

Instrukcja do ćwiczenia nr 3

SYNTEZA I IDENTYFIKACJA CHROMATOGRAFICZNA (TLC)

N-FENYLOACETAMIDU (ACETANILIDU)

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy *N*-fenyloacetamidu z aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację,
3. identyfikacja chromatograficzna produktu i substratu.

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 kwasem i bezwodnikiem octowym i aniliną.

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.

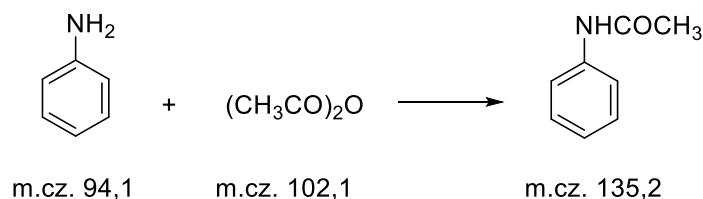
Bezwodnik octowy działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody.

Anilina działa toksycznie na drogi oddechowe, w kontakcie ze skórą i po połknięciu.

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

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o poj. 30 cm³, chłodnica zwrotna, zlewka o poj. 100 cm³, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: anilina, bezwodnik octowy, lodowaty kwas octowy, pył cynkowy, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

W kolbie kulistej o pojemności 30 cm³ zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 1,0 cm³ (1,02 g, 10,8 mmoli) aniliny, 1,0 cm³ (1,08 g, 10,8 mmoli) bezwodnika octowego, 1,0 cm³ (1,05 g, 17,5 mmoli) lodowatego kwasu octowego i 0,01 g pyłu cynkowego [I]. Mieszaninę ogrzewa się w temperaturze wrzenia przez 30 minut, a następnie gorącą ciecz wylewa się cienkim strumieniem do zlewki o pojemności 100 cm³ zawierającej 25 cm³ zimnej wody. Zawartość zlewki należy mieszać bagietką. Po oziębieniu (w łaźni wodno-lodowej) surowy

produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa niewielką ilością zimnej wody, dobrze odciska i suszy na powietrzu.

Otrzymuje się 1,3 g białego krystalicznego produktu o temp. topnienia 112-113°C. Produkt krystalizuje się z mieszaniny woda – etanol (5:1) otrzymując 1,05 g (71% wyd. teoret.) czystego produktu o temp. top. 114-115°C.

Uwagi:

[I] Cynk redukuje barwne zanieczyszczenia aniliny i zapobiega jej utlenianiu podczas reakcji.

Piśmiennictwo: A. I. Vogel, Preparatyka organiczna WNT, Warszawa 1984, s. 585.

5. Analiza chromatograficzna cienkowarstwowa:

Na przygotowaną płytkę chromatograficzną pokrytą Al_2O_3 należy nałożyć punktowo przy użyciu kapilarek szklanych niewielkie ilości etanolowych roztworów substratu i produktu. Po odparowaniu rozpuszczalnika płytkę wkłada się do komory chromatograficznej wypełnionej chlorkiem metylenu (CH_2Cl_2). Płytkę należy rozwijać do wysokości 0,5 cm od jej górnej krawędzi. Moką płytkę przenosi się pod dygestorium w celu odparowania rozpuszczalnika. Otrzymany chromatogram ogląda się w świetle lampy UV przy długości fal 254 i 365 nm. Określa się barwy plamek chromatogramu i mierzy wartości współczynnika R_f , jako stosunek drogi przebytej przez plamki związków do drogi przebytej przez czoło rozpuszczalnika.

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 roztwór kwasu octowego po odsączeniu produktu wylać do kwaśnych zlewek wodno-organicznych. Roztwór pokryształacyjny należy wylać do zlewek organicznych niezawierających chlorowca.

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.