

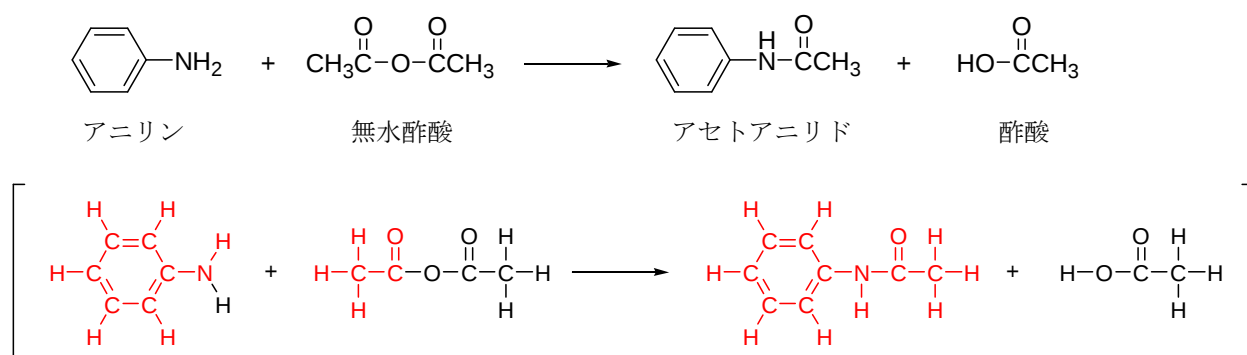
## 【化学系基礎実験】 第1、2回

### 有機化学実験： アセトアニリドの合成（アニリンのアセチル化）

#### [1] 目的

アニリンを原料として、解熱鎮痛剤（として用いられていた）アセトアニリドを合成する。アニリンのアセチル化の実験を通じて、試薬の調合、吸引ろ過、再結晶など、有機化合物の合成に必要な基本操作を習得する。

#### [2] 反応式



#### [3] 実験操作

- (1) 三角フラスコ(100 mL)に濃塩酸 2.0 mL (0.024 mol)と水 50 mL を入れ、攪拌させながら、これにアニリン 2.10 g (0.023 mol)を少しずつ加えて溶解させる。
- (2) 次に無水酢酸 2.80 g (0.027mol)を加えて攪拌し、溶解したらこれをすぐに、酢酸ナトリウム 3.40 g (0.041 mol)を水 10 mL に溶かした溶液の入ったフラスコ(100 mL)に移す。
- (3) 混合物を激しく攪拌した後、氷中で冷却する。
- (4) 生じたアセトアニリドの結晶を、ブフナーロートを用いた吸引ろ過で集め、少量の冷水で洗う。
- (5) 得られた粗結晶を三角フラスコ(200 mL)に入れ、水 50 mL を加え、沸騰した水浴中で加熱する。もし溶けきらないときは、水の量を増して溶かす。
- (6) 粗結晶が完全に溶けたら溶液を冷却し、析出した結晶を再び吸引ろ過して集める。
- (7) 得られたアセトアニリドの結晶を充分乾燥させてから重量をはかり、収量と収率を計算する。

#### [4] 試薬の性質

##### アニリン

$\text{C}_6\text{H}_7\text{N} = 93.0$ 、特有の臭気をもった液体（精製したものは無色透明であるが、空気中では徐々に赤くなる）。弱塩基性を示す。沸点  $184\text{ }^\circ\text{C}$ 、密度  $1.03$ 、水に難溶。

##### 塩酸

$\text{HCl} = 36.5$ 、塩化水素の水溶液で、濃塩酸は刺激臭のある無色の液体。市販の濃塩酸は濃度  $37\%$ 、比重  $1.19$  のものが普通。

##### 無水酢酸

$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3 = 102.1$ 、刺激臭を有する無色の液体。沸点  $140\text{ }^\circ\text{C}$ 、密度  $1.08$ 、水に難溶。水と徐々に反応して酢酸になる。

##### 酢酸ナトリウム

$\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na} = 98.1$ 、無色の結晶。吸湿性で水に可溶。

##### アセトアニリド

$\text{C}_8\text{H}_9\text{NO} = 135$ ：無色板状晶（水から再結晶）、融点  $113\text{--}114\text{ }^\circ\text{C}$ 。水に難溶。

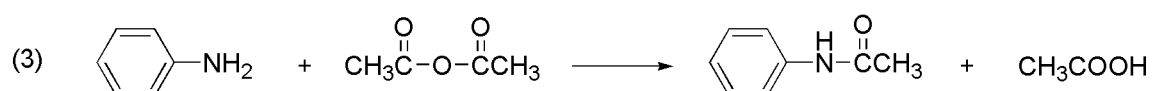
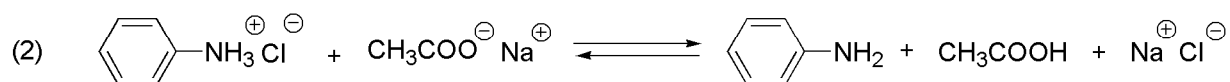
#### [5] 使用器具（貸し出し器具）

三角フラスコ 30 mL 1個、50 mL 1個、100 mL 2個、200 mL 1個  
ブフナーロート 1個、 吸引瓶 1個  
メスシリンダー 20 mL 1個、100 mL 1個  
駒込ピペット 2個、 スポイドヘッド 2個  
スパーテル 1個、 ガラス棒 1本  
スターラー（攪拌器） 1台、 スターラーバー（磁気回転子） 1個  
ウォーターバス（水浴） 1個、 三脚 1個、 ガスバーナー 1個  
スタンド 1個、 クランプ 2個、 クランプホルダー 2個  
洗面器 1個、 雑巾 2枚、 かご 1個

#### [6] 注意

- ・実験中は、白衣（実験着）と安全メガネを着用する。（これらは、当日渡します）
- ・薬品、ガラス器具、測定機器等の取り扱いには注意する。
- ・実験で出た廃液を勝手に捨てない。講師の指示に従って指定された場所に廃棄する。

[7] 反応の解説



水に難溶なアニリンに塩酸を加えると、アニリン塩酸塩として水に溶ける（式1）。

酢酸ナトリウムを加えると平衡反応で、アニリンと酢酸が発生する（式2）。

発生したアニリンは、水溶液中の無水酢酸とすぐに反応してアセトアニリドになる（式3）。