

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA I IDENTYFIKACJA 4-NITROACETANILIDU

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy 4-nitroacetanilidu z acetanilidu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja substytucji elektrofilowej aromatycznej, struktury mezomeryczne,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności: z praca ze stężonymi kwasami.

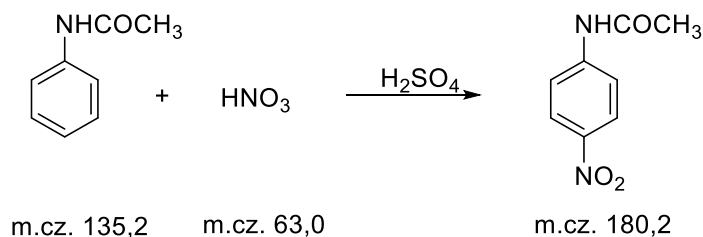
Stężone kwasy: siarkowy i azotowy posiadają silne właściwości żrące, dlatego praca z nimi wymaga szczególnej ostrożności. W razie bezpośredniego kontaktu ze skórą, kwas trzeba spłukać obficie wodą oraz wodą z mydłem.

Kwas octowy lodowaty działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Powoduje trudno gojące się oparzenia. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody i umyć wodą z mydłem.

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

### B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: zlewki, termometr, łaźnia wodno-lodowa, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: acetanilid, lodowaty kwas octowy, stężony kwas azotowy, stężony kwas siarkowy, etanol.

4. Sposób wykonania:

**Uwaga:** ćwiczenie należy wykonywać pod dygestorium.

W zlewce o poj. 50 cm<sup>3</sup> należy przygotować mieszaninę nitrującą przez sporządzenie roztworu 4,8 cm<sup>3</sup> (6,7 g; 0,107 mola) stężonego kwasu azotowego (V) w 1,8 cm<sup>3</sup> (3,3 g; 0,033 mola) stężonego kwasu siarkowego (VI). Mieszaninę nitrującą chłodzi się do temperatury pokojowej. Do zlewki o poj. 150 cm<sup>3</sup>, umieszczonej na mieszadle magnetycznym, dodaje się 6,5 g (0,048 mola) rozdrobnionego acetanilidu

oraz 6,5 cm<sup>3</sup> (6,8 g; 0,11 mola) lodowatego kwasu octowego. Mieszając dodaje się powoli z cylindra 13 cm<sup>3</sup> (23,9 g; 0,24 mola) stężonego kwasu siarkowego (VII). W trakcie dodawania kwasu temperatura mieszaniny wzrasta i acetanilid powoli się rozpuszcza. Zlewkę chłodzi się w łaźni wodno-lodowej do temp. 0°C dalej mieszając. Mieszaninę nitrującą dodaje się powoli pipetą do zlewki z rozpuszczonym acetanilidem. Reakcja jest egzotermiczna, lecz temperatura nie powinna przekroczyć 10°C. Po zakończeniu wkraplania wyjmuje się zlewkę z łaźni wodno-lodowej i pozostawia w temperaturze pokojowej przez 30 minut. Następnie mieszaninę wlewa się do zlewki zawierającej 130 cm<sup>3</sup> wody z lodem i pozostawia na 30 min., co pewien czas mieszając. Powstały osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa trzykrotnie porcjami po 50cm<sup>3</sup> zimnej wody, starannie odciska i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 5,5 g surowego 4-nitroacetanilidu. Produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu, otrzymując 5,2 g (60% wyd. teoret.) czystego związku o temp. topnienia 214-215°C.

Piśmiennictwo: M. Mąkosza: Synteza organiczna. PWN, Warszawa 1972, s.254

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

#### 5. Utylizacja odpadów:

Roztwór po przesączeniu preparatu zawierający rozcieńczone kwasy oraz resztki nie przereagowanego acetanilidu należy przelać do pojemnika na kwaśne roztwory wodno-organiczne.

### 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 trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.