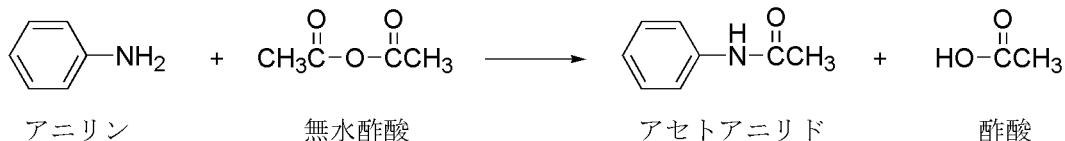


【化学系基礎実験】 第1、2回

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] 実験操作

- 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)を少しづつ加えて溶解させる。
- 次に無水酢酸 2.80 g (0.027 mol)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。
- 混合物を激しく攪拌した後、氷中で冷却する。
- 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。
- 得られた粗結晶を三角フラスコ(200 mL)に入れ、水 50 mL を加えて加熱する。もし溶けきらないときは、水の量を増して溶かす。
- 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。
- 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。

[2] 試薬の性質

アニリン

$C_6H_7N = 93.0$ 、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、空气中では徐々に赤くなる）。弱塩基性を示す。沸点 184 °C、密度 1.03、水に難溶。

塩酸

$HCl = 36.5$ 、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

$C_4H_6O_3 = 102.1$ 、刺激臭を有する無色の液体。沸点 140 °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

$C_2H_3O_2Na = 98.1$ 、無色の結晶。吸湿性で水に可溶。

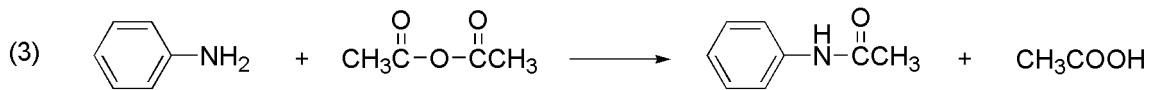
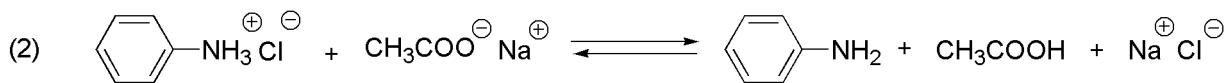
アセトアニリド

$C_8H_9NO = 135$ ：無色板状晶（水から再結晶）、融点 113–114 °C。水に難溶。

[3] 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
メスシリンドー 20 mL 1 個、100 mL 1 個
駒込ピペット 2 個、 spoイドヘッド 2 個
スペーテル 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

[4] 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）。

[5] 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。