

E14 苯胺及衍生物之製備 (續)

提升效能之個人化流程 (PPAP)

Personal Procedure of Accelerating Performance

- ▶ 第一步的反應瓶和硫/硝酸混合液都要冰浴過，用滴管緩慢添加。
- ▶ 在等待第一步反應的時候，可以先把第二步的反應裝置架好。
- ▶ 第二步反應請用 400 mL 燒杯熱水浴當作熱源，反應完再結晶也可以用。迴流時水溫 90°C，記得放攪拌子進去，全溶就可以結束。
- ▶ 今天抽氣過濾請用 Büchner funnel。
- ▶ 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 10~15 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，重複此步驟至全溶或總水量 50 mL 為止。』

實驗流程

III. *p*-nitroacetanilide 215 °C

(2) 1 g **acetanilide** (stir & slow)

(3) Stir until dissolved. Then **Ice bath**.

(4) 1 mL **HNO₃** + 1 mL **H₂SO₄**
(premix and iced)
Add into at ice bath (slow)

(5) Stand 10 - 15 mins at room temp.

(1) 2 mL **H₂SO₄(conc.)**

(8) Suction filtration

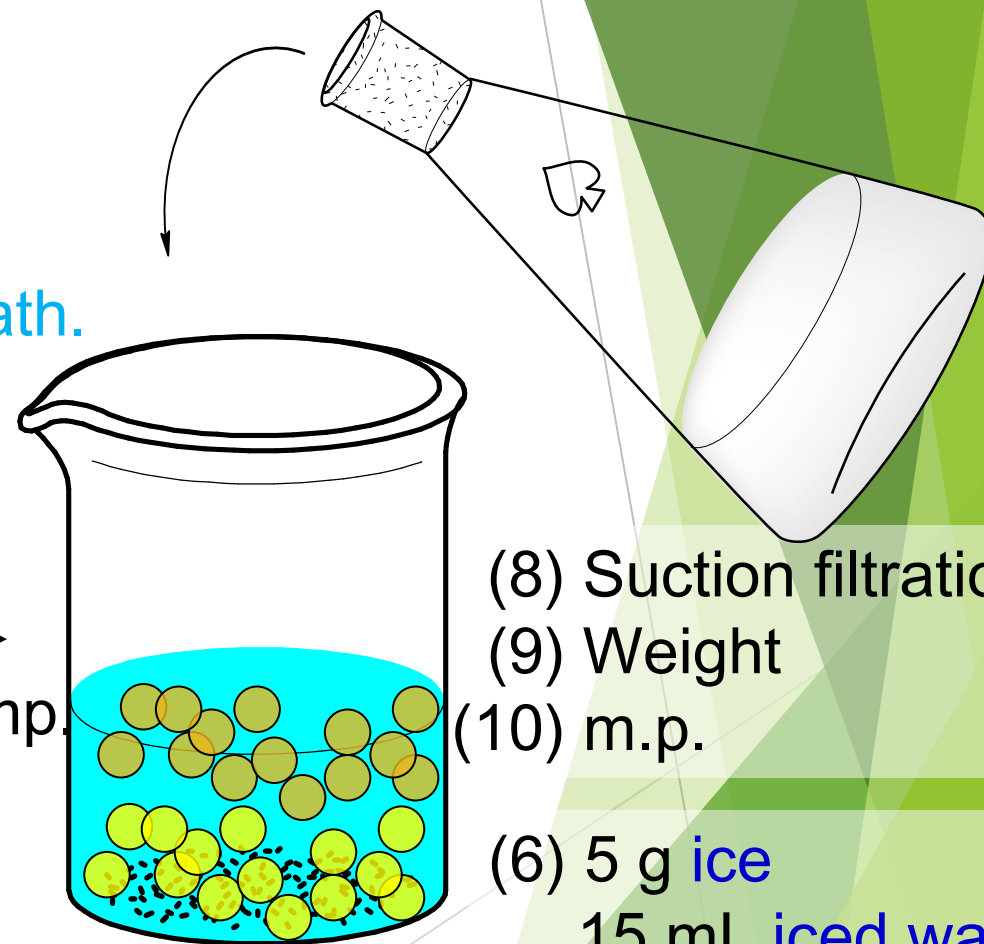
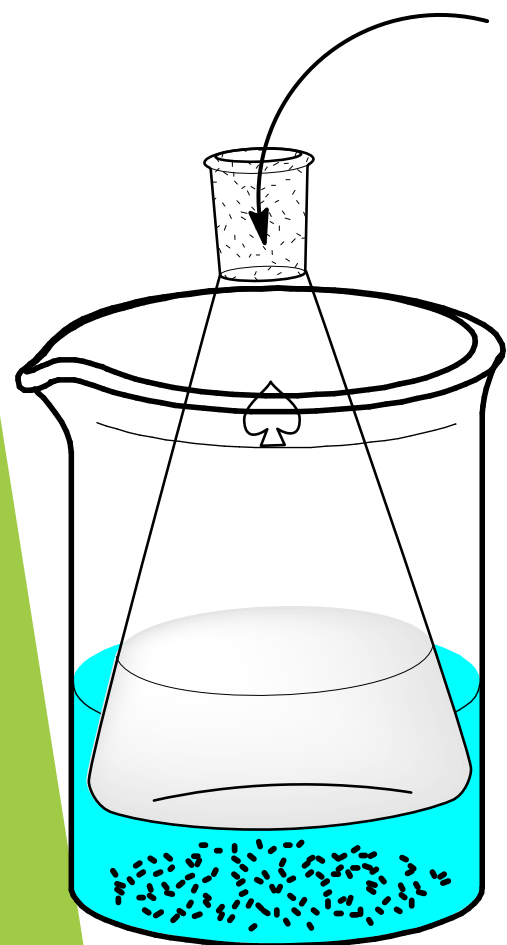
(9) Weight

(10) m.p.

(6) 5 g **ice**

15 mL **iced water**

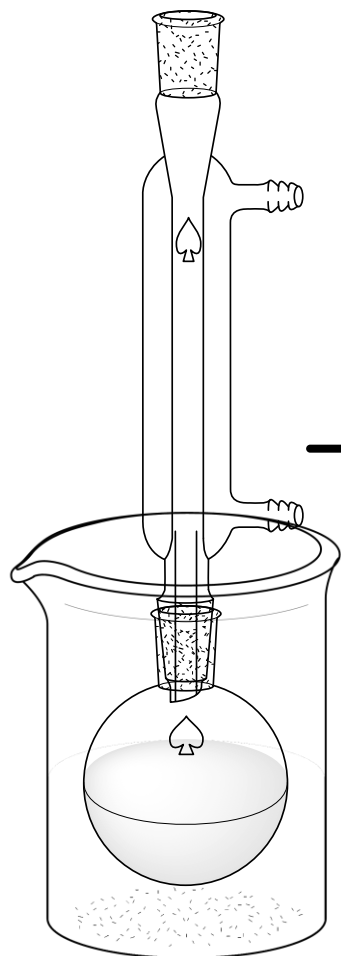
Solid, white-green or brown



實驗流程

IV. *p*-nitroaniline

146 to 149 °C

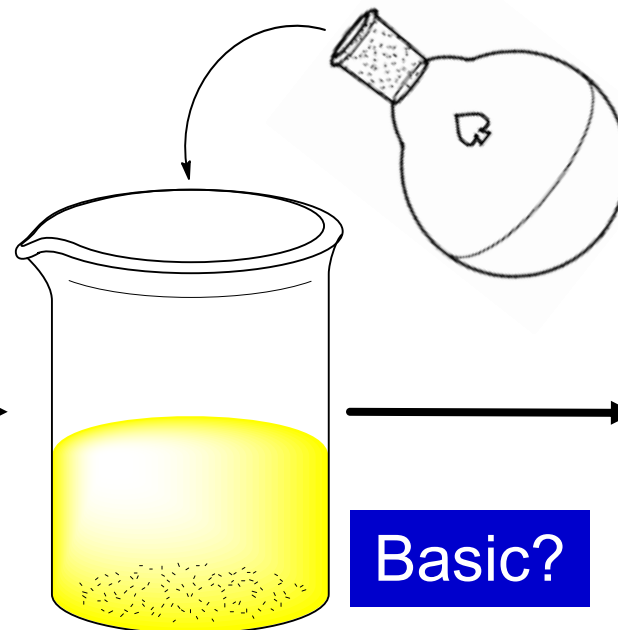


(2) *p*-Nitroacetanilide
(精確秤重)

Reflux, 90°C
Stir, 30 mins

(1) 10 mL iced water
10 mL HCl_(conc.)
(50 mL 圓底瓶)

Add into slowly and stir



(3) 20 mL iced water
10 mL ammonium hydroxide

yellow or brown powder

(4) Suction filtration
(5) Recrystallization
(6) Weight & m.p.

實驗流程

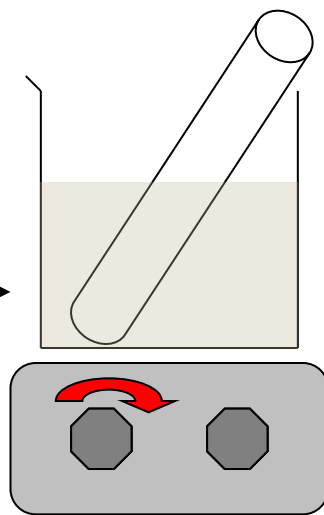
※溶解過程中可搖晃
試管或利用玻棒攪拌
試管內溶液幫助溶解

Recrystallization

把對硝基苯胺置於 50 mL 錐形瓶，先加入約 10 mL 水初步溶解

隔水加熱
使之溶解

水浴約 95°C



若未完全溶解
則逐步緩慢加水

最多不超過 50 mL

確認固體
完全溶解

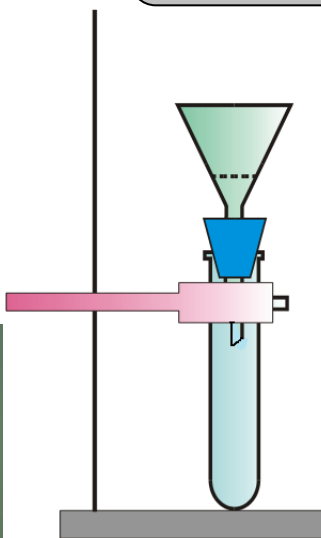
靜置室溫下
10~15分鐘

結晶

最後可冰浴
使結晶完全



抽氣過濾



以少量冰水洗滌

抽乾10分鐘以上

取少量結晶用
濾紙對折壓乾

抽乾後產物刮下
秤重、計算產率

注意事項

1. 製備對硝基乙醯苯胺時先加濃硫酸溶解再慢慢加入濃硝酸與濃硫酸混合液。酸不要取錯。
2. 濃硫酸、濃硝酸、濃鹽酸於 hood 裡小心量取，不可碰到皮膚。
3. 濃氨水必在 hood 裡量取，可用錶玻璃加蓋避免吸入蒸氣。
4. 丙酮與濃硝酸混和易劇烈放熱產生危險，故量筒內不得含有殘餘的丙酮洗液。
5. 做對硝基乙醯苯胺再沉澱時，溶液應緩慢加入燒杯內，並持續攪拌使結晶析出，否則產物會不易分離。
6. 中和強酸時需冰浴並緩慢加入以避免大量放熱。
7. 廢液丟無機酸性廢液桶，產物丟固體廢棄物。

實驗數據

- ▶ Acetanilide 之取量 (g)、 113-115 °C
p-Nitroacetanilide 之產量 (g)
- ▶ *p*-Nitroacetanilide 之取量 (g)
再結晶後 *p*-Nitroaniline 之產量 (g)
- ▶ 3個 m.p. 產物: *p*-Nitroaniline

結果 & 誤差討論

- ▶ 結果(觀察): 實驗觀察討論
- ▶ 誤差: 產物 m.p. % Error

數據分析

- ▶ % yield

- 廢液：酸性廢液
- 產物：固體廢棄物