

## Wydajność procesu syntezy i krystalizacji acetanilidu w zależności od wybranych parametrów

MICHAŁ MATŁOSZ

Instytut Mechaniki Górotworu PAN; ul. Reymonta 27, 30-059 Kraków

### Streszczenie

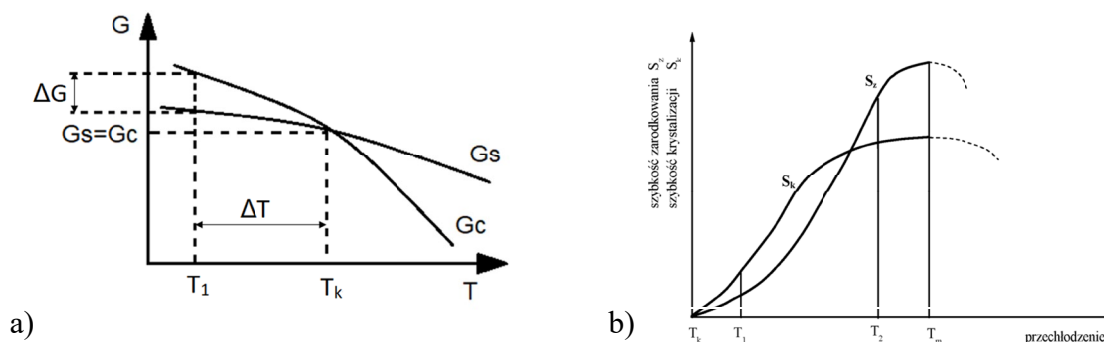
Celem podjętych badań było zsyntezowanie acetanilidu oraz poddanie go krystalizacji w celu oczyszczenia kryształów. Krystalizację przeprowadzono przy użyciu dwóch rozpuszczalników: wody i etanolu oraz dla każdego rozpuszczalnika zastosowano trzy różne czasy prowadzenia procesu. Próbkę podgrzewano w temperaturze parowania rozpuszczalnika odpowiednio przez 15, 45 i 75 minut w celu określenia wpływu tych czynników na wydajność procesu i czystość produktów. Synteza przebiegła z niską wydajnością. Poprzez analizy IR oraz temperatury topnienia wykazano, że próbki nie różniły się znacząco czystością w zależności od użytego rozpuszczalnika. Lepsze wyniki uzyskano w próbkach ogrzewanych krócej, a wydajność krystalizacji była wyższa dla próbek krystalizowanych przy użyciu wody jako rozpuszczalnika.

**Słowa kluczowe:** krystalizacja, spektroskopia IR, temperatura topnienia, synteza organiczna, acetanilid, etanol

### 1. Wstęp

Krystalizacja jest to proces polegający na wydzieleniu z roztworu substancji stałej w postaci kryształów lub wykrystalizowaniu fazy stałej w czasie krzepnięcia substancji ciekłej. Oczyszczając tym sposobem substancje stałe wykorzystuje się różnice ich rozpuszczalności w danym rozpuszczalniku lub ich mieszaninie. Wykrystalizowanie ciała stałego z roztworu możliwe jest, gdy stężenie danej substancji w roztworze przekroczy jej rozpuszczalność w panujących warunkach. Roztwór można doprowadzić do stanu przesylenia poprzez odparowanie z niego rozpuszczalnika, zmianę jego temperatury bądź dodanie innego ciała stałego co powoduje zmianę rozpuszczalności uprzednio rozpuszczonej substancji [1,2].

Do głównych parametrów charakteryzujących przebieg krystalizacji należy szybkość zarodkowania ( $S_z$ ), czyli liczba zarodków krystalizacji na jednostkę objętości cieczy w jednostce czasu, oraz szybkość wzrostu zarodków ( $S_k$ ), czyli liniowy wzrost długości kryształów w jednostce czasu. Zależą one od stopnia przechłodzenia ( $\Delta T$ ), które dla sytuacji odpowiadającej współistnieniu fazy stałej i ciekłej, wyrażonej przez równowagową temperaturę krystalizacji ( $T_k$ ), równe jest zeru, a zarodkowanie nie zachodzi, co jest zobrazone na Rys. 1a).



Rys. 1. a) Zależność zmian energii swobodnej faz stałej i ciekłej od temperatury i b) zależność szybkości zarodkowania i szybkości krystalizacji od stopnia przechłodzenia. Opracowania na podstawie [3,4]

W momencie, gdy  $\Delta T$  wynosi zero różnica energii swobodnej ( $\Delta G$ ) dla cieczy ( $G_C$ ) i ciała stałego ( $G_S$ ) równa jest zeru. Obydwie fazy: kryształu i cieczy macierzystej, współistnieją wtedy przez nieskończenie długi czas na skutek braku energii pędnej krystalizacji. Poniżej równowagowej temperatury krystalizacji, czyli w temperaturze  $T_1$  energia swobodna cieczy jest wyższa niż ciała stałego, a więc faza stała jest stabilniejsza i zaczynają pojawiać się kryształy. Energię swobodną cieczy i ciała stałego opisują równania (1) i (2) [3,4]:

$$G_C = H_C - S_C T \quad (1)$$

$$G_S = H_S - S_S T \quad (2)$$

gdzie:

$G_C, G_S$  – energia swobodna cieczy i ciała stałego;

$H_C, H_S$  – entalpia cieczy i ciała stałego [J];

$S_C, S_S$  – entropia cieczy i ciała stałego [J/K];

$T$  – temperatura [K].

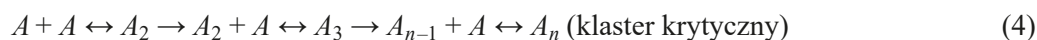
Dla  $T < T_k$ , gdy równowaga układu jest zaburzona, różnica energii swobodnej wynosi:

$$\Delta G = \Delta S \Delta T \quad (3)$$

Równanie (3) opisuje zależność różnicy energii swobodnej, a więc i siły napędowej krystalizacji od temperatury, przy czym im wyższa jest ta różnica, czyli wyższy stopień ochłodzenia, tym szybciej zachodzi krystalizacja [4]. Wraz ze wzrostem przechłodzenia szybkość zarodkowania jak i szybkość wzrostu zarodków rosną, aby osiągnąć maksimum w punkcie  $T_m$  zwanym temperaturą krystalizacji. Zależność tę obrazuje Rys. 1b). Wynika z niego, że od stopnia przechłodzenia zależy struktura krystaliczna produktu. W obszarze powolnego chłodzenia, w pobliżu temperatury  $T_1$ , szybkość krystalizacji jest wyższa od szybkości zarodkowania, co pozytywnie wpływa na możliwość otrzymywania gruboziarnistych kryształów. W pobliżu punktu  $T_2$  szybkość zarodkowania jest wyższa, co promuje występowanie drobnoziarnistej struktury krystalicznej [3]. Dla każdego układu istnieje też optymalna temperatura, w której następuje tworzenie zarodków, a prowadzenie procesu poniżej tej temperatury zmniejsza tendencję do dalszej nukleacji.

Zarodkowanie może nastąpić samoczynnie lub zostać wywołane sztucznie przez czynniki zewnętrzne. Trudno jednoznacznie stwierdzić, czy w danym przypadku układ poddał się nukleacji samoczynnie czy jakieś zjawisko było katalizatorem [5]. Zgodnie z badaniami Younga [6] zarodkowanie może zostać wywołane poprzez oddziaływanie mechaniczne, takie jak pocieranie o dno naczynia w którym przeprowadzany jest proces oraz poprzez zmiany ciśnienia.

Nukleacja może też zostać wywołana poprzez kawitację w schłodzonym roztworze, jak wynika z eksperymentu przeprowadzonego przez Hunta i Jacksona [7]. Zjawisko opiera się o gwałtowny wzrost ciśnienia w miejscu nastąpienia zapadnięcia się pęcherzyka gazu. Skutkuje to miejscowym obniżeniem się temperatury krystalizacji płynu i następuje powstanie zarodka. Zdaniem badaczy [7] nukleacja wywołana poprzez oddziaływanie mechaniczne opiera się o działanie kawitacji. Sam zarodek nie jest jednak pojedynczą molekułą substancji, a klastrem zawierającym w sobie ich większą, połączoną ilość. Klaster ten, aby stać się zarodkiem musi przekroczyć wielkość zwaną promieniem krytycznym, w innym wypadku ulegnie rozpuczeniu. Molekuły nie tylko muszą połączyć się w odpowiedniej ilości pomimo tendencji do rozpuczenia się, ale też muszą być odpowiednio zorientowane, by utworzyć stałą strukturę sieci krystalicznej. Liczba molekuł w stabilnym zarodku może wahać się od około dziesięciu do wielu tysięcy. Przykładowo woda (lód) może zawierać około 100 molekuł. Bardzo mało prawdopodobnym jest, aby takie połączenie nastąpiło w wyniku jednoczesnego zderzenia odpowiedniej ilości cząsteczek. Dużo bliższą prawdzie wydaje się być możliwość wielu następujących po sobie addycji dwucząsteczkowych według schematu (4). Kolejna addycja do klastra krytycznego zaowocuje nukleacją [5].



Zarodkowanie może mieć charakter homogeniczny oraz heterogeniczny. Ten pierwszy (homogeniczny) zachodzi, gdy zarodek powstaje wyłącznie w otoczeniu cząsteczek substancji, która jest krystalizowana, a cząsteczki te nie są w fazie krystalicznej. Według założeń klasycznej teorii nukleacji, siła napędowa przemiany dla układu homogenicznego o temperaturze niższej od  $T_k$ , może zostać przedstawiona jako różnica swobodnej energii faz przypadająca na jednostkę objętości, gdzie część różnicy energii swobodnej zostaje

zużyta na utworzenie granicy międzyfazowej. Drugi typ (heterogeniczny) zachodzi, gdy powstający zarodek oprócz substancji rodzimej oddziałuje również z innymi substancjami, takimi jak zanieczyszczenia, kryształy czy powierzchnia naczynia. Ten typ zarodkowania wymaga mniejszego przechłodzenia, ponieważ energia potrzebna do wytworzenia granicy międzyfazowej jest tu mniejsza [3,5,8].

Właściwości powstałych struktur zależą od cech zarodków i mechanizmu nukleacji. Badania wskazują, że proces ten może być wieloetapowy. Teoria ta zakłada, że w roztworze przesyconym najpierw powstają gęste, amorficzne klastry, które następnie przekształcają się w bardziej uporządkowane struktury. W zależności od ich gęstości nukleacja może zachodzić klasycznie lub poprzez formy pośrednie. Model ten, początkowo odnoszony do białek, uznaje się obecnie za bardziej uniwersalny dla krystalizacji z roztworów [9,10].

Proces krystalizacji znajduje szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu m. in. w przemyśle spożywczym, gdzie kontrola procesu krystalizacji cukrów może determinować jakość produktów [11]. W farmacji proces ten służy oczyszczaniu substancji i często stanowi końcowy etap produkcji, przy czym kluczowa jest kontrola właściwości kryształów [12]. W nanotechnologii krystalizacja umożliwia otrzymywanie materiałów o specyficznych właściwościach [13,14]. W metalurgii stanowi podstawę procesów takich jak odlewanie czy spawanie, gdzie może przebiegać kierunkowo lub objętościowo. Jest także wykorzystywana do produkcji monokryształów, np. metodą Czochralskiego, która chociaż powstała ponad 100 lat temu, jest wciąż rozwijana będąc fundamentem współczesnej elektroniki [3].

## 2. Metodyka badawcza

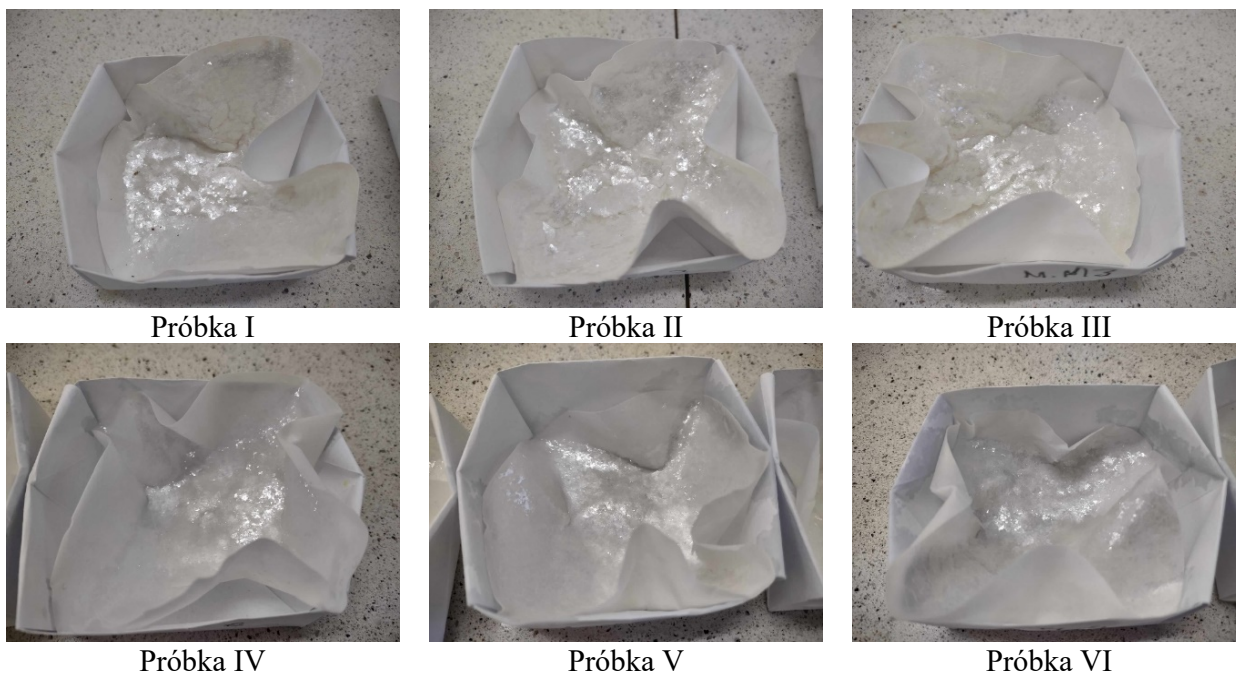
Substancją organiczną wybraną do syntezy w niniejszej pracy i będącą przedmiotem krystalizacji był acetanilid (wg IUPAC: N-feniloacetamid,  $C_8H_9NO$ ). Jest to bezbarwna lub biaława substancja stała o proszkowatej lub krystalicznej strukturze i charakterystycznym zapachu. W przeszłości wykorzystywano ją w przemyśle farmaceutycznym przy produkcji artykułów takich jak środki przeciwbólowe, sulfonamidy. Obecnie stanowi ona półprodukt chemiczny w syntezie różnych substancji m.in. w produkcji barwników organicznych i kamfory syntetycznej. Acetanilid używany jest przy stabilizacji nadtlenu wodoru i estrów celulozy. Stosuje się go także jako dodatek do lakierów celulozowych. Jest toksyczny i działa szkodliwie po połyknięciu [15,16]. Jako rozpuszczalnik do krystalizacji wybrano wodę oraz alkohol etylowy.

### 2.1. Synteza organiczna

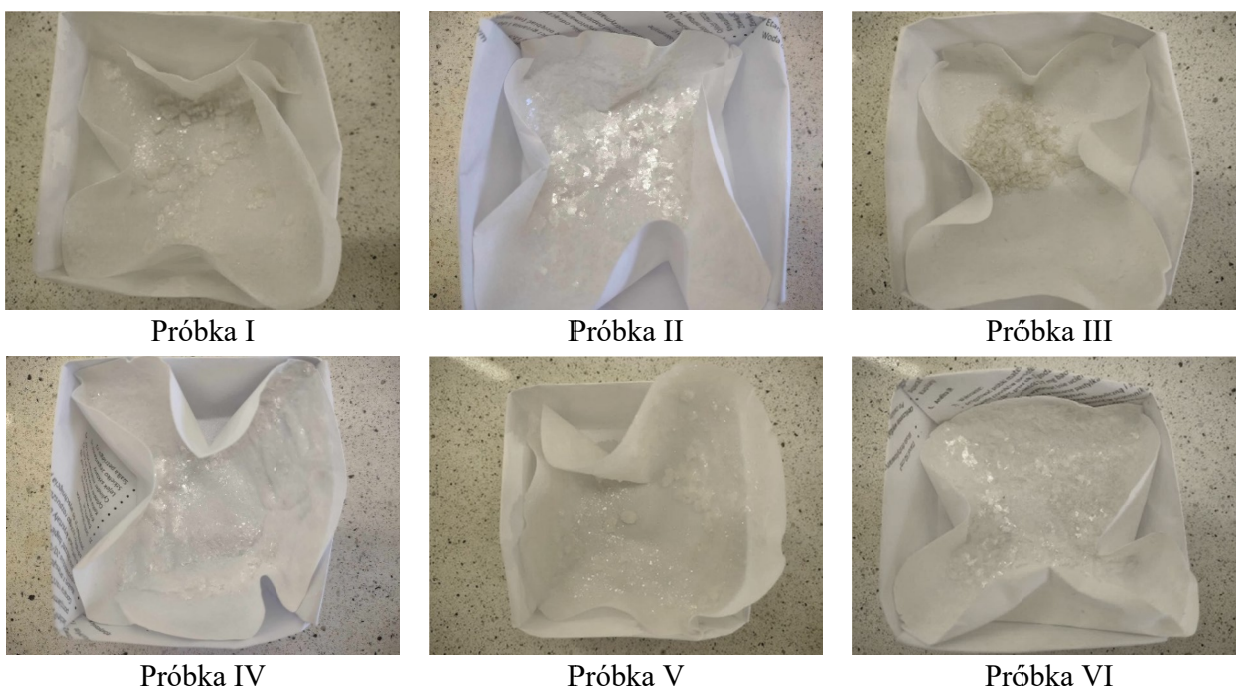
W celu wyznaczenia ilości reagentów potrzebnych do sporządzenia ok. 10 g każdej próbki, przyjęto do obliczeń, że wydajność syntezy acetanilidu wyniesie około 70%. Sporządzono 50 g 30% roztworu octanu sodu dodając 15 g substancji do 35 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Następnie 150 cm<sup>3</sup> wody wiano do zlewki i umieszczono na mieszadle magnetycznym. Do zlewki dodano 10 cm<sup>3</sup> HCl i 9,5 cm<sup>3</sup> aniliny wciąż mieszając. Po otrzymaniu przejrzystego roztworu podgrzano go do temperatury 50°C. Następnym krokiem było dodanie 12,5 cm<sup>3</sup> bezwodnika octowego i mieszanie do zaniku dwóch osobnych faz. Po tym zlewkę z roztworem przeniesiono na mieszadło magnetyczne bez grzania i dodano octan sodu. W ten sposób otrzymano 6 próbek acetanilidu. Gotowe próbki poddano sączeniu pod zmniejszonym ciśnieniem i po oznaczeniu numerami od I do VI odstawiono do suszenia na powietrzu przez tydzień. Próbki po syntezie zaprezentowano na Rys. 2.

### 2.2. Krystalizacja

Po tygodniu wysuszone próbki zważono i poddano krystalizacji w celu oczyszczenia. W procesie krystalizacji użyto dwóch rozpuszczalników: etanolu (próbki I, III, V) i wody destylowanej (próbki II, IV, VI). Z każdej próbki pobrano po 2 g acetanilidu i umieszczono wraz z kamykami wrzennymi w kolbie okrągłodennej. Potrzebne ilości rozpuszczalników obliczono używając danych literaturowych rozpuszczalności [17]. Wodę dodano z 10% nadmiarem, by zapobiec zestalaniu się próbki wraz z minimalnym obniżeniem temperatury, etanol ze względu na trudności techniczne dodano w większym nadmiarze, w ilości 4 cm<sup>3</sup>. Następnym etapem było ogrzewanie próbek do uzyskania temperatury wrzenia rozpuszczalnika (100°C dla wody i 78°C dla etanolu), po czym ogrzewano je jeszcze w tej temperaturze przez określone ilości czasu. Próbki I i II ogrzewano przez 15 minut, próbki III i IV przez 45 minut, a próbki V i VI przez 75 minut. Następnie próbki ochłodzono przez 30 minut. Zlewka na ten czas została umieszczona w krystalizatorze z lodem w celu przechłodzenia. Kolejno próbki zostały odsączone pod zmniejszonym ciśnieniem i odstawione do suszenia na kolejny tydzień. Próbki po krystalizacji zaprezentowano na Rys. 3.



Rys. 2. Zdjęcia próbek po syntezie



Rys. 3. Zdjęcia próbek po krystalizacji

W oparciu o wagę próbek po syntezie i po krystalizacji, określono wydajności krystalizacji próbek według wzoru:

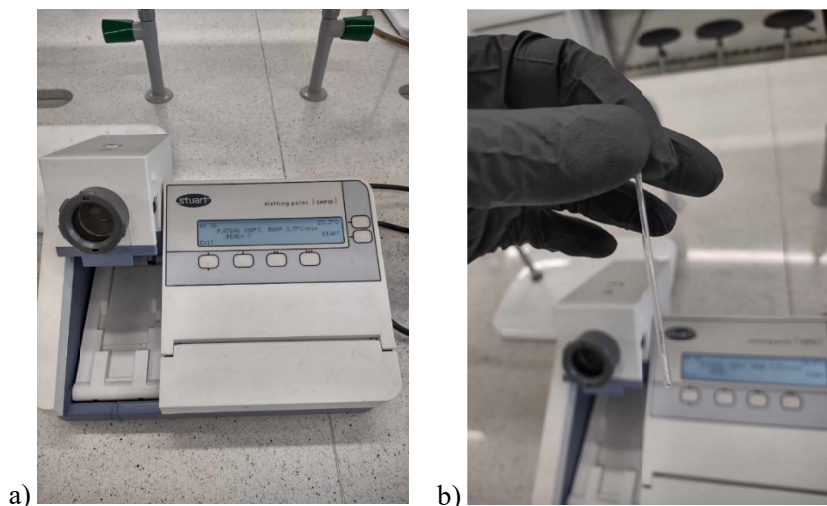
$$w = \frac{m_1}{m_2} \cdot 100 [\%] \quad (5)$$

gdzie:

- $w$  – wydajność krystalizacji [%];
- $m_1$  – masa próbki po krystalizacji [g];
- $m_2$  – masa próbki po syntezie przygotowanej do krystalizacji [g].

### 2.3. Określenie temperatury topnienia

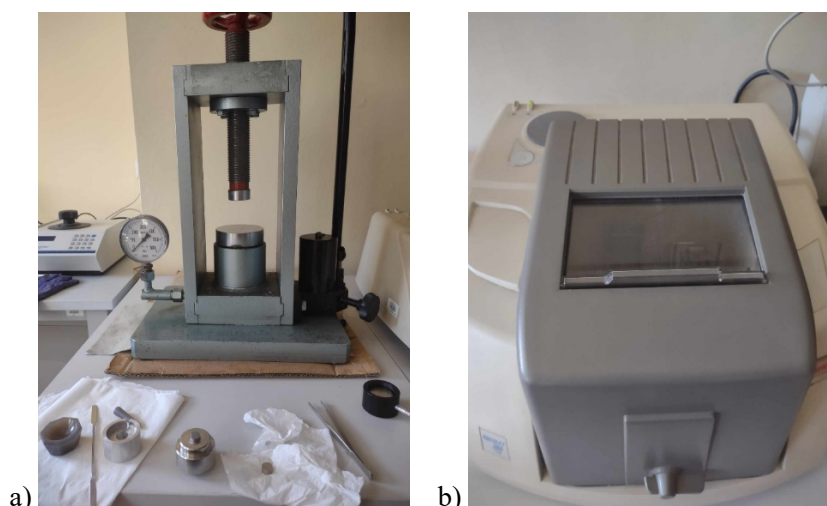
Analiza temperatury topnienia została przeprowadzona przy użyciu urządzenia STUART SMP30 (Rys. 4a). Przebieg tej analizy polegał na nabiciu próbek do szklanych kapilar (Rys. 4b) i umieszczeniu ich w przeznaczonym na nie bloku grzewczym. Następnie rozpoczęto kontrolowany proces ogrzewania i obserwacji próbek, a wraz z momentem ich topnienia zapisano odczyt temperatury aparatu.



Rys. 4. a) Zdjęcie aparatu STUART SMP30 i b) kapilara nabita próbką

### 2.4. Analizy spektroskopii w podczerwieni IR

Analizy IR zostały przeprowadzone z użyciem spektrometru Nicolet 380 FT-IR (Rys. 5a). Przygotowano próbki o gramaturze 0,1 g każda i rozdrobniono w moździerzu agatowym z 0,2 g KBr służącym jako tło. Próbki następnie umieszczono w pastylkarce, a tą w prasie o nacisku 200 bar na 1 minutę (Rys. 5b). Gotowe pastylki umieszczano w spektrometrze i przeprowadzono pomiar widma.



Rys. 5. a) Prasa, pastylkarka i moździerz agatowy używane w przygotowywaniu pastylek i b) spektrometr Nicolet 380 FT-IR

## 3. Wyniki

### 3.1. Wydajność krystalizacji

Próbki odpowiednio po syntezy i po krystalizacji zostały zważone, a rezultaty wraz z obliczoną dla każdej próbki wydajnością krystalizacji (wzór 5) zaprezentowano w Tab. 1.

Tab. 1. Masy próbek i wydajność ich krystalizacji

Próbka	Użyty rozpuszczalnik	Masa po syntezie [g]	Masa uwzględniona do krystalizacji [g]	Masa po krystalizacji [g]	Wydajność krystalizacji [%]
I	etanol	3,6	2,0	1,4	70
II	woda	3,7	2,0	1,5	75
III	etanol	4,0	2,0	1,2	60
IV	woda	2,5	2,0	1,4	70
V	etanol	2,2	2,0	1,3	65
VI	woda	2,1	2,0	1,5	75

Jak wynika z badań, krystalizacja acetanilidu zachodziła wydajniej, gdy rozpuszczalnikiem była woda destylowana. Ponadto wartości wydajności miały tendencję spadkową wraz ze wzrostem czasu prowadzenia procesu ogrzewania w temperaturze parowania rozpuszczalnika, po czym zaczynały znowu wzrastać. Wyniki ważenia po syntezie wykazały rozbieżność, mianowicie trzy pierwsze próbki miały masę większą niż trzy kolejne. Prawdopodobnie zostało to wywołane zmianą warunków otoczenia podczas prowadzenia syntezy, którą przeprowadzono w dwóch cyklach w różnych dniach.

### 3.2. Temperatura topnienia

Wyniki analizy temperatury topnienia zostały umieszczone w Tab. 2. Porównawczą temperaturą było 114,3°C będące literaturową temperaturą topnienia acetanilidu [18].

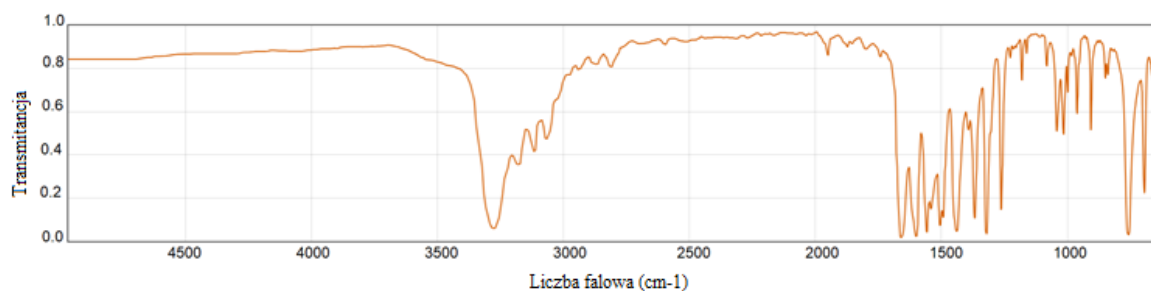
Tab. 2. Analizy temperatury topnienia dla próbek po krystalizacji

Próbka	I	II	III	IV	V	VI
Temperatura [°C]	110	110	110	109	109	109

Wyniki wskazują, że produkt po krystalizacji zarówno w przypadku użycia wody jak i etanolu był wciąż w pewnym stopniu zanieczyszczony. Zaobserwowano obniżenie temperatury topnienia, jednak różnica z wartością odniesienia była na tyle niewielka, że stopień zanieczyszczenia uznano za niewielki.

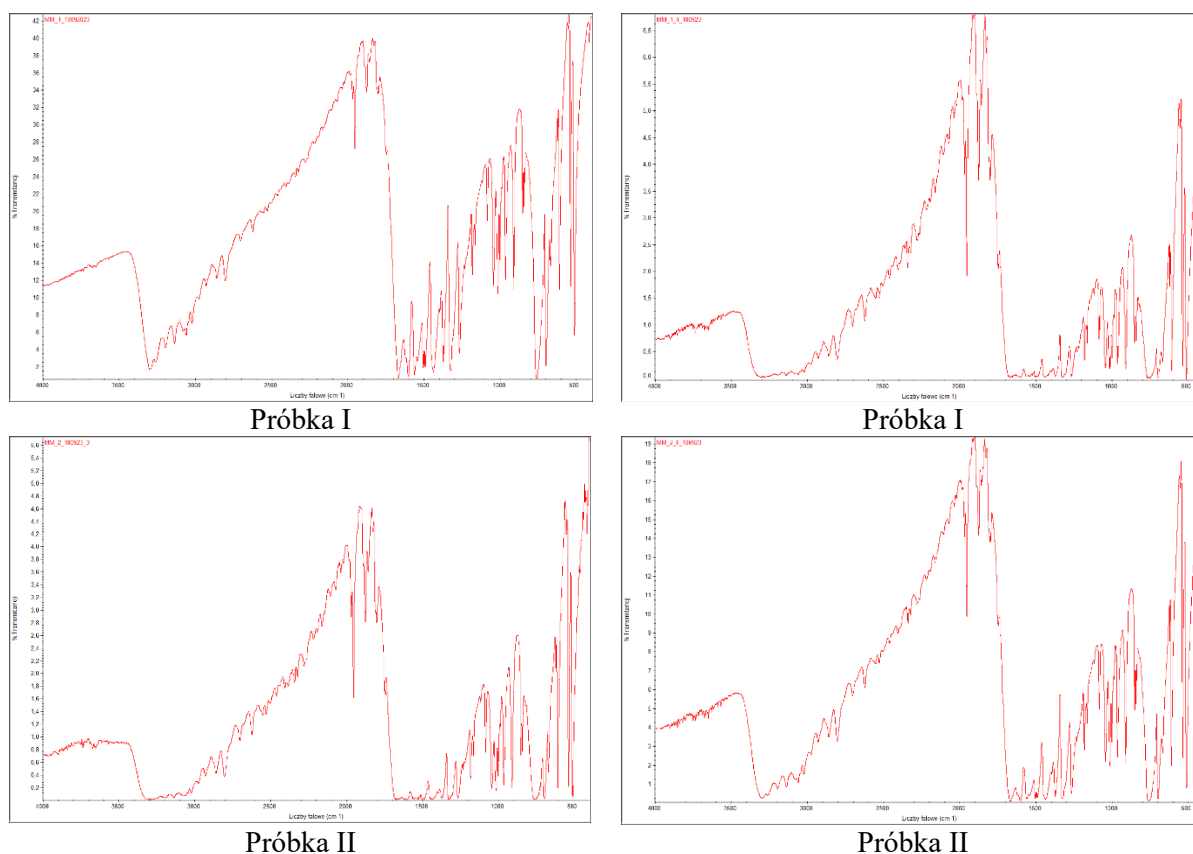
### 3.3. Spektroskopia IR

Badania IR wykonano dla próbek przed i po procesie krystalizacji w celu porównania. Na Rys. 6 przedstawiono wzorcowe widmo acetanilidu [19], natomiast na Rys. 7 zaprezentowano zmierzone widma dla próbki I (etanol jako rozpuszczalnik) i próbki II (woda jako rozpuszczalnik), jako przykładowe.



Rys. 6. Wzorcowe widmo IR acetanilidu [19]

Silne i szerokie piki w obszarze 3200-3500  $\text{cm}^{-1}$  wskazują na obecność wiązania N-H acetanilidu, ale mogą też sugerować obecność grup -OH w próbce. Probki po krystalizacji wykazywały tendencję do posiadania mniej ostrych pików w tym obszarze, co prawdopodobnie jest spowodowane obecnością pozostałości rozpuszczalnika po krystalizacji bądź wilgoci. Piki wskazujące na obecność wiązania C=C znajdują się w obszarze 1600-1650  $\text{cm}^{-1}$  mogą zostać potwierdzone również obecnością słabych drgań aromatycznych około 1700-2000  $\text{cm}^{-1}$ . W obszarze 3000-2800  $\text{cm}^{-1}$  ukazane są piki wiązania C-H  $\text{sp}^3$  prawdopodobnie z grupy metylowej -CH<sub>3</sub>, a około 3000-3100  $\text{cm}^{-1}$  związane z aromatycznym wiązaniem C-H  $\text{sp}^2$ . Silny pik około 1690  $\text{cm}^{-1}$  wskazuje na obecność wiązania C=O amidu pierwszorzędowego.



Rys. 7. Próbki I i II przed krystalizacją (po lewej) i po krystalizacji (po prawej)

Wszystkie zbadane widma prezentowały strukturę bardzo podobną do piku wzorcowego co wskazuje na pomyślne przeprowadzenie syntezy, widać to szczególnie w obszarze daktyloskopowego widma. Na widmach próbek po krystalizacji piki charakterystyczne dla acetanilidu robiły się silniejsze co sugeruje, że substancja została oczyszczona z zanieczyszczeń. Niestety jednoznaczne określenie różnic pomiędzy wynikami dla próbek krystalizowanych w etanolu i wodzie jest niemożliwe, gdyż są one bardzo podobne. Zauważono natomiast, że wyraźniejsze piki prezentują próbki ogrzewane przez krótszy czas.

#### 4. Podsumowanie

Synteza acetanilidu przebiegła poprawnie, choć z niższą wydajnością niż zakładano, ponieważ ostatecznie uzyskano wydajność na poziomie 20-40%. Efekty wydajności krystalizacji wskazują, że próbki krystalizowane w wodzie mają lepszą wydajność o około 5 do 10 punktów procentowych niż w etanolu. Zauważono, że na efektywność syntezy wpływają warunki atmosferyczne oraz czas ogrzewania. Najlepsze wyniki uzyskano w próbkach ogrzewanych najkrócej, tj. próbkach I i II. Różniły się one także morfologią kryształów: te wykrystalizowane z etanolu były bardziej bryłowate, zbite i matowe, a te wykrystalizowane przy użyciu wody błyszczące o luźniejszej i delikatniejszej strukturze.

Temperatury topnienia dla wszystkich próbek były bardzo zbliżone, z niewielką tendencją wzrostową w próbkach, których proces ogrzewania był krótszy. Różnica w wartościach temperatury topnienia była niska co sugeruje na niski stopień zanieczyszczenia produktów.

W oparciu o wyniki spektroskopii IR nie zaobserwowano znacznych różnic wpływu doboru rozpuszczalnika na przebieg krystalizacji. Uzyskano zbieżne widma, zbliżone do widma wzorcowego. Widma dla próbek ogrzewanych krócej były nieco ostrzejsze i bardziej zbliżone do wzorca.

Z wykonanych badań wynika, że osiągnięto podobną czystość zsyntetyzowanych kryształów, która była nieco lepsza przy krótszym czasie ogrzewania. Wydajność krystalizacji była natomiast wyższa przy użyciu wody jako rozpuszczalnika. Woda okazała się więc korzystniejszym rozpuszczalnikiem dla acetanilidu ze względu na niższy koszt, bezpieczeństwo jej użycia oraz łatwość w zastosowaniu jako rozpuszczalnik – większa różnica rozpuszczalności w wysokiej i niskiej temperaturze.

Badania zostały sfinansowane ze środków subwencji przyznanej AGH w Krakowie przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego. Badania przeprowadzono w laboratorium chemicznym Katedry Technologii Paliw Wydziału Energetyki i Paliw AGH w Krakowie.

## Literatura

- [1] A. Vogel, *Preparatyka organiczna*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowe PWN, 2018.
- [2] H. Błasiński, B. Młodziński, *Aparatura przemysłu chemicznego*. Warszawa: Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, 1983.
- [3] M. Głowacka, A. Zieliński, *Podstawy Materialoznawstwa*. Gdańsk: Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, 2011.
- [4] E. Fraś, *Krystalizacja Metali*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, 2003.
- [5] J.W. Mullin, *Crystallization*. Elsevier Butterworth-Heinemann, 2004.
- [6] S.W. Young, *Mechanical stimulus to crystallization in super-cooled liquids*. J. Am. Chem. Soc. **33**, nr 2, s. 148-162, (1911). DOI: <https://doi.org/10.1021/ja02215a003>
- [7] J.D. Hunt, K.A. Jackson, *Nucleation of the Solid Phase by Cavitation in an Undercooled Liquid which expands on Freezing*. Nature **211**, 5053, 1080-1081 (1966). DOI: <https://doi.org/10.1038/2111080b0>
- [8] G. Szklarz, *Badanie dynamiki i kinetyki krystalizacji cieczy formujących stan szklisty w różnych warunkach termodynamicznych*. Rozprawa Doktorska, Uniwersytet Śląski, Chorzów, 2018.
- [9] C. Guo, J. Wang, J. Li, Z. Wang, S. Tang, *Kinetic Pathways and Mechanisms of Two-Step Nucleation in Crystallization*. J. Phys. Chem. Lett. **7**, 24, 5008-5014 (2016). DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcclett.6b02276>
- [10] D. Erdemir, A.Y. Lee, A.S. Myerson, *Nucleation of Crystals from Solution: Classical and Two-Step Models*. Acc. Chem. Res. **42**, 5, 621-629 (2009). DOI: <https://doi.org/10.1021/ar800217x>
- [11] R.W. Hartel, A.V. Shastry, *Sugar crystallization in food products*. Crit. Rev. Food Sci. Nutr. **30**, 1, 49-112 (1991). DOI: <https://doi.org/10.1080/10408399109527541>
- [12] J. Chen, B. Sarma, J.M.B. Evans, A.S. Myerson, *Pharmaceutical Crystallization*. Cryst. Growth Des. **11**, 4, 887-895 (2011). DOI: <https://doi.org/10.1021/cg101556s>
- [13] C. Sun, D. Xue, *Crystallization of nanomaterials*. Curr. Opin. Chem. Eng. **1**, 2, 108-116 (2012). DOI: <https://doi.org/10.1016/j.coche.2011.12.003>
- [14] N. Morimoto, R. Obeid, S. Yamane, F.M. Winnik, K. Akiyoshi, *Composite nanomaterials by self-assembly and controlled crystallization of poly(2-isopropyl-2-oxazoline)-grafted polysaccharides*. Soft Matter. **5**, 8, 1597 (2009). DOI: <https://doi.org/10.1039/b817603e>
- [15] L. Zapor, H. Puchalska, *Acetanilid – pyły: dokumentacja proponowanych wartości dopuszczalnych poziomów narażenia zawodowego*. Podstawy i Metody Oceny Środowiska Pracy **1**, 23, 5-22 (2000).
- [16] *Karta Charakterystyki: Acetanilid*. Dostęp: 21 grudzień 2023. [Online]. Dostępne na: [http://chempur.pl/pliki/karty\\_charakterystyk/acetanilid.pdf](http://chempur.pl/pliki/karty_charakterystyk/acetanilid.pdf)
- [17] *Acetanilide: chemical and physical properties*. Dostęp: 27 grudzień 2023. [Online]. Dostępne na: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Acetanilide#section=Solubility>
- [18] *Acetanilide: melting point*. Dostęp: 27 grudzień 2023. [Online]. Dostępne na: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/904#section=Melting-Point>
- [19] *Acetanilide Infrared Spectrum*. Dostęp: 1 styczeń 2024. [Online]. Dostępne na: <https://webbook.nist.gov/cgi/inchi?ID=C103844&Type=IR-SPEC&Index=1#IR-SPEC>

## The efficiency of the acetanilide synthesis and crystallisation process as a function of selected parameters

### Abstract

The aim of the study was to synthesise acetanilide and subject it to crystallisation in order to purify the crystals. Crystallisation was carried out using two solvents: water and ethanol, and three different process durations were applied for each solvent. The samples were heated at the solvent's boiling point for 15, 45 and 75 minutes respectively, in order to determine the effect of these factors on process yield and product purity. The synthesis proceeded with low yield. IR analysis and melting point measurements showed that the samples did not differ significantly in purity depending on the solvent used. Better results were obtained in samples heated for shorter periods, and the crystallisation yield was higher for samples crystallised using water as the solvent.

**Keywords:** crystallisation, IR spectroscopy, melting point, organic synthesis, acetanilide, ethanol