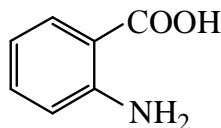


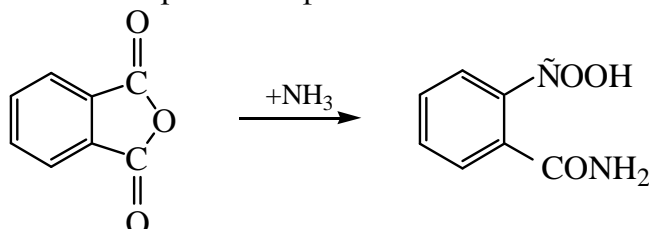
Лабораторна робота №2

Робота № 2.1

Синтез антранілової кислоти



2.1.1. Отримання фталамінової кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Трьохгорла колба на 50мл
або хім.склянка на 100мл;
Лабораторна мішалка;
Мірний циліндр;
Лабораторна вага;
Термометр до 100° С;
Колба Бунзена;
Вакуумний насос.

Амоніачна вода 6мл;
Фталевий ангідрид 13г;
Їдкий натрій, 40%;
Хлоридна кислота, 20%;
Лід;
рН-метр;
Воронка Бюхнера;

У хімічну склянку завантажують 15 мл води і 1,5 г амоніачної води (в перерахунку на 100 %). У склянку завантажують першу порцію фталевого ангідриду масою 6,5 г. При цьому температура реакційної маси може підвищитись до 30-40°С. Після розмішування протягом 15 хв. перевіряють повноту розчинення фталевого ангідриду і рН розчину, яке повинен бути в межах 7,5-8,5. Після цього завантажують другу порцію фталевого ангідриду в кількості 6,5 г в наступному порядку: після придачі одної четвертої частини другої порції фталевого ангідриду одночасно починають придачу 40%-ного розчину їдкого натрію таким чином, щоб рН середовища було в межах 8,5-9,5. Температура при цьому може піднятися до 60-70°С. Розчин фталамінової кислоти продовжують розмішувати до повного розчинення фталевого ангідриду. Після закінчення розчинення реакційну масу охолоджують до 20-25°С і починають придачу хлоридної кислоти (20%) до рН 1-1,5. Фталамінову кислоту фільтрують на воронці Бюхнера, осад промивають дуже малою кількістю води і сушать на повітрі. Вихід фталамінової кислоти складає 90%, $t_{\text{топл.}}$ 148-149°С.

2.3.2. Отримання розчину гіпохлориту натрію



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічний склянка;
Одногорла колба;
Крапельна лійка;
Газовідвідна трубка;
Їдкий натрій;
Хлоридна кислота, 45 мл;
Перманганат калію 3,3 г;

Попередньо готують 100 мл розчину їдкого натрію з концентрацією 20-23%.

Для отримання розчину гіпохлориту натрію отримують хлор з 45мл концентрованої хлоридної кислоти і 6,5 г перманганату калія. Для цього в одnogорлу колбу поміщають

перманганат калію і з крапельної лійки протягом 2 годин додають концентровану хлоридну кислоту. Хлор, який утворюється під час реакції, пропускають через розчин лугу. Газовідвідна трубка повинна бути занурена в розчин лугу на 1-2см. Колбу з лугом поміщають у льодяну ванну і час від часу енергійно струшують.

Після закінчення поглинання хлору розчин аналізують на вміст активного хлору, який повинен бути біля 115 г/л в перерахунку на гіпохлорит натрію.

Методика визначення активного хлору

Реактиви: тіосульфат натрію, 0,1 н. розчин; калій йодид, 10%-ний розчин; кислота сульфатна, 5%-ний розчин; крохмал, 1%-ний розчин; вода.

Проведення аналізу: Відбирають 10мл розчину гіпохлориту натрію, який отримано в попередньому досліді, і вносять в мірну колбу на 250мл, доводять водою до мітки і ретельно перемішують. Аліквоту 10 мл приготовленого розчину переносять піпеткою в конічну колбу на 250 мл, додають 10 мл розчину йодиду калію, перемішують, додають 20 мл розчину сульфатної кислоти, перемішують і закривають колбу корком.

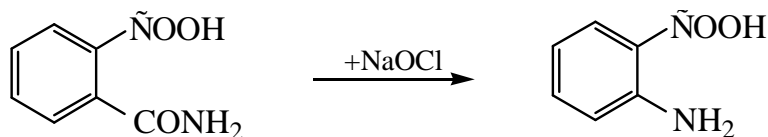
Через 5хв титрують йод розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення, додають 2-3 мл розчину крохмалу і титрують до знебарвлення розчину.

Вміст активного хлору (w) в г/л вираховують за формулою:

$$w = \frac{V \cdot 0,003545 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10}$$

де: V - об'єм точно 0,1 н. розчину тіосульфату натрію, який витрачено на титрування, мл;

2.3.1. Отримання антранілової кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;	Їдкий натрій;
Магнітна мішалка;	Лід;
Термометр до 100 С;	Хлоридна кислота;
рН-метр;	Розчин гіпохлориту натрію
Колба Бунзена;	Воронка Бюхнера.

Всю фталамінову кислоту розчиняють в 44 мл 20%-ного розчину лугу. Після закінчення розчинення розчин заходжує до температури мінус (2-6)°С. Окремо заходжує розчин гіпохлориту натрію до такої ж температури. До розчину фталамінової кислоти швидко приливають розчин гіпохлориту натрію (з розрахунку на 1 моль фталамінової кислоти 2 моль активного хлору).

При змішуванні розчинів проходить вспінення реакційної маси внаслідок виділення газоподібного азоту, який утворюється при взаємодії гіпохлориту натрію з надлишком аміаку. Температура реакційної маси може підвищитись до 65-70°С.

Реакційну масу охолоджують і нейтралізують хлоридною кислотою до рН 6,5-7,0. Під час нейтралізації реакційну масу постійно охолоджують. За температури реакційної маси нижче 40°С проводять очисну фільтрацію через шар паперу.

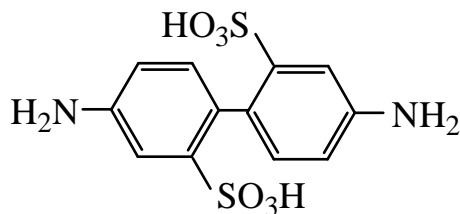
До фільтрату продовжують додавати хлоридну кислоту до рН 3,8-4,2. Придача хлоридної кислоти до рН нижче 3,8 приводить до виділення смолянистих продуктів і до часткового розчинення антранілової кислоти.

Суспензію антранілової кислоти розмішують протягом 15 хв і фільтрують на воронці Бюхнера.

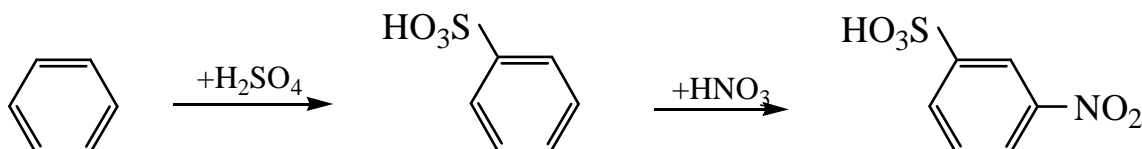
Вихід антранілової кислоти 17,5 г (70%). $t_{\text{топл.}}$ антранілової кислоти 144-145°С.

Робота № 2.2

Синтез 4,4'-діамінобіфеніл-2,2'-дисульфонової кислоти



2.2.1. Отримання 3-нітробензенсульфонової кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Круглодонна тригорла колба;	Бензен;
Зворотній холодильник	Сульфатна кислота, концентрована
Крапельна лійка	Нітратна кислота, концентрована;
Хімічна склянка	Лід;
Термометр до 100 С;	Натрій хлористий
Колба Бунзена;	Воронка Бюхнера.

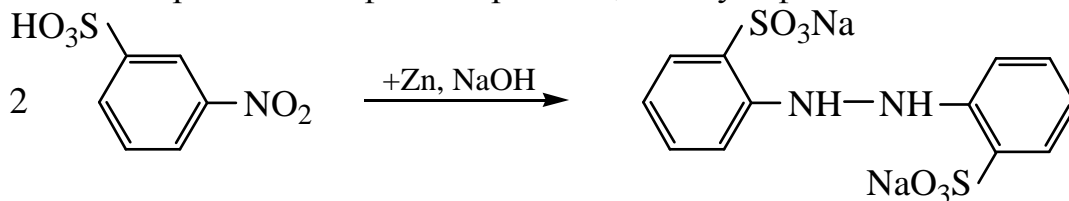
У круглодонну колбу, яку споряджено термометром і зворотнім холодильником, заливають 9,8 мл бензену і повільно 25 мл концентрованої сульфатної кислоти. Реакційну масу повільно нагрівають гліцериновій ванні до кипіння і витримують до утворення однорідного розчину. Для перевірки кінця реакції утворення бензенсульфонової кислоти краплю реакційної маси вносять в содовий розчин (розшарування маси та поява слідів бензену на поверхні вказує на необхідність продовження витримки).

Після закінчення витримки реакційну масу охолоджують, знімають зворотній холодильник і поміщають у льодяну ванну. При інтенсивному перемішуванні в реакційну масу повільно вносять 4,7 мл концентрованої нітратної кислоти, температура при цьому не повинна перевищувати 15°C. Після закінчення додавання кислоти реакційну масу повільно нагрівають до 75-80°C і витримують при цій температурі протягом 1,5 годин.

Реакційну масу охолоджують і при інтенсивному перемішуванні виливають на 60 г дрібнорозмеленого льоду. У розчин засипають 10 г NaCl, перемішують, нітробензенсульфонатну кислоту відфільтровують, ретельно віджимають на фільтрі і промивають насиченим холодним розчином хлориду натрію (2 порції по 25 мл).

Продукт являє собою кристали світло-жовтого кольору. Вихід пасти ~ 35-40 г (в перерахунку на сухий продукт 15-16 г).

2.2.2. Отримання дифенілгідразин-2,2'-дисульфонатної кислоти



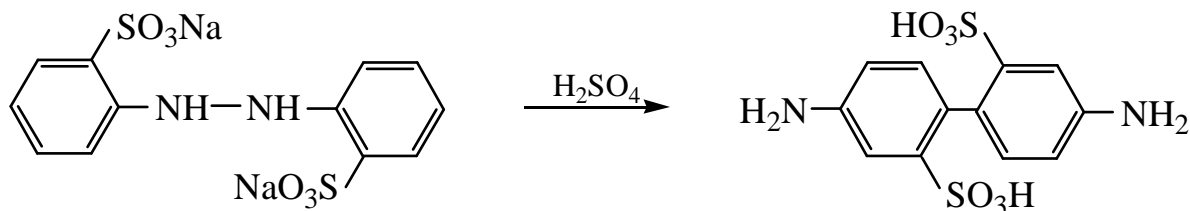
Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Круглодонна тригорла колба;	3-нітробензенсульфонатна кислота;
Зворотній холодильник;	Їдкий натрій, 40%;
Водяна ванна для нагріву	Цинк, порошок;
Термометр до 100 С;	Колба Бунзена;
Воронка Бюхнера.	

У колбу загрузають 15 мл розчину лугу, нагрівають до 50°C і невеликими порціями додають 30 г пасти 3-нітробензенсульфонатної кислоти. Реакційну масу нагрівають до повного розчинення і за температури киплячої водяної ванни невеликими порціями додають 10 г цинкового порошку протягом 3 годин. Кінець реакції відновлення визначають пробою на витік, який повинен бути безбарвним, жовте забарвлення вказує на необхідність продовження витримки.

Після закінчення витримки реакційну масу розбавляють 60 мл води, проводять очисне фільтрування на воронці Бюхнера. Осад на фільтрі промивають водою (2 рази по 30 мл). Фільтрат і промивні води використовують на подальший синтез.

2.2.3. Отримання 4,4'-діамінобіфеніл-2,2'-дисульфонатної кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;	Розчин зі стадії 2.2.;
Зворотній холодильник;	Сульфатна кислота, 20% і 50%;
Водяна ванна для охолодження	Магнітна мішалка;
Термометр до 100 С;	Крапельна лійка;
Колба Бунзена;	Воронка Бюхнера.

У хімічну склянку, яку поміщено у льодяну ванну, загрузають 90 мл 20% H_2SO_4 , охолоджують до 0°C і повільно додають ½ розчину зі стадії 2.2. Швидкість придачі регулюється температурою, яка не повинна перевищувати 10°C. Потім до реакційної маси повільно по краплях додають 100 мл 50%-ної сульфатної кислоти і залишок розчину гідразосполуки за температури не вище 10°C. Реакційну масу витримують 1 годину при перемішуванні і температурі до 10°C. Реакційну масу залишають без перемішування на 1 годину для повного виділення цільового продукту.

Осад відфільтровують, промивають холодною водою, ретельно відтискають і сушать.

Продукт являє собою блискучі безбарвні кристали. Вихід 6,6 г (~65%).