka organiczna. PWT, Warszawa 1954, s. 474

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

#### **5. Utylizacja odpadów:**

Wodny po odsączeniu produktu wylać do kwaśnych zlewek wodno-organiczych. Roztwór pokryształizacyjny należy wylać do zlewek organicznych niezawierających chlorowce.

### **C. Sporządzenie raportu**

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie pisemnej po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

### **D. Ocena ćwiczenia**

Aby zaliczyć ćwiczenie należy zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.