A. (Paracetamol).

4-Aminophenol (50 mmol) afvejes og anbringes i en 50 ml konisk kolbe forsynet med omrørermagnet og termometer, anbragt på en omrører med varme. Der tilsættes vand (15 ml) og eddikesyreanhydrid (60 mmol). Omrøring startes og der varmes til 50 °C. Der omrøres i 30 min. Efter 5 min køles på isbad til tp. < 10 °C. Udfældet stof isoleres ved sugefiltrering og vaskes på filteret med ca. l0 ml isvand.

Råproduktet opslæmmes i ca. 40 ml vand i en 100 ml konisk kolbe på magnetomrører og opvarmes til kogning. Den kogende opløsning filtreres (NOTE 1) og henstilles til frivillig afkøling (NOTE 2, 3). Til slut køles til 0 °C og udfældet stof isoleres ved sugefiltrering. Produktet overføres til en 50 ml rundkolbe (NOTE 4). Kolben anbringes på rotationsfordamper og produktet tørres ved membranpumpetryk (ca. 1 kPa) og 60 °C til konstant vægt (NOTE 5). Udbytte 80%, smp. 168-169 °C.

For yderligere dokumentation kan optages 1H NMR spektrum (NOTE 6)

B. (4-Ethoxyphenyl)acetamid (Phenacetin).

I en 25 ml konisk kolbe med magnetomrøring opløses (4-hydroxyphenyl)acetamid (20 mmol) i 2 M NaOH (10 ml). Der tilsættes diethylsulfat (20 mmol)(NOTE 7). Kolben anbringes på en magnetomrører med varme, opvarmes til ca 70 °C og omrøres i ½ time. Derefter køles til 0 °C. Bundfaldet isoleres ved sugefiltrering og vaskes med 10 ml isvand. Råproduktet omkrystalliseres ved opløsning i kogende abs. ethanol (ca 40 ml), filtrering af den kogende opløsning og køling til 0 °C (NOTE 1, 2, 3). Udbytte af (4-ethoxyphenyl)acetamid 80%. Smp. 136-137 °C.

For yderligere dokumentation kan optages 1H NMR spektrum (NOTE 6).

Noter:

1. Filtrering kan udelades, hvis opløsningen er homogen (klar)
2. Når udkrystallisationen er begyndt, men ikke før, kan afkølingen fremskyndes ved iskøling.
3. Hvis udkrystallisation ikke starter, så ryst lidt støv fra filtreringen af råproduktet ned i opløsningen (podning).
4. Afvej og noter taravægt og bruttovægt.
5. Efter 20 min aftages kolben (forsigtig trykudligning for at holde vatproppen på plads) og vejes. Tørring genoptages og der vejes igen med 10 min intervaller indtil der ikke længere sesvægttab.
6. Anbring 5-10 mg stofprøve (ca. et ’tændstikhovede’) i et NMR-rør og opløs i ½ ml $CDCl_3$.
7. Alt apparatur, der har været i kontakt med diethylsulfat skal renses i et bad med fortyndet ammoniakvand