

Herstellung von Acetanilid

1. Methode

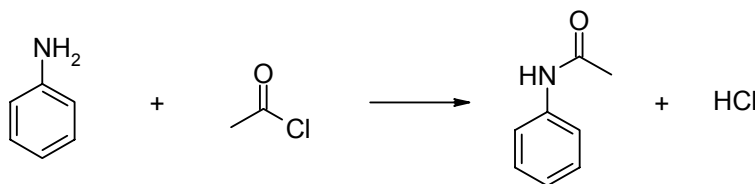
Acetylierung eines Anilins zum entsprechenden Amid.

2. Einleitung

Anilin wird mit Acetylchlorid in Toluol zu Acetanilid umgesetzt. Das Rohprodukt wird anschliessend durch Umkristallisation gereinigt. Die Reinheit des Rohproduktes und des gereinigten Produktes wird mittels Dünnschichtchromatografie und Schmelzpunkt kontrolliert.

- Verlangt werden:
- Synthese-Protokoll
- Rohprodukt in g
- Reinprodukt in g und %
- Schmelzpunkt Reinprodukt
- Auswertung DC (Kopie der DC-Platte im Syntheseprotokoll)
- DC-Platte abgepackt (minigrip-Beutel ist am Arbeitsplatz)
- Reinprodukt abgefüllt und beschriftet (Fläschchen mit Etikette ist am Arbeitsplatz)

3. Prinzip



4. Reagenzien

Anilin	(Fluka Nr. 10400)
Acetylchlorid	(Fluka Nr. 00990); ätzend
Toluol getrocknet	(Merck Nr. 108325)
Essigsäureethylester	(Merck Nr. 109623)

5. Sicherheit / Ökologie

Es sind die geeigneten Sicherheitsmassnahmen zu treffen und alle Verrichtungen in der Kapelle durchzuführen.

Achtung: Bei der Reaktion entsteht HCl als Nebenprodukt.

6. Arbeitsvorschrift

In einer geeigneten Apparatur werden 21.5 mmol Anilin in 50 mL Toluol (getrocknet) bei RT vorgelegt. Dann werden 23.7 mmol Acetylchlorid, gelöst in 10 mL Toluol (getrocknet), innert 15 Minuten zugetropft. Danach wird zum Rückfluss erhitzt und 60 Minuten bei Rückfluss nachgerührt. Das Produkt kristallisiert beim Abkühlen. Das Produkt wird abgenutscht, mit der Mutterlauge übergeführt und gut trocken gesaugt.

Das erhaltene Rohprodukt wird aus 30 mL Toluol (getrocknet) umkristallisiert.

Vom getrockneten Produkt wird der Schmelzpunkt bestimmt und eine Reinheitskontrolle (inkl. Rohprodukt und Mutterlauge der Umkristallisation) mittels Dünnschichtchromatogramm auf POLYGRAM SIL G (40 x 80 mm), Laufmittel: Toluol / Essigsäureethylester (1:1), durchgeführt. DC-Lösungen in Essigsäureethylester.

Herstellung von Acetanilid - Expertenblatt

KandidatIn :

Note Arbeitstechnik :

Bewertungskriterien	<ul style="list-style-type: none"> • Sollvorgabe für die Note 6 • Punkte, welche nicht erfüllt wurden 	Note
Sauberkeit und Ordnung	Sauberes Einwiegen, Pipettieren, Filtrieren und Umfüllen Saubere Ordnung in Kapelle und im Labor, Behälter beschriftet	2 bis 6
nicht erfüllte Punkte:		
Sicherheit und Umwelt	Brille, Schurz, Handschuhe beim Umgang mit Acetylchlorid, Anilin und Acetanilid; Arbeiten in der Kapelle Acetylchlorid, Anilin und Mutterlauge in LM-Abfälle entsorgen	2 bis 6
nicht erfüllte Punkte:		
Apparatur Umsetzung Apparatur Umkrist.	Mind. 3-Halskolben, Temp.-Fühler taucht ein und ist ablesbar, Acetylchloridlösung tropft direkt ins Reaktionsgemisch, Rückflusskühler und Tropftrichter 1 oder 2-Halsruko, Rückflusskühler, Trockenrohr für Umkristallisation	2 bis 6
nicht erfüllte Punkte:		
Vorschrift einhalten (Zeit und Temperatur)	Innert 10 bis 15 Min. zutropfen, 1 h bei Rückfluss, Badtemp. max. 125 °C Produkt bei RT nur mit Mutterlauge überführen	2 bis 6
nicht erfüllte Punkte:		
HCl-Ableitung resp. Vernichtung	HCl wird abgeleitet oder vernichtet und HCl-Abspaltung wird beobachtet (pH-Papier oder mit Blasenähler) HCl-Ableitung resp. Vernichtung <u>oder</u> Beobachtung HCl-Abspaltung fehlt HCl-Ableitung resp. Vernichtung <u>und</u> Beobachtung HCl-Abspaltung fehlt	6 4 2
nicht erfüllte Punkte:		
Methodik Umkristallisation	Toluol abmessen, heiss lösen Temp.-Bad max. 110 °C, ev. heiss filtrieren oder umfüllen, langsam abkühlen, bei RT filtrieren, mit ML überführen, trocken saugen und 2 - 3 x mit kaltem Toluol waschen	2 bis 6
nicht erfüllte Punkte:		
Ansatzberechnung	2.0 g Anilin 1.9 g / 1.7 mL Acetylchlorid	erste Berechnung korrekt ? Ja oder Nein zweite Berechnung korrekt ? Ja oder Nein
Materialnachbezug	Anilin / Acetylchlorid	Ja oder Nein
zusätzliche Bemerkungen		

Benotungsschlüssel:	sehr gut gut genügend ungenügend schwach/unbrauchbar	6 5 4 3 2	alle Punkte erfüllt 1 Punkt nicht erfüllt 2 Punkte nicht erfüllt 3 – 4 Punkte nicht erfüllt mehr als 4 Punkte nicht erfüllt
---------------------	--	-----------------------	---

Note Arbeitstechnik = Summe der Noten durch Anzahl Noten gerundet auf 0.5.

Kann ein Bewertungskriterium nicht bewertet werden, so bleibt es leer (z.B. nicht gesehen).

Merke:

- DC wird nur in der Resultat- und Protokollnote bewertet
- Ansatzberechnung vor Beginn kontrollieren
- Reaktionsapparatur vor Arbeitsbeginn kontrollieren und ev. korrigieren (Sicherheitscheck)
- Die Experten sollen falsche Ansatzberechnung oder Materialnachbezug im Bewertungsprotokoll klar vermerken (Ja / Nein) aber keine Notenabzüge bei der Arbeitstechnik vornehmen. Diese Abzüge werden vom Expertenteam bei der endgültigen Auswertung berücksichtigt.

Allgemeine Informationen für die Expertinnen und Experten:

- Gewichtung: Arbeitstechnik 40 %
 Protokoll 30 %
 Resultat 30 %

- Abzüge Note Arbeitstechnik: 0.5 Note für 1. falsche Ansatzberechnung
 0.5 Note für 2. Rechenfehler (Angabe durch Experten nötig)
 1.0 Note für Materialnachbezug (Anilin / Acetylchlorid)

- Möglichkeiten für HCl-Ableitung resp. Vernichtung:
 - Rückflusskühler mit Ableitung in Kapellenabluft oder auf H₂O aufleiten oder
 - in H₂O mit Unterdrucksicherung einleiten oder
 - absaugen über Trichter mit Wasserstrahlvakuum
- Reaktionsgemisch kann über Nacht stehen gelassen werden
- Im Vakuumtrockenschrank oder am Rotavapor bis zur Gewichtskonstanz trocknen
- Ausbeute 2.5 g Reinprodukt (weissliches Kristallinat)
- Theoretische Ausbeute: 21.5 mmol = 2.9 g Acetanilid
- Theoretischer Schmelzpunkt: 113 – 116 °C
- DC: RF Edukt ca. 0.7, RF Produkt ca. 0.3
- Arbeitszeit max. 5 h