

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA *N*-BENZOILO-*p*-TOLUIDYNY

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy *N*-benzoilo-*p*-toluidyny z *p*-toluidyny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja 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 chlorem benzoilu i wodorotlenkiem sodu.

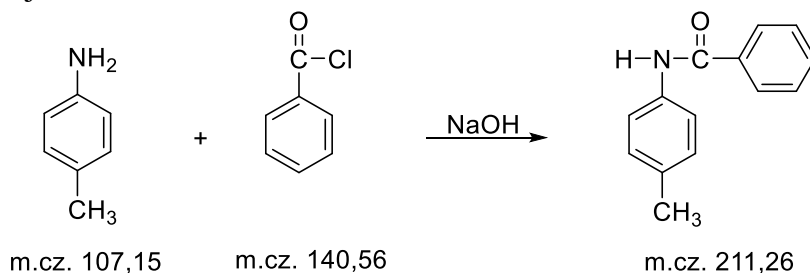
Wodorotlenek sodu wykazuje działanie żrące i może powodować poważne oparzenia. Miejsce oblane należy spłukać dużą ilością zimnej wody.

Chlorek benzoilu powoduje podrażnienia błon śluzowych (silny lakrymator).

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

### B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba stożkowa o poj. 100 cm<sup>3</sup> z dopasowanym szklanym korkiem, cylinder miarowy, pipeta, zestaw do krystalizacji, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: *p*-toluidyna, wodorotlenek sodu, chlorek benzoilu, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

**Uwaga:** syntezę należy prowadzić pod dygestorium.

W kolbie stożkowej umieszcza się 3,20 g (0,03 mola) *p*-toluidyny, 25 cm<sup>3</sup> 10% wodnego roztworu wodorotlenku sodu i dodaje 4,20 g (3,50 cm<sup>3</sup>; 0,03 mola) chlorku benzoilu; naczynie zamyka się korkiem i wstrząsa energicznie przez 10-15 minut co pewien czas otwierając korek. W czasie reakcji wydziela się ciepło. Surowa pochodna benzoilowa wytrąca się w postaci białego osadu. Po ukończeniu reakcji, tj. gdy zaniknie zapach chlorku benzoilu (wąchać ostrożnie), należy sprawdzić czy mieszanina reakcyjna ma odczyn alkaliczny. Produkt odsącza się na lejku sitowym pod zmniejszonym ciśnieniem (w razie potrzeby masę na sączku rozdrabnia się), przemywa dwukrotnie porcjami po 50 cm<sup>3</sup> wody. Surowy produkt krystalizuje

się z etanolu. Wydzielone kryształy odsącza się i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 4,50 g. (wyd. 69%) *N*-benzoilo-*p*-toluidyny o temperaturze topnienia 156-158°C.

Piśmiennictwo: A.I Vogel: Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1984, s.584.

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

#### **5. Utylizacja odpadów:**

W przypadku naczyń laboratoryjnych mających kontakt z chlorkiem benzoilu należy przepłukać je 10% wodnym roztworem wodorotlenku sodu, otrzymany roztwór wylać do alkalicznych zlewek wodno-organiczných.

### **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.