

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA N-FENYLOGLICYNY

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy *N*-fenyloglicyny z aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcja substytucji nukleofilowej ( $S_N1$ ,  $S_N2$ ),
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności praca z kwasem chlorooctowym, wodorotlenkiem sodu i aniliną. Pracować należy w rękawicach gumowych i okularach ochronnych.

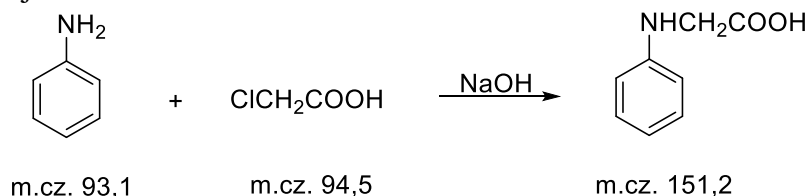
Kwas chlorooctowy działa toksycznie w kontakcie ze skórą. Miejsce zanieczyszczenia spłukać dużą ilością zimnej wody. Nie stosować mydła, ani środków zobojętniających.

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

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

### B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o poj. 100 cm<sup>3</sup>, termometr, chłodnica zwrotna, zestaw do krystalizacji, zestaw do sączenia po zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: kwas chlorooctowy, wodorotlenek sodu, anilina.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Do kolby kulistej o poj. 100 cm<sup>3</sup> umieszczonej w łaźni wodnej wsypuje się 9,5 g (0,1 mola) kwasu chlorooctowego i wlewa 25 cm<sup>3</sup> zimnej wody. Następnie kroplami dodaje się zimny roztwór 4g (0,1 mola) wodorotlenku sodu w 20 cm<sup>3</sup> wody utrzymując temperaturę poniżej 10°C.. Do powstałego roztworu chlorooctanu sodu dodaje się 9,1 cm<sup>3</sup> (9,3 g, 0,1 mola) aniliny i całość ogrzewa do łagodnego wrzenia pod chłodnicą zwrotną, aż roztwór stanie się homogeniczny (ok. 1 godziny). Roztwór pozostawia się do oziębienia co jakiś czas pocierając ścianki kolby bagietką szklaną.

Gdy krystalizacja zostanie zapoczątkowana mieszaninę chłodzi się wodą z lodem do całkowitego zestalenia osadu. Wydzielony osad odsącza się na lejku sitowym, przemywa niewielką ilością lodowatej wody i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 12 g surowej *N*-

fenyloglicyny o temp. topnienia 110-115°C, co stanowi 79% wyd. teoret. Surowy produkt krystalizuje się z wody otrzymując *N*-fenyloglicynę o temp. top. 125-126°C.

Piśmiennictwo: M. Mąkosza, Synteza Organiczna PWN, Warszawa 1972, s. 267.

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 odsączeniu produktu (roztwór chlorku sodu) można 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 należy zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.