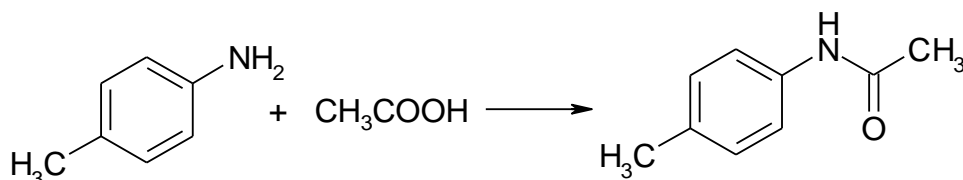


ANESTEZYNA – WERSJA II

(4-aminobenzoetan etylu)

1. 4-METYLOACETANILID

(N-acylowanie)



Odczynniki:

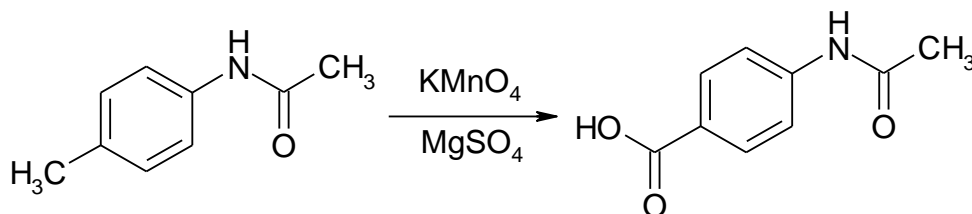
<i>p</i> -Toluidyna	10 g
Lodowaty kwas octowy	40 ml
Etanol skażony:woda 1:1 do krystalizacji	q.s.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³ umieścić *p*-toluidynę i lodowaty kwas octowy. Po dodaniu kamyczków wrzennych mieszaninę ogrzewać przez 2h we wrzeniu pod chłodnicą zwrotną zaopatrzoną w rurkę z chlorkiem wapnia (pod wyciągiem). Mieszaninę reakcyjną oziębć i stopniowo wylewać roztwór do zlewki z wodą (200ml) z dodatkiem 12 ml stężonego HCl, cały czas mieszając. Ochłodzić roztwór w łaźni woda-lód i odsączyć otrzymany osad, przemywając małą ilością zimnej wody. W razie potrzeby produkt można przekrystalizować z mieszaniny etanol:woda 1:1.

Właściwości: t. t. 145-148°C

2. KWAS 4-ACETAMIDOBENZOESOWY

(utlenianie)



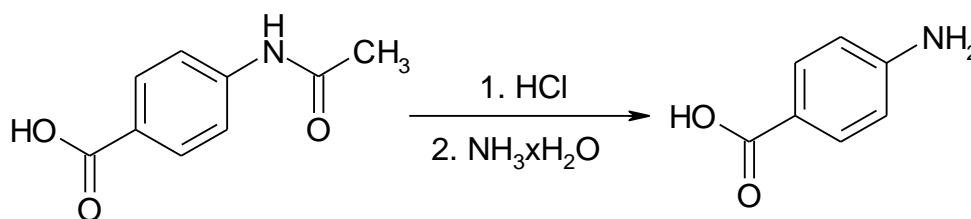
Odczynniki:

4-Metyloacetanilid	7,6 g
Nadmanganian potasu	20 g
Siarczan magnezu x 7 H ₂ O	20,4 g
Kwas siarkowy 20%	q.s.

W trójszyjnej kolbie okrągłodennej o pojemności 1000 cm³ zaopatrzonej w chłodnicę, mieszało i termometr zawiesić 4-metyloacetanilid w 500 cm³ wody oraz dodać MgSO₄·7H₂O. Zawartość kolby ogrzać w łaźni wodnej do 85°C. Następnie w ciągu 30 minut dodawać podzielony na 3 porcje KMnO₄. Ogrzewać przez kolejne 30 minut. Następnie osad braunsztynu odsączyć na gorąco na lejku sitowym, pod zmniejszonym ciśnieniem, używając ziemi okrzemkowej jako pomocy filtracyjnej. Osad tlenku manganu przemyć gorącą wodą. Przesącz, w razie potrzeby, odbarwić dodając małą ilość etanolu i po podgrzaniu ponownie przesączyć. Roztwór ochłodzić i zakwasić 20% roztworem kwasu siarkowego (VI) do pH=3-4 według papierka uniwersalnego. Wytrącony osad odsączyć, przemyć zimną wodą i wysuszyć na powietrzu.

Temp. topnienia: ≥ 255°C

3. KWAS 4-AMINOBEZOEOWY (hydroliza kwasowa amidu)



Odczynniki:

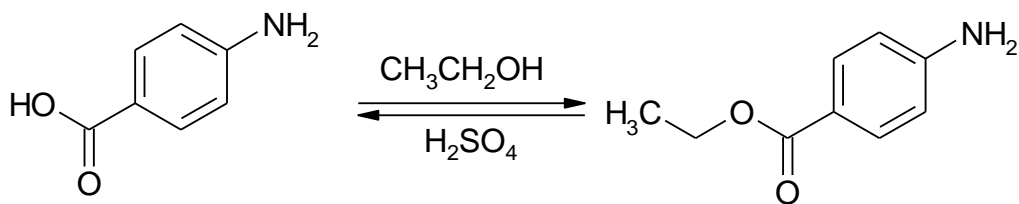
Kwas 4-acetamidobenzoesowy	3 g
Kwas solny 18%	20 cm ³
Amoniak 15%	q.s.

Kwas 4-acetamidobenzoesowy umieścić w trójszyjnej kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm³ zaopatrzonej w mieszało mechaniczne i chłodnicę zwrotną, dodać 20 cm³ 18% kwasu solnego i ogrzewać we wrzeniu przez 30 minut. Mieszaninę reakcyjną ochłodzić i przelać do zlewki z 10 cm³ wody. Następnie zimny roztwór alkalizować, **dodając stopniowo** 15% roztwór amoniaku przy jednoczesnym mieszaniu. Po wytrąceniu się osadu zbadać pH roztworu za pomocą papierka uniwersalnego. pH nie powinno przekroczyć 7. Mieszaninę umieścić w lodówce. Ochłodzoną zawiesinę produktu odsączyć na lejku Shotta i wysuszyć na powietrzu. Przesącz sprawdzić na obecność produktu dodając kilka kropli 15% roztworu amoniaku. Przy braku powstającego osadu ponowić próbę z użyciem kilku kropli 18% roztworu HCl.

Temp. topnienia: 187-189°C

4. ESTER ETYLOWY KWASU 4-AMINOBENZOESOWEGO

(estryfikacja)



Odczynniki:

Kwas 4-aminobenzoesowy	4g
Etanol bezwodny	30 cm ³
Kwas siarkowy (stężony)	3 cm ³
NaHCO ₃ nasycony	q.s.
Dichlorometan	60 cm ³
Metanol do krystalizacji	q.s.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm³ umieścić kwas 4-aminobenzoesowy oraz bezwodny etanol i kwas siarkowy. Mieszaninę ogrzewać we wrzeniu pod chłodnicą zwrotną zaopatrzoną w rurkę z chlorkiem wapnia przez 1 h. Następnie mieszaninę ochłodzić i zneutralizować nasyconym roztworem wodorowęglanu sodu. Ekstrahować 2-krotnie dichlorometanem (2 x 30 cm³). Połączone warstwy organiczne przemyć 50 cm³ wody, a następnie wysuszyć za pomocą bezwodnego siarczanu sodu lub magnezu. Odsączyć środek suszący i odparować na wyparce rozpuszczalnik organiczny. Przeprowadzić krystalizację produktu z mieszaniny metanol: woda - 1:1.

Temp. topnienia: 87-88°C