

Veresterung von Benzanilid

Reaktionstyp: Veresterung

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren und Vakuumdestillation

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Anilin (4.6 g)
- konz. (37%) HCl (6.5 mL)
- Benzoylchlorid (6.5 g)
- Toluol
- Ethanol zum Reinigen

Warnhinweise:

Anilin kann ernste Gesundheitsschäden bei längerer Exposition durch Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut hervorrufen. Es ist sehr giftig für Wasserorganismen.

Benzoylchlorid verursacht Verätzungen.

Anmerkung:

Anilinhydrochlorid wird durch Auflösen von Anilin in der 1.5 m Menge konz. HCl und Einengen im Vakuum bis zur beginnenden Kristallisation dargestellt. Hierbei werden die Kristalle zunächst scharf abgesaugt und mit wenig Diethylether nachgewaschen. Anschließend werden die Kristalle im Vakuum getrocknet. Schmelzpunkt: 198-199 °C

Ausführung:

6.5 g Anilinhydrochlorid und 6.5 g Benzoylchlorid werden in 35 mL Toluol unter Rühren 8 h zum Sieden erhitzt. Vorsicht: Gasentwicklung (*Welches?*) → Hierfür Rundkolben mit Rückflusskühler mit aufgesetzten Calciumchlorid-Trockenrohr mit einfach durchbohrten Stopfen mit Glasrohr, an dem über einen Schlauch zwei Gaswaschflaschen verbunden sind, bei dem die zweite Gaswaschflasche ca. zur Hälfte mit 10%iger Natriumhydroxid-Lösung gefüllt ist, dessen Schlauch in den Abzug führt, aufbauen.

Aufarbeitung:

Es wird auf Raumtemperatur abgekühlt und saugt den Niederschlag ab. Anschließend wird zunächst mit ca. 10 mL Toluol, dann zweimal mit je 20 mL Wasser gewaschen. Der Feststoff wird im Vakuum getrocknet.

Ausbeute: g

Umkristallisation aus Ethanol:

Ausbeute: g

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im $^1\text{H-NMR}$ / IR?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!

Literatur:

Tietze/Eicher Seite 394.