

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA N-FENYLOACETAMIDU (ACETANILIDU)

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy *N*-fenyloacetamidu z aniliny,
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 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.

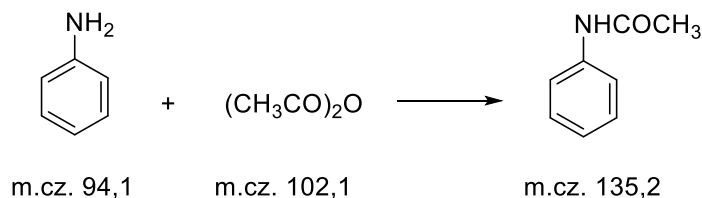
Bezwodnik octowy działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody.

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. 50 cm<sup>3</sup>, chłodnica zwrotna, zlewka o poj. 400 cm<sup>3</sup>, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, zestaw do krystalizacji.

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

4. Wykonanie ćwiczenia:

W kolbie kulistej o poj. 50 cm<sup>3</sup> zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 6 cm<sup>3</sup> (6,1 g, 0,065 mola) aniliny, 6 cm<sup>3</sup> (6,48 g, 0,065 mola) bezwodnika octowego, 6 cm<sup>3</sup> (6,3 g, 0,105 mola) lodowatego kwasu octowego i 0,05 g pyłu cynkowego [I]. Mieszaninę ogrzewa się w temperaturze wrzenia przez 30 minut, a następnie gorącą cieczą wylewa się cienkim strumieniem do zlewki o poj. 400 cm<sup>3</sup> zawierającej 150 cm<sup>3</sup> 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 7,8 g białego krystalicznego produktu o temp. top. 112-113°C. Produkt krystalizuje się z mieszaniny woda – etanol (5:1) otrzymując 6,3 g (71% wyd. teoret.) czystego produktu o temp. topnienia 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.

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 pokryształizacyjny 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.