

E14 苯胺及衍生物之製備

提升效能之個人化流程 (PPAP)

Personal Procedure of Accelerating Performance

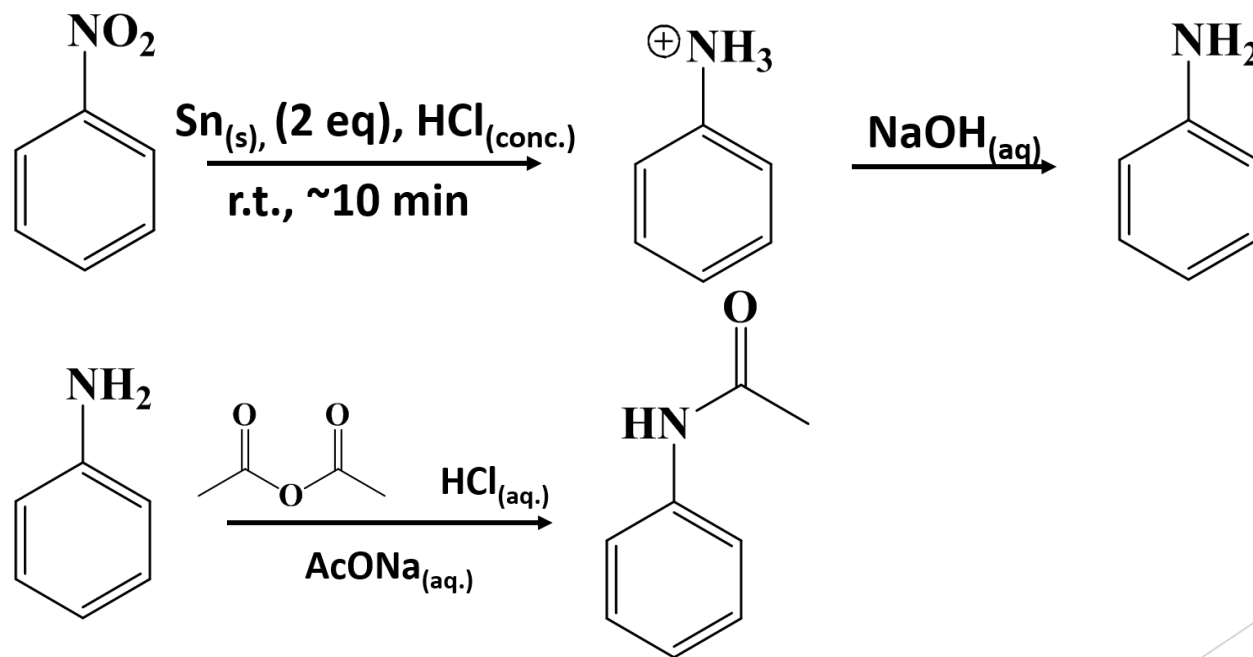
- ▶ 要讓攪拌子確實攪拌，否則錫Tin (下層) 無法和硝基苯 (上層) 反應。
- ▶ 蒸餾的架設順序：升降台 → hot plate (stir only) → 加熱包 → 反應瓶 → 三叉管 → 冷凝管 → 抽氣聯管 → 收集瓶。
- ▶ 蒸餾的時候可以先去取食鹽水 sat. NaCl_(aq)、乙醚 ether。
- ▶ 苯胺容易在空氣中氧化，會呈現黃色、橘色、紅色、咖啡色。請在蒸餾跟萃取的時候動作加快。
- ▶ 今天是用 Büchner funnel 做抽氣過濾，不需要剪小濾紙。
- ▶ 再結晶時，以 50 mL 錐形瓶 當容器，記得加入攪拌子幫助攪拌，注意熱水浴水位要高於錐形瓶內的水位。
- ▶ 再結晶的操作：先加入 5~10 mL 蒸餾水後放入 80~90°C 的熱水浴當中，『若等候 3 分鐘後仍未全溶，則再加入 5 mL 蒸餾水 (冷熱皆可)，再等待 3 分鐘。重複此步驟直至全溶或加入 30 mL。』

實驗目的及原理

▶ 實驗目的：

練習多步驟製備法，由**硝基苯**經**還原反應**、**乙醯化反應**、**硝化反應**和**水解反應**而製得**對硝基苯胺**。

▶ 實驗原理：



實驗流程

I. Aniline

(1) 2.0 mL nitrobenzene
9 mL $\text{HCl}_{(\text{conc.})}$

(2) Ice bath
100 mL 圓底瓶

(3) 4.7 g $\text{Sn}_{(\text{s})}$

Make sure condenser is dry

(4) Stir at room temp. until oil drop disappear (~ 10 min)
stir

(5) 30 ~ 50 mL DI water
緩慢添加

(6) 13 mL 9 M NaOH

(7) Basic ?

實驗流程

Steam distillation

The equipment is as same as simple distillation.

To purify the compound: insoluble in water & high m.p..

when $P_{\text{外}} = P_A + P_B$,

A: insoluble in water, and $P_{100\text{ }^\circ\text{C}} > 5\text{ torr}$

A 可在 100°C 以下和**水蒸氣**共同蒸出而分離

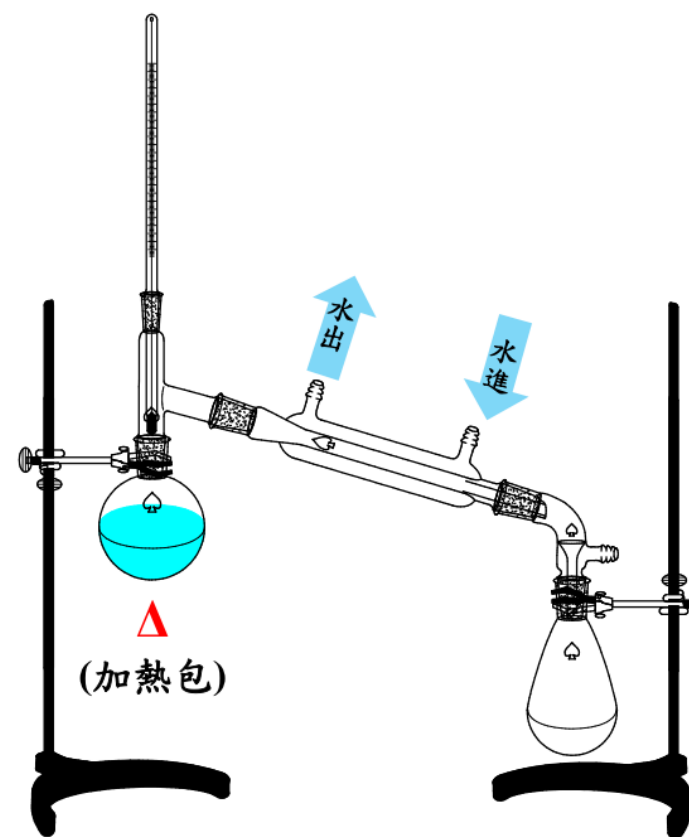
苯胺 (bp $184.1\text{ }^\circ\text{C}$) $P_{98.4\text{ }^\circ\text{C}} = 42\text{ torr}$

水 (bp $100.0\text{ }^\circ\text{C}$) $P_{98.4\text{ }^\circ\text{C}} = 718\text{ torr}$

依 Dalton's law of partial pressure:

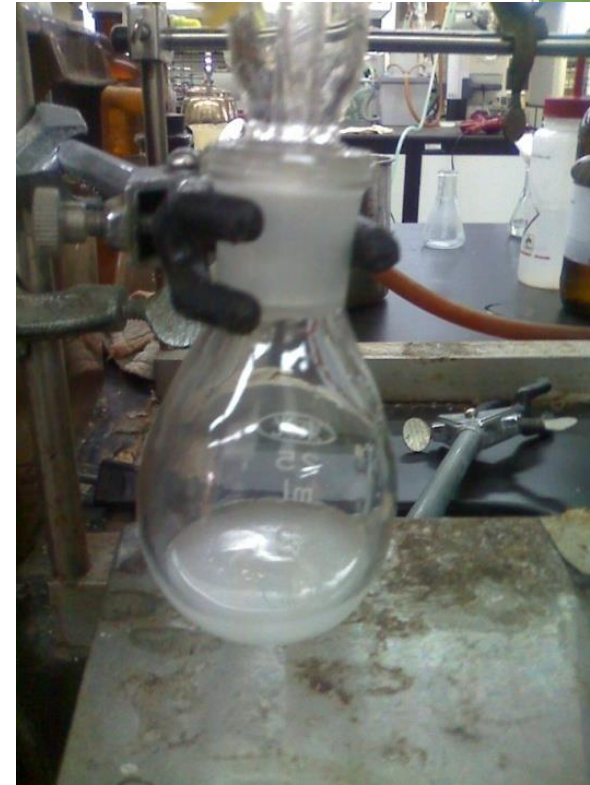
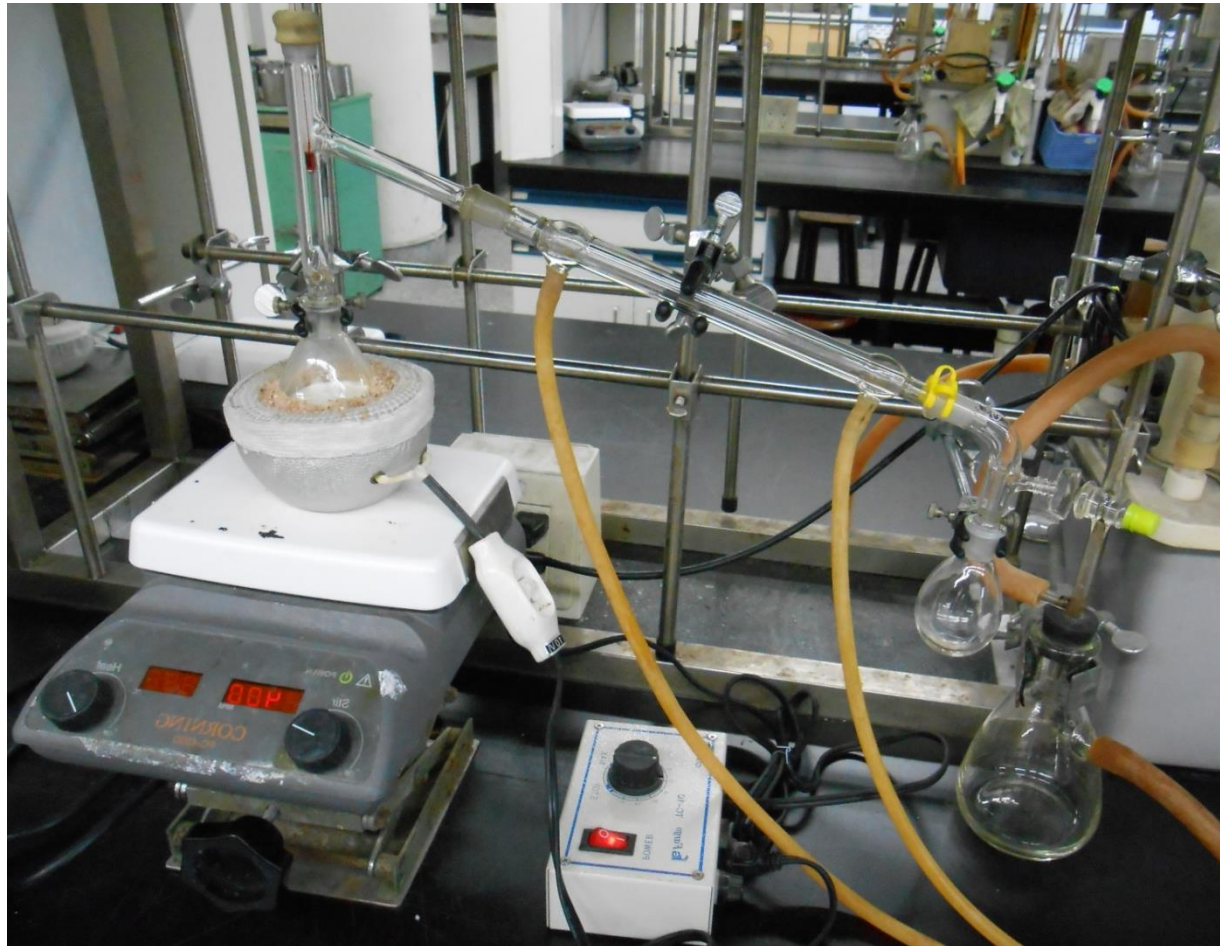
$$\frac{P_A}{P_{H_2O}} = \frac{n_A}{n_{H_2O}}$$

3 g 的苯胺可被
10 g 的水蒸氣帶出來。



實驗流程

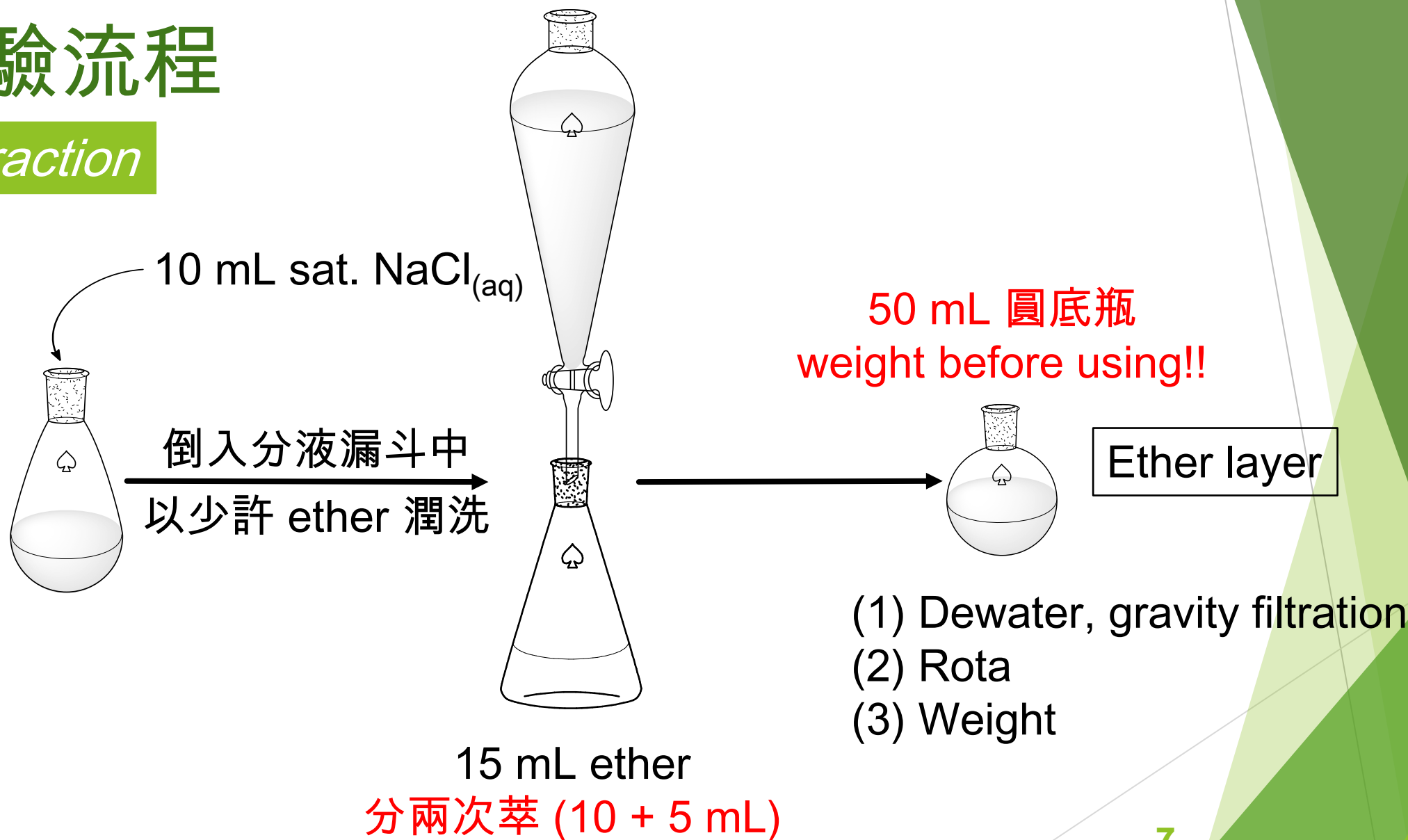
Steam distillation



使用 25 mL 圓底瓶為接收瓶。
剛開始蒸出乳白色混濁餾液，
收集至餾液變透明澄清為止。
(約 15 mL)

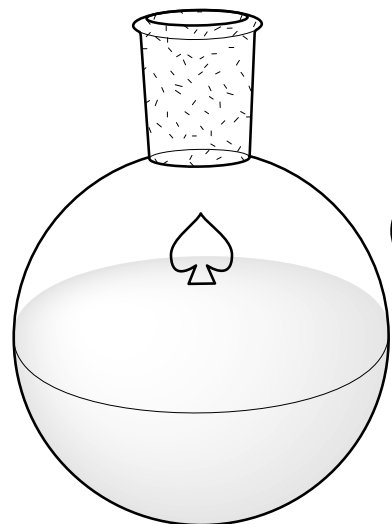
實驗流程

Extraction



實驗流程

II. Acetanilide



(3) 1.2 mL Ac_2O

(4) 立刻加入配好的 $\text{CH}_3\text{COONa}_{(\text{aq})}$
(1.1 g AcNa / 6 mL aqueous solution)

(5) Stir at room temp. (~10 mins)

※此時應有結晶出現

(2) Acidic ?

(1) 1.0 g aniline
27 mL water
0.9 mL $\text{HCl}_{(\text{conc.})}$

(6) Ice bath

(7) Suction filtration (Büchner funnel)

(8) Recrystallization (< 30 mL)

(9) m.p. (*lit.* 114°C) and weight

注意事項

1. 硝基苯、苯胺有**高毒性**，易從皮膚吸收，須在hood內取(使)用。
2. **濃鹽酸**、**醋酸酐**於 hood中 小心量取，避免吸入蒸氣。
3. **蒸餾前強鹼與強酸中和**，記得**先加水再加鹼**避免大量放熱，必要時以**冰浴**處理。
4. **苯胺**對**水**有相當的溶解度，萃取前**須加飽和食鹽水**。
5. 製備**乙醯苯胺**時**先加水溶解**再加入**濃鹽酸**。
6. **乙醯苯胺**應為白色，須留至下次實驗繼續進行(**mp 可於下次測**)。
7. 廢液丟**重金屬廢液桶**。

實驗數據

- ▶ Weight of aniline
- ▶ Weight of Acetanilide

結果 & 誤差討論

- ▶ 實驗觀察討論

問題與討論

- ▶ 下次不用繳交結報，兩次寫一份

數據分析

- ▶ % yield

- 廢液：重金屬

(續)

下下週: E14 苯胺及衍生物之製備

本次產物記得保存在工具箱中，下次實驗要用!!