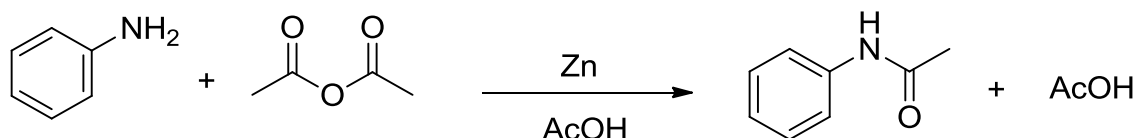


KRYSTALIZACJA – SYNTEZA ACETANILIDU

Wymagania teoretyczne:

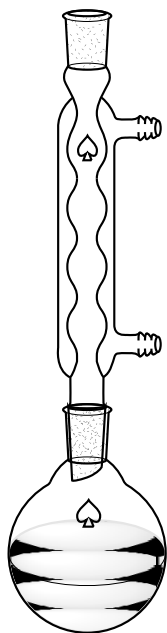
- ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną, sposoby ogrzewania mieszanin reakcyjnych, zestawy aparatury,
- dobór rozpuszczalnika do krystalizacji,
- suszenie substancji stałych,
- oznaczanie temperatury topnienia, wpływ zanieczyszczeń na temperaturę topnienia.

Odczynniki, reagenty, rozpuszczalniki: anilina, 10 ml,
bezwodnik octowy, 10 ml,
lodowaty kwas octowy, 10 ml,
pył cynkowy, 0.05 g,
alkohol etylowy, 20 ml.

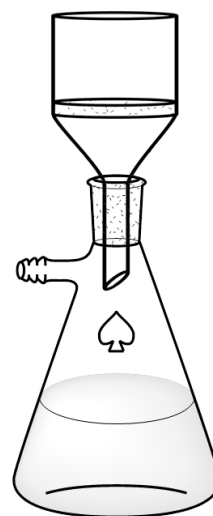


W kolbie kulistej o pojemności 250 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 0,05 g pyłu cynkowego, 10,5 g (10 ml) lodowatego kwasu octowego, 10,2 g (10 ml, 0,11 mola) aniliny i 10,8 g (10 ml, 0,10 mola) bezwodnika octowego (Uwaga, następuje gwałtowna reakcja i ogrzanie mieszaniny reakcyjnej; wykonywać pod wyciągiem!)

Mieszaninę ogrzewa się łagodnie do wrzenia przez 30 min, a następnie gorącą ciecz wlewa się cienkim strumieniem do zlewki o pojemności 0,5 l, zawierającej 250 ml wody z lodem, przy czym zawartość zlewki należy stale mieszać. Surowy produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem i przemywa niewielką ilością wody.



Schemat zestawu do ogrzewania
pod chłodnicą zwrotną.



Schemat zestawu do sączenia

Rekrytalizacja. Po dokładnym odcisnięciu na lejku Buchnera produkt przenosi się do kolby płaskodennej o pojemności 500 ml, dodaje 200 ml wody oraz 20 ml alkoholu etylowego i ogrzewa do wrzenia. Gorący, klarowny roztwór sączy się przez karbowany sączek do kolby płaskodennej o pojemności 250 ml w celu usunięcia nierozpuszczalnych zanieczyszczeń. Przesącz pozostawia się do krystalizacji do następnych zajęć.

Wydzielony krystaliczny acetanilid odsącza się na lejku Buchnera, przemywając niewielką ilością wody. Po dokładnym odcisnięciu osad przenosi się na zważoną szalkę Petriego i pozostawia do wysuszenia do następnych zajęć.

Suchy produkt waży się i oznacza temperaturę topnienia. Praktycznie otrzymuje się 10,5 g (70%) czystego związku o temperaturze top. 114 °C. Produkt pozostawia się do reakcji substytucji elektrofilowej (nitrowanie).