

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA BENZYLIDENOANILINY

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy benzylidenoaniliny z aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

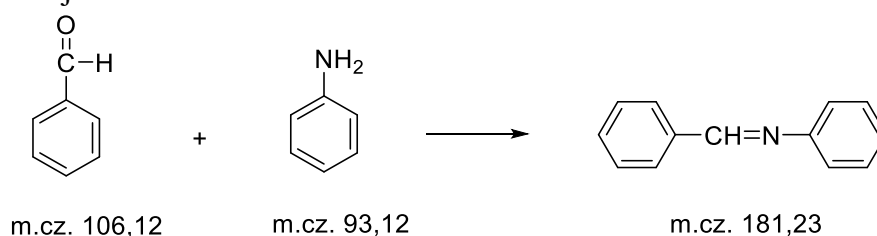
1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje związków karbonylowych z aminami,
2. techniki laboratoryjne: mieszanie, sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem oraz krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności z pracą z aldehydem benzoesowym i aniliną.

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 stożkowa o poj. 50 cm<sup>3</sup> z dopasowanym korkiem, zlewka, zestaw do krystalizacji, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem.

3. Odczynniki: aldehyd benzoesowy, anilina, etanol.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

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

W kolbie stożkowej o poj. 50 cm<sup>3</sup> umieszcza się 6,62 g (6,31 cm<sup>3</sup>; 0,06 mola) aldehydu benzoesowego i 5,90 g (5,75 cm<sup>3</sup>; 0,06 mola) aniliny. Kolbę zamyka się korkiem i energicznie wytrząsa przez 15 minut. Po tym czasie mieszaninę wylewa się do 11 cm<sup>3</sup> etanolu umieszczonego w zlewce, po kilku minutach wytrąca się osad. Mieszaninę zostawia się na około 10 minut w temperaturze pokojowej, a następnie chłodzi w wodzie z lodem. Prawie całkowicie zestaloną krystaliczną masę przenosi się na lejek sitowy, odsąca, starannie odciska i suszy na powietrzu. Otrzymuje się czystą benzylidenoanilinę o temperaturze topnienia 52°C w ilości 9,50 g (wyd. 84%).

Piśmiennictwo: M. Mąkosza: Synteza organiczna. PWN, Warszawa 1972, s.271.

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

#### **5. Utylizacja odpadów:**

Przesącz należy przelać do pojemnika na zlewki organiczne bez 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, trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.