

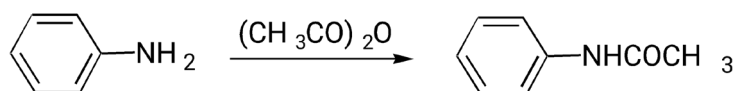
Název: Příprava 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu

Návod na práci

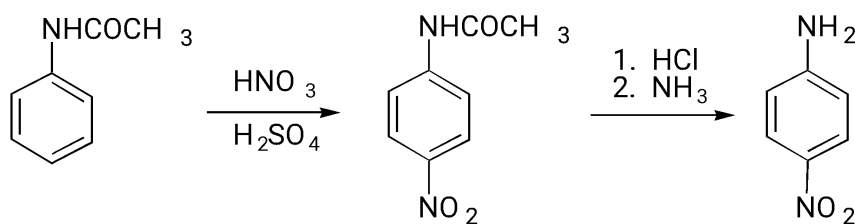
Zadání: Nitrací acetanilidu připravte 4-nitroacetanilid, který následnou kyselou hydrolyzou poskytnete 4-nitroanilin.

Teorie

Acetylace anilinu je adičně-eliminační reakce aromatického aminu s acetanhydridem za vzniku N-acetylanilinu (acetanilidu) podle rovnice:



Nitrace acetanilidu nitrační směsí probíhá regioselektivní do para-polohy elektrofilní aromatickou substitucí za vzniku 4-nitroacetanilidu, který je následně adičně-eliminační reakcí s vodou v kyselém prostředí hydrolyzován na 4-nitroanilin podle rovnice:



Pomůcky: Erlenmeyerova baňka se zátkou, odměrný válec, kádinka, Büchnerova nálevka, odsávací baňka, vodová vývěva, gumová manžeta, filtrační papír, varná baňka, varné hnízdo, laboratorní stojan, zpětný chladič, hadice pro přívod a odvod chladící vody, skleněná tyčinka, filtrační nálevka

Chemikálie: kyselina sírová (98 %), kyselina dusičná (65 %), kyselina chlorovodíková (35 %), acetanhydrid, anilin, amoniak, aktivní uhlí

Postup

1. Celou práci uskutečňujte s ochrannými brýlemi!

Acetylace anilinu

1. V Erlenmeyerově baňce smíchejte 4,6 g anilinu se 40 ml vody ak suspenzi za intenzivního míchání po částech přidejte 6,6 ml acetanhydridu. Po přidání veškerého acetanhydridu se reakční směs protřepává 10 min, při reakci můžete pozorovat samovolné vylučování krystalického produktu. K dokončení reakce nechte reakční směs stát 30 min.
2. Vyloučené krystalky odsajte na Büchnerově nálevce, z filtračního koláče vytlačte matečný louh a promyjte ho malým množstvím studené vody. Do další reakce použijte 5 g dobře promytého syrového acetanilidu.

Nitrace acetanilidu

1. V Erlenmeyerově baňce smíchejte 5 g surového vlhkého acetanilidu (odpovídá cca. 4 g suchého acetanilidu) s konc. H_2SO_4 (9 ml). Po rozpuštění téměř všeho acetanilidu obsah baňky ochlaďte a opatrně po kapkách přidejte nitrační směs připravenou opatrným smícháním 2,2 ml 65% HNO_3 s 2,2 ml konc. H_2SO_4 . Reakční směs intenzivně míchejte. Teplotu nitrace udržujte pod 35 °C.
2. Po přidání celého objemu nitrační směsi baňku vyjměte z chladicí koupele a nechte stát při teplotě laboratoře 10 minut. Potom reakční směs vylijte do čtyřnásobného objemu ledu a vody. Vypadlý 4-nitroacetanilid po promíchání odfiltrujte a promyjte malým množstvím vody.

Hydrolyza 4-nitroacetanilidu

1. Vlhký 4-nitroacetanilid přeneste do varné baňky, přidejte 30 ml vody a 20 ml konc. HCl, nasadte zpětný (Liebigův) chladič a reakční směs zahřívejte při teplotě varu na vzdušné lázni 30 minut. Vzniklý roztok vylijte do kádinky s 30 g ledu. 4-Nitroanilin izolujte zalkalizováním této směsi čpavkovou vodou. Vyloučený 4-nitroanilin odsajte na Büchnerově nálevce a vysušte.

Nakládání s chemickými látkami

Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
4-Nitroanilin	Pevný, surový (připravený žáky)	H301, H301 + H311 + H331, H311, H331, H373	P261, P273, P280, P301 + P310, P311
H_2SO_4	Kapalina, 98 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 +

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
 Akronym: ChemIQSoc
 Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
			P340 + P310, P305 + P351 + P338
HNO ₃	Kapalina, 65 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
HCl	Kapalina, 35 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
Acetanhydrid	Kapalina, 99 %	H226, H302, H314, H332	P280, P305 + P351 + P338, P310
Anilín	Kapalina, 97 %	H301, H311, H317, H318, H331, H351, H372, H400	P261, P273, P290, P301 + P310, P305 + P351 + P338, P311
Amoniak	Kapalina, 30 %	H314, H335, H410	P261, P271, P273, P280, P303 + P361 + P353, P305 + P351 + P338

Zdroje rizik a vyhodnocení závažnosti rizika

Při dodržení všech zásad pro práci s chemikáliemi a používání osobních ochranných pracovních prostředků (rukavice, brýle, plášť) nehrozí žádné riziko.

Způsob nakládání s odpady

Odpadní látky likvidujte v označené nádobě. Nespotřebované zbytky nevracejte do skladovacích lahví. Rozbité sklo likvidujte do označené nádoby.

Opatření k omezení rizika

Vyhnete se přímé expozici, používejte ochranné prostředky. Nevystavujte se dlouhodobé nebo opakované expozici. V případě nehody nebo pokud se necítíte dobře, okamžitě informujte učitele. Tyto látky nebo jejich obaly musí být likvidovány jako nebezpečný odpad. Nejezte, nepijte, nekuřte, po práci nebo při přerušení práce si umyjte ruce teplou vodou a mýdlem nebo je ošetřete reparačním krémem.

Pracovní list

Výpočty

- Vypočítejte objem anilinu odpovídající 4,6 g.
 $\rho(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}, 20^\circ\text{C}) = \dots\dots\dots \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
- Vypočítejte teoretický výtěžek 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu.
- Vypočítejte praktický výtěžek 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu v %.

Pozorování

- Popište vzhled a zápach produktů 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu.
- Vyhledejte základní fyzikálně-chemické vlastnosti produktů 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu.

Vlastnost	4-nitroacetanilid	4-nitroanilin
Rozpustnost ve vodě		
Rozpustnost v jiných rozpouštědlech		
Teplota tání		

Výtěžek

- Zaznamenejte hmotnost připraveného 4-nitroacetanilidu.
 $m(\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots \text{g}$
- Zaznamenejte hmotnost připraveného 4-nitroanilinu.
 $m(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2) = \dots\dots\dots \text{g}$

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Otázky

1. Napište reakce přípravy 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu.
2. Napište význam acetylace anilinu před nitrací.
3. Napište, proč je nitrace acetanilidu regioselektivní do para-polohy.
4. Vysvětlete, proč je třeba při nitraci udržovat teplotu pod 35 °C.
5. Napište, proč se 4-nitroacetanilid během hydrolyzy zahřívá v kyselém prostředí.
6. Navrhněte způsoby, jak byste ověřili čistotu konečného produktu 4-nitroanilinu.
7. Popište využití 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilinu.

Závěr

Shrňte stručně cíl experimentu, hlavní výsledky a porovnejte je s očekávanými hodnotami.

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Prohlášení o vyloučení odpovědnosti

Financováno Evropskou unií. Vyjádřené názory a postoje jsou názory a prohlášeními autora(ů) a nemusí nutně odrážet názory a stanoviska Evropské unie nebo Slovenské akademické asociace pro mezinárodní spolupráci, Národní agentury programu Erasmus+ pro vzdělávání a odbornou přípravu. Evropská unie ani organizace udělující grant za ně nepřebírají žádnou odpovědnost.