

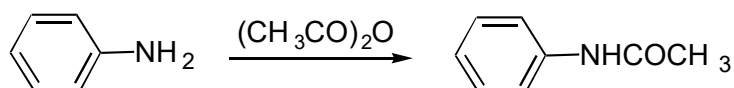
Názov: Príprava 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu

Návod na prácu

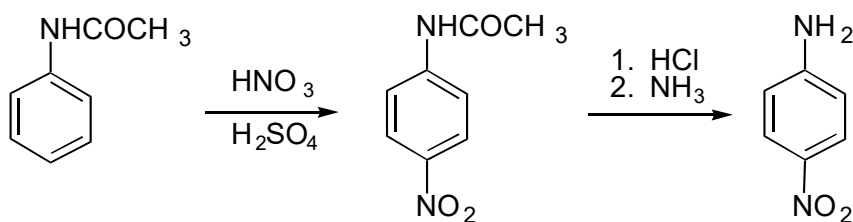
Zadanie: Nitráciou acetanilidu pripravte 4-nitroacetanilid, ktorý následnou kyslou hydrolyzou poskytne 4-nitroanilín.

Teória

Acetylácia anilínu je adično-eliminačná reakcia aromatického amínu s acetanhydridom za vzniku N-acetylanilínu (acetanilidu) podľa rovnice:



Nitrácia acetanilidu nitračnou zmesou prebieha regioselektívne do para-položky elektrofilnou aromatickou substitúciou za vzniku 4-nitroacetanilidu, ktorý je následne adično-eliminačnou reakciou s vodou v kyslom prostredí hydrolyzovaný na 4-nitroanilín podľa rovnice:



Pomôcky: Erlenmeyerova banka so zátkou, odmerný valec, kadička, Büchnerov lievnik, odsávací banka, vodná výveva, gumená manžeta, filtračný papier, varná banka, varné hniezdo, laboratórny stojan, spätný chladič, hadice na prívod a odvod chladiacej vody, sklenená tyčinka, pH papierik, filtračný lievnik

Chemikálie: kyselina sírová (98 %), kyselina dusičná (65 %), kyselina chlorovodíková (35 %), acetanhydrid, anilín, amoniak, aktívne uhlie

Postup

1. Celú prácu uskutočňujte s ochrannými okuliarmi!

Acetylácia anilínu

1. V Erlenmeyerovej banke zmiešajte 4,6 g anilínu so 40 ml vody a k suspenzii za intenzívneho miešania po častiach pridajte 6,6 ml acetanhydridu. Po pridaní všetkého acetanhydridu sa reakčná zmes pretrepáva 10 min, pri reakcii môžete pozorovať samovoľné vylučovanie kryštalického produktu. Na dokončenie reakcie nechajte reakčnú zmes stáť 30 min.
2. Vylúčené kryštáliky odsajte na Büchnerovom lieviku, z filtračného koláča vytlačte matečný lúh a premyte ho malým množstvom studenej vody. Do ďalšej reakcie použite 5 g dobre premytého surového acetanilidu.

Nitrácia acetanilidu

1. V Erlenmeyerovej banke zmiešajte 5 g surového vlhkého acetanilidu (zodpovedá cca. 4 g suchého acetanilidu) s konc. H_2SO_4 (9 ml). Po rozpustení takmer všetkého acetanilidu obsah banky ochlaďte a opatrne po kvapkách pridávajte nitračnú zmes pripravenú opatrným zmiešaním 2,2 ml 65 % HNO_3 s 2,2 ml konc. H_2SO_4 . Reakčnú zmes intenzívne miešajte. Teplotu nitrácie udržiavajte pod 35 °C.
2. Po pridaní celého objemu nitračnej zmesi banku vyberte z chladiaceho kúpeľa a nechajte stáť pri teplote laboratória 10 min. Potom reakčnú zmes vylejte do štvornásobného objemu ľadu a vody. Vypadnutý 4-nitroacetanilid po premiešaní odfiltrujte a premyte malým množstvom vody.

Hydrolyza 4-nitroacetanilidu

1. Vlhký 4-nitroacetanilid preneste do varnej banky, pridajte 30 ml vody a 20 ml konc. HCl , nasadte spätný (Liebigov) chladič a reakčnú zmes zahrievajte pri teplote varu na vzdušnom kúpeli 30 minút. Vzniknutý roztok vylejte do kadičky s 30 g ľadu. 4-nitroanilín izolujte zalkalizovaním tejto zmesi čpavkovou vodou. Vylúčený 4-nitroanilín odsajte na Büchnerovom lieviku a vysušte.

Nakladanie s chemickými látkami

Chemikália	Forma	H-vety	P-vety
4-Nitroanilín	Tuhý, surový (pripravený žiakmi)	H301, H301 + H311 + H331, H311, H331, H373	P261, P273, P280, P301 + P310, P311
H_2SO_4	Kvapalina, 98 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
HNO_3	Kvapalina, 65 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 +

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

Zdroje rizík a vyhodnotenie závažnosti rizika

Pri dodržaní všetkých zásad pre prácu s chemikáliami a používaní osobných ochranných pracovných prostriedkov (rukavice, okuliare, plášť) nehrozí žiadne riziko.

Spôsob nakladania s odpadmi

Odpadové látky likvidujte v označenej nádobe. Nespotrebované zvyšky nevracajte do skladovacích fliaš. Rozbité sklo likvidujte do označenej nádoby.

Opatrenia k obmedzeniu rizika

Vyhňte sa priamej expozícii, používajte ochranné prostriedky. Nevystavujte sa dlhodobej alebo opakovanej expozícii. V prípade nehody alebo ak sa necítite dobre, okamžite informujte učiteľa. Tieto látky alebo ich obaly sa musia likvidovať ako nebezpečný odpad. Nejedzte, nepite, nefajčite, po práci alebo pri prerušení práce si umyte ruky teplou vodou a mydlom alebo ich ošetrte reparačným krémom.

Pracovný list

Výpočty

1. Vypočítajte objem anilínu zodpovedajúci 4,6 g.
 $\rho(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}, 20^\circ\text{C}) = \dots\dots\dots \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
2. Vypočítajte teoretický výťažok 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu.
3. Vypočítajte praktický výťažok 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu v %.

Pozorovanie

1. Popíšte vzhľad a zápach produktov 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu.
2. Vyhládajte základné fyzikálnochemické vlastnosti produktov 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu.

Vlastnosť	4-nitroacetanilid	4-nitroanilín
Rozpustnosť vo vode		
Rozpustnosť v iných rozpúšťadlách		
Teplota topenia		

Výťažok

1. Zaznamenajte hmotnosť pripraveného 4-nitroacetanilidu.
 $m(\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3) = \dots\dots\dots \text{g}$
2. Zaznamenajte hmotnosť pripraveného 4-nitroanilínu.
 $m(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2) = \dots\dots\dots \text{g}$

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Otázky

1. Napíšte reakcie prípravy 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu.
2. Napíšte význam acetylácie anilínu pred nitráciou.
3. Napíšte, prečo je nitrácia acetanilidu regioselektívna do para-polohy.
4. Vysvetlite, prečo je potrebné pri nitrácii udržiavať teplotu pod 35 °C.
5. Napíšte, prečo sa 4-nitroacetanilid počas hydrolyzy zahrieva v kyslom prostredí.
6. Navrhnite spôsoby, ako by ste overili čistotu konečného produktu 4-nitroanilínu.
7. Popíšte využitie 4-nitroacetanilidu a 4-nitroanilínu.

Záver

Zhrňte stručne cieľ experimentu, hlavné výsledky a porovnajte ich s očakávanými hodnotami.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Vyhlásenie o vylúčení zodpovednosti

Financované Európskou úniou. Vyjadrené názory a postoje sú názormi a vyhláseniami autora(-ov) a nemusia nevyhnutne odrážať názory a stanoviská Európskej únie alebo Slovenskej akademickej asociácie pre medzinárodnú spoluprácu, Národnej agentúry programu Erasmus+ pre vzdelávanie a odbornú prípravu. Európska únia ani organizácia udeľujúca grant za ne nepreberajú žiadnu zodpovednosť.