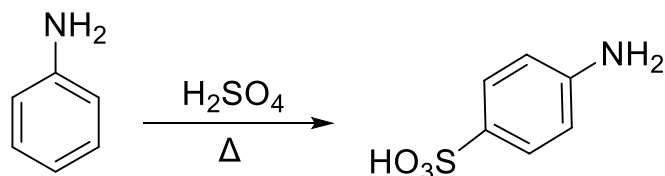


II preparat:

1. Sulfanilna kiselina

Dobijanje sulfanilne kiseline sulfonovanjem anilina pomoću koncentrovane sumporne kiseline



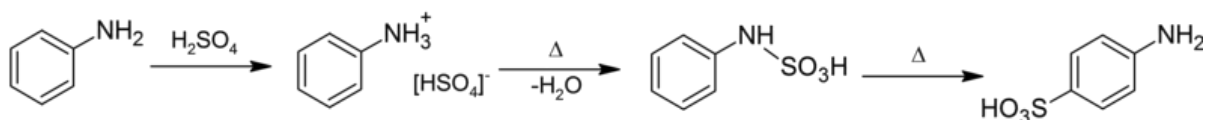
Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
Anilin	10,2	10	0,11	
cc H ₂ SO ₄	37	20		

Anilin je toksična i potencijalno kancerogena supstanca, koja iritira kožu i oči. Mora se koristiti u digestoru, u sobi za otrove.

U balon od 100 mL odmeri se 10,2 g (10 mL; 0,11 mol) anilina, a potom se pažljivo, u porcijama i uz mešanje, dodaje 37 g (20 mL) konc. sumporne kiseline, uz hlađenje u ledenom kupatilu. Balon se opremi povratnim kondenzatorom sa vazдушnim hlađenjem i reakciona smesa se zagreva 5 h na 180-190 °C. Sadržaj balona se delimično ohladi i izlije u smesu 100 mL vode i usitnjenog leda. Nakon 10 min, izdvojeni talog sulfanilne kiseline se cedi na Büchner-ovom levku i ispira hladnom vodom. Sirova sulfanilna kiselina se prečišćava kristalizacijom iz vrele vode (100-125 mL), uz dodatak male količine aktivnog uglja (500 mg). Aktivni ugalj se uklanja ceđenjem vrelog rastvora, a hlađenjem filtrata izdvajaju se bezbojni kristali sulfanilne kiseline. Kristali proizvoda se procede i suše na vazduhu. Dobija se 10 g (51%) sulfanilne kiseline, u obliku bezbojnih kristala, koji nemaju definisanu tačku topljenja.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 912

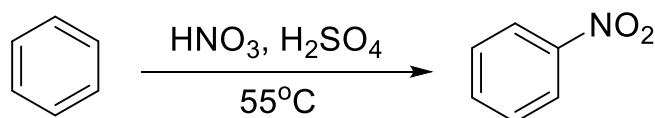
Mehanizam dobijanja sulfanilne kiseline obuhvata premeštanje fenilsulfaminske kiseline



J. Chem. Soc. (B) 1968, 779.

2. Nitrobenzen

Nitrovanje benzena pomoću smese azotne i sumporne kiseline



Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
Benzen	13	15	0,166	
cc HNO ₃	25	17,8		
cc H ₂ SO ₄	37	20		

Benzen je kancerogena tečnost, ne sme se dozvoliti da dođe u kontakt sa kožom i disajnim organima. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru.

U balon od 250 mL odmeri se 25 g (17,8 mL) konc. azotne kiseline i balon se uroni u ledeno kupatilo. Smesa se nitovanje se pripremi pažljivim dodavanjem 37 g (20 mL) konc. sumporne kiseline, u malim porcijama i uz mešanje. Iznad balona se zatim uklemi kapalica, u kojoj je odmereno 13g (15 ml; 0,166 mol) benzena i ukapavanje se vrši takvom brzinom da temperatura ne pređe 55 °C (što se proverava povremenim uranjanjem termometra u reakcionu smesu).^{*} Nakon završenog dodavanja benzena, balon se opremi povratnim kondenzatorom reakciona smesa se zagreva na 60 °C, tokom 45 min. Sadržaj balona se izlije u smesu 250 ml vode i usitnjenog leda, prenese u levak za odvajanje, razblaži dietil-etrom (100 ml) i odvoji se gornji, organski sloj. Organski sloj se ispere vodom (30 ml) i osuši iznad anh. natrijum-sulfata. Sušilo se ukloni ceđenjem, a rastvarač upari pomoću vakuum-uparivača. Sirovi proizvod se prečišćava destilacijom pod sniženim pritiskom.^{*} Dobija se 17 g (83%) nitrobenzena, u obliku svetložute tečnosti karakterističnog mirisa (t.k. 95-97 °C/20 mmHg).

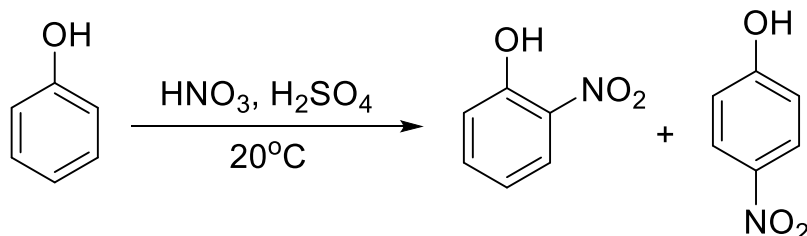
* Na višim temperaturama dolazi do polinitrovanja benzena.

* Polinitrovani benzeni, koji nastaju kao sporedni proizvodi, eksplozivno se razgrađuju ukoliko se zagrevaju na više temperature.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 854

3. *o*- i *p*-Nitrofenol

Nitrovanje fenola pomoću natrijum-nitrata u prisustvu sumporne kiseline i razdvajanje *o*- i *p*-izomera



Supstanca	<i>m</i> (g)	<i>V</i> (mL)	<i>mol</i>	<i>eq</i>
Fenol	23,5		0,25	
cc H ₂ SO ₄	62	34		
NaNO ₃	37,5			

Fenol je toksična i korozivna čvrsta supstanca, niske tačke topljenja. Prilikom rada mora se voditi računa da ne dođe u kontakt sa kožom jer izaziva opekotine i plikove. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru, u sobi za otrove.

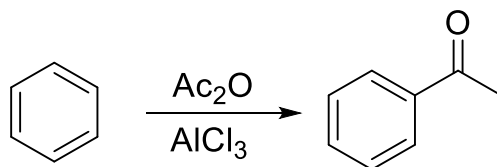
U trogri balon od 250 mL, opremljen povratnim kondenzatorom, kapalicom i magnetnom mešalicom, odmeri se 100 mL vode i kroz bočno grlo se polako doda 62 g (34 mL) konc. sumporne kiseline, uz hlađenje u ledenom kupatilu. U rastvor kiseline zatim se doda 37,5 g čvrstog natrijum-nitrata, a u kapalici se napravi rastop 23,5 g (0,25 mola) fenola i 5 mL vode. Reakciona smesa se meša i iz kapalice se polako dodaje fenol, vodeći računa da temperatura u balonu ne pređe 20 °C. Mešanje smese se nastavi 2 h na sobnoj temperaturi, a zatim se ostavi da stoji, kako bi se izdvojio talog. Rastvor se dekantuje, a talog se suspenduje u 300 mL vode i ponovnim dekantovanjem se odvoji tečna faza. Na opisani način, talog se ispere još 2-3 puta, kako bi se uklonili tragovi sumporne kiseline. Talog se zatim prenese u balon za destilaciju vodom parom i destilacija se vrši sve dok ne prestane izdvajanje žuto obojenog *o*-nitrofenola.* Destilat se ohladi u ledenom kupatilu, kako bi proizvod iskristalisao, dobijeni kristali se procede na Büchner-ovom levku i suše na vazduhu. Dobija se 12,5 g (36%) *o*-nitrofenola, u obliku žutih kristala (t.t. 46 °C). *p*-Nitrofenol zaostaje nakon destilacije vodenom parom, pri čemu hlađenjem destilacionog balona u ledenom kupatilu dolazi do njegovog izdvajanja u vidu taloga. Talog se cedi na vodenoj pumpi i, posle sušenja na vazduhu, dobija se 8,8 g (25%) *p*-nitrofenola, u obliku sivkastih kristala (t.t. 112 °C).

* Tokom destilacije može doći do kristalizacije *o*-nitrofenola u kondenzatoru, pa je potrebno prekinuti protok vode kroz kondenzator.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 978

4. Acetofenon (pomoću acetanhidrida)

Friedel-Crafts-ovo acilovanje benzena pomoću anhidrida kiseline u prisustvu viška Lewis-ove kiseline



<i>Supstanca</i>	<i>m (g)</i>	<i>V (mL)</i>	<i>mol</i>	<i>eq</i>
<i>AlCl₃</i>	20		0,15	2,5
<i>Benzen</i>		32		
<i>Ac₂O</i>	6,5	6	0,06	1

Benzen je kancerogena tečnost i ne sme se dozvoliti kontakt sa kožom i disajnim organima.

Aluminijum-hlorid je čvrsta korozivna supstanca, koja u dodiru sa kožom izaziva opekotine. Aluminijum-hlorid, u obliku sitnog praha, dimi se na vazduhu usled oslobađanja hlorovodonika, što iritira disajne organe i oči. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru.

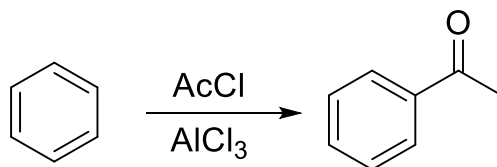
U dvogrli balon od 250 mL, opremljen povratnim kondenzatorom, kapalicom i magnetnom mešalicom, odmeri se 20 g (0,15 mol; 2,5 ekv) anhidrovanog aluminijum-hlorida* i 32 mL benzena. Reakcionoj smesi se, uz mešanje, iz kapalice dodaje 6,5 g (6 mL; 0,06 mol; 1 ekv) acetanhidrida, u toku 30 min, pri čemu se balon povremeno hladi, ukoliko je reakcija suviše burna. Nakon završenog dodavanja, reakciona smesa se meša i zagreva da ključa još 30 min, što je praćeno izdvajanjem hlorovodonika. Smesa se ohladi i sadržaj balona se polako i pažljivo izlije u smesu vode (40 mL) i leda (40 g), pri čemu dolazi do blagog zagrevanja i na površini se izdvaja tamno ulje. Hladnoj smesi se doda 50 mL dietil-etra i u levku za odvajanje se odvoji gornji organski sloj, a vodeni sloj se dodatno ekstrahuje dietil-etrom (30 mL). Spojeni organski ekstrakt se ispere 5% vodenim rastvorom natrijum-hidroksida, vodom i osuši iznad anh. natrijum-sulfata. Nakon uklanjanja sušila, rastvarači se upare pomoću vakuum-uparivača i ostatak u balonu se prečisti destilacijom pod smanjenim pritiskom. Dobija se 6 g (83%) acetofenona, u obliku bezbojnog ulja (t.k. 82-83 °C/15 mmHg).

* Aluminijum-hlorid se **obavezno** odmerava u zatvorenom staklenom sudu, u digestoru.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 1012

5. Acetofenon (pomoću acetil-hlorida)

Friedel-Crafts-ovo acilovanje benzena pomoću hlorida kiseline u prisustvu stehiometrijske količine Lewis-ove kiseline



Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
AlCl ₃	27,1		0,203	1,1
Benzen		50		
AcCl	14,5	13,5	0,185	1

Benzen je kancerogena tečnost i ne sme se dozvoliti kontakt sa kožom i disajnim organima.

Acetil-hlorid je korozivna tečnost, oštrog i neprijatnog mirisa. Nagrizava kožu i sluzokožu i iritira disajne organe.

Aluminijum-hlorid je čvrsta korozivna supstanca, koja u dodiru sa kožom izaziva opekotine. Aluminijum-hlorid, u obliku sitnog praha, dimi se na vazduhu usled oslobađanja hlorovodonika, što iritira disajne organe i oči. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru.

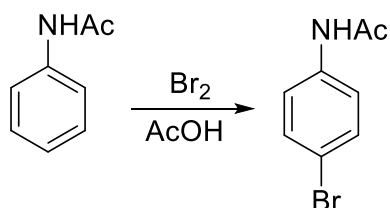
U dvogrllu balon od 250 mL, opremljen povratnim kondenzatorom, kapalicom i magnetnom mešalicom, odmeri se 27,1 g (0,203 mol; 1,1 ekv) anhidrovanog aluminijum-hlorida* i 50 mL benzena. Reakciona smesa se, uz mešanje, hladi u ledenom kupatilu i iz kapalice se dodaje 14,5 g (13,5 mL; 0,185 mol; 1 ekv) acetil-hlorida, u toku 30 min. Nakon završenog dodavanja, reakciona smesa se meša i zagreva da ključa u toku 1 h, za koje vreme se izdvaja gasoviti hlorovodonik. Reakciona smesa se ohladi do sobne temperature i pažljivo izlije u smesu 100 mL vode i malo leda, pri čemu dolazi do blagog zagrevanja i na površini se izdvaja tamno ulje. Hladnoj smeši se doda 100 mL dietil-etra, smesa se prenese u levak za odvajanje i odvoji se gornji, organski sloj. Vodeni sloj se ekstrahuje sa dodatnih 50 mL dietil-etra i kombinovani etarski ekstrakt se ispere 5% vodenim rastvorom natrijum-hidroksida, vodom i osuši iznad anh. natrijum-sulfata. Rastvor se procedi, rastvarači se uklone pomoću vakuum-uparivača i ostatak u balonu se prečisti destilacijom pod sniženim pritiskom. Dobija se 13 g (59%) acetofenona, u obliku bezbojnog ulja (t.k. 82-83 °C/15 mmHg).

* Aluminijum-hlorid se mora brzo odmeravati u zatvorenom sudu, u digestoru.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 1009

6. *p*-Bromacetanilid

Selektivno monobromovanje u *p*-položaju



<i>Supstanca</i>	<i>m (g)</i>	<i>V (mL)</i>	<i>mol</i>	<i>eq</i>
<i>Acetanilid</i>	5		0,037	1
<i>AcOH</i>		25		
<i>Br₂</i>	6	1,9	0,037	1

Brom je otrovna i veoma korozivna tečnost i ne sme se dozvoliti da dođe u kontakt sa kožom i disajnim organima. Sve faze eksperimentalnog postupka u kojima se koristi brom se izvode u digestoru, sobi za otrove.

U dvogrli balon od 100 mL odmeri se 5 g (0,037 mol) acetanilida i 25 mL glacijalne sirćetne kiseline. U kapalici se napravi rastvor 6 g (1,9 mL; 0,037 mol) broma u 20 mL glacijalne sirćetne kiseline i kapalica se uklemlji iznad erlenmajera. Rastvor broma se polako ukapava tokom 10 minuta, uz konstantno mešanje, pri čemu nestaje boja broma i proizvod počinje da kristališe. Reakciona smesa se ostavi da stoji oko 30 min na sobnoj temperaturi, a zatim izlije u 300 mL hladne vode i doda se 1-2 g natrijum-metabisulfita, kako bi se uklonio neizreagovani brom. Talog se cedi na *Büchner*-ovom levku uz ispiranje vodom, a sirovi acetanilid se može prekrystalisati iz vrelog etanola (40 mL) i vode (40 mL), dok se ispiranje vrši hladnom vodom. Dobija se 6,7 g (85%) *p*-bromacetanilida, u obliku belih kristala (t.t. 167 °C).

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 918