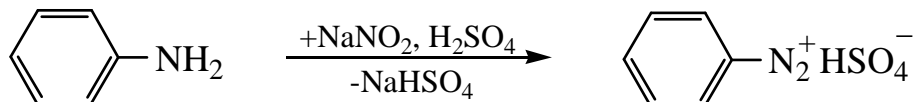


## Лабораторна робота №5

### Робота № 5.1

#### Синтези на основі бензендіазонію

##### 5.1.1. Отримання гідрогенсульфату бензендіазонію



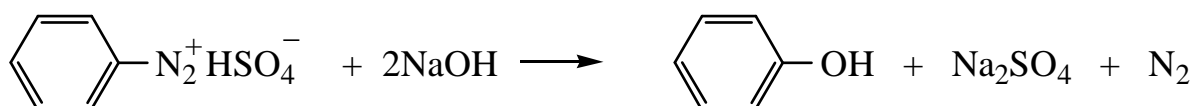
Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;	Сульфатна кислота, 10 мл;
Магнітна мішалка;	Анілін, 9,3 г;
Льодяна ванна;	Нітрит натрію, 7 г;
Термометр;	Лід 7 г;
Йодкрохмальний папір;	

У хімічну склянку наливають 50 мл води і обережно при ретельному перемішуванні - 10 мл концентрованої сульфатної кислоти. Потім до теплого розчину краплями додають 9,3 г аніліну. До отриманого розчину добавляють 75 г льоду. Додатково поміщають склянку у ванну з льодом. При цьому поганорозчинний у воді анілін гідрогенсульфат може частково випадати в осад.

До охолодженого розчину за температури не вище 5°C поволі приливають розчин 7 г нітриту натрію в 30 мл води. Після придачі 90% розчину нітриту натрію роблять пробу на йодкрохмальному папері на присутність нітритної кислоти. Утворення інтенсивної синьої плями вказує на присутність нітритної кислоти. Під кінець процесу діазотування реакція йде досить повільно, тому пробу на йодкрохмальний папір необхідно проводити після витримки 5 хв. Реакцію діазотування можна вважати закінченою, якщо після закінчення 5 хв витримки спостерігається чіткий надлишок нітритної кислоти. Під кінець реакції спостерігається також повний перехід гідрогенсульфату аніліну в розчин.

##### 5.1.2. Отримання фенолу



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

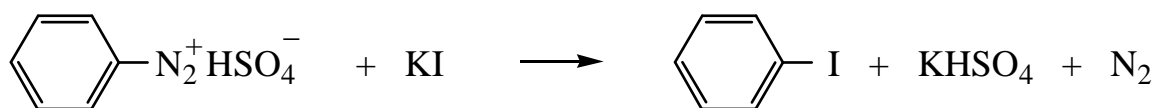
Колба Вюрца або	Бромна вода;
Однорігла колба з насадкою Вюрца;	Хлорид натрію;
Прямий холодильник;	Діетиловий ефір;
Алонж і колба приймач;	Ділійна воронка.
Чашка Петрі;	

Гідрогенсульфат бензендіазонію вже при стоянні при кімнатній температурі поступово розкладається з утворенням фенолу. Для збільшення швидкості реакції розчин солі діазонію нагрівають. Спочатку виділення азоту йде швидко, маса може вспинитися. Кінець реакції перевіряють пробою на витік з содовим розчином Аш-кислоти – проба не повинна давати інтенсивно забарвлену смужку при злитті двох витіків.

При припиненні виділення азоту складають установку для перегонки. Фенол відганяється разом з водою, відгонку проводять до тих пір, поки проба погону не перестане давати осад або муть з бромною водою, тобто до негативної реакції на фенол.

Дистилят насичують хлористим натрієм з розрахунку 25 г солі на 100 мл погону і кілька разів екстрагують фенол діетиловим ефіром (у два прийоми по 15 мл). Ефірний розчин фенолу виливають в чашку Петрі і залишають під витяжкою до повного випаровування ефіру. Вихід - 6г (65%),  $t_{\text{топл.}}$  чистого фенолу  $41^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{\text{кип.}}$   $183^{\circ}\text{C}$ . При зберіганні внаслідок окислення кристали фенолу поступово рожевіють, а далі набувають рожево-бурого забарвлення.

### 5.1.3. Отримання йодобензену



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Ванна для охолодження;

Йодистий калій 20г;

Електроплитка;

Їдкий натр;

Ділильна воронка;

Лакмусовий папір.

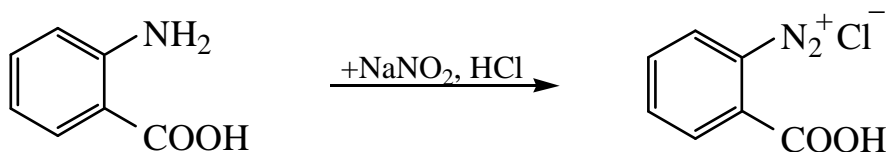
До отриманого розчину гідрогенсульфату бензендіазонію (дослід 1.1) додають розчин 20 г йодиду калію в 15 мл води, перемішують і залишають стояти на 2-3 години при охолодженні ззовні водою. Реакційну масу нагрівають до виділення азоту і витримують поки перестане виділятися азот.

Щоб зв'язати побічний продукт реакції - фенол, до отриманої суміші додають надлишок концентрованого розчину лугу (проба на лакмусовий папір). Фенол перетворюється у фенолят натрію, який добре розчинний у воді. Йодбензол відділяють на ділильній воронці. Вихід 15 г. (73%),  $d = 1,83 \text{ кг/дм}^3$ ,  $n = 1,261$ ,  $t_{\text{топл.}} = 31,4^{\circ}\text{C}$ .

## Робота № 5.2

### Синтези на основі 2-карбоксифенілдіазонію

#### 5.2.1. Отримання хлориду 2-карбоксифенілдіазонію



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;

Хлоридна кислота;

Магнітна мішалка;

*o*-Амінобензойна кислота;

Льодяна ванна;

Нітрит натрію;

Термометр;

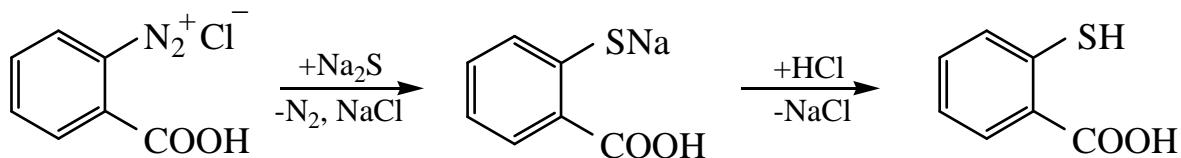
Лід;

Йодкрохмальний папір;

У хімічну склянку наливають 40 мл води, 8,5 мл концентрованої хлоридної кислоти і додають 8,5 г антранілової кислоти. Масу розмішують до утворення однорідного розчину (за необхідності злегка нагрівають) і вносять 20 г тонкоподрібненого льоду. Хімічну склянку фіксують у льодяній ванні і при перемішуванні повільно додають розчин нітриту натрію (4,3 г  $\text{NaNO}_2$  і 10 мл води) так, щоб температура розчину не перевищувала  $5^\circ\text{C}$ . Утворення інтенсивної синьої плями вказує на присутність нітритної кислоти. Під кінець процесу діазотування реакція йде досить повільно, тому пробу на йодкрохмальний папір необхідно проводити після витримки 3 хв. Реакцію діазотування можна вважати закінченою, якщо після закінчення 3 хв. витримки спостерігається чіткий надлишок нітритної кислоти.

Отримують червоно-коричневий розчин, який необхідно використати в цей же день. Надлишок нітратної кислоти знімають безпосередньо перед використанням додаванням кількох кристалів сульфамінової кислоти.

#### 5.2.2. Отримання тіосаліцилової кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;

Сульфід натрію;

Електроплитка;

Їдкий натр;

Колба Бунзена;

Воронка Бюхнера.

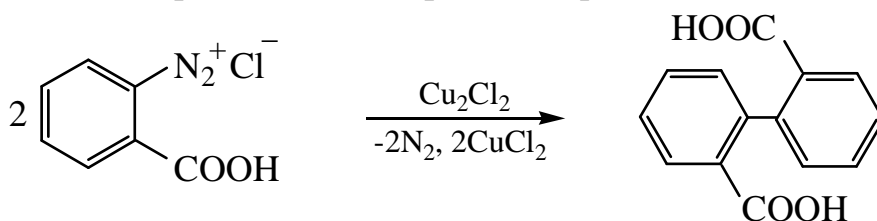
Попередньо готують розчин сульфиду натрію. Для цього в 20 мл води розчиняють 17,3 г  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  і додають 2 г  $\text{NaOH}$ .

У хімічну склянку вносять 60 г тонкоподрібненого льоду, приливають лужний розчин сульфід натрію і повільно при перемішуванні невеликими порціями розчин хлориду 2-карбоксифенілдіазонію (суміш піниться і утворюється жовтий осад). Реакційну масу перемішують 1 годину, підкислюють концентрованою хлоридною кислотою до рН 1-2. Осад фільтрують і промивають кількома порціями захолодженої води.

Фільтрат і першу промивну воду зливають в ємність зі зливами.

Осад сушать на повітрі. Отримують 7,6 г речовини світло-жовтого кольору.

### 5.2.3. Отримання 2,2'-біфенілдикарбонової кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;

Сульфід натрію;

Електроплитка;

Їдкий натр;

Колба Бунзена;

Воронка Бюхнера.

До розчину хлориду 2-карбоксибензендіазонію вносять 20 г тонкоподрібненого льоду розчин купрум(І) хлориду (0,9 г  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2$  в 50 мл води. До реакційної маси повільно приливають 20%-ний розчин амоніаку до рН 9-10 і дають витримку 30 хв., контролюючи наявність діазосполуки пробою на витік з содовим розчином Аш-кислоти. За відсутності діазосполуки до розчину приливають 15 мл концентрованого розчину амоніаку (рН не менше 10), перемішують і проводять очисне фільтрування.

До фільтрату додають при перемішуванні розчин сульфатної кислоти до рН < 2, перемішують і фільтрують. Осад ретельно віджимають і промивають двічі по 30 мл води, переносять у чашку Петрі і сушать за температури до 80°C.

Отримують речовину світло-жовтого кольору, вихід 6 г.