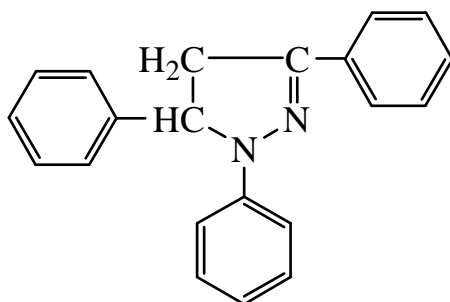


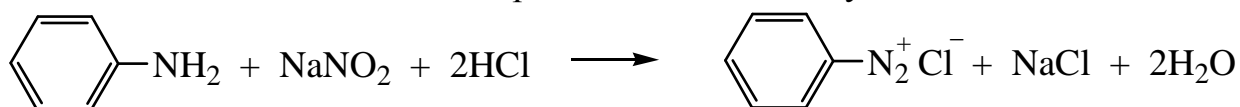
Лабораторна робота №6

Робота № 6.1

Синтез люмінору червоно-фіолетового 440 РТ



6.1.1. Отримання діазобензену



Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Вода			44	1,0		18	
Анілін	99	13	13,1	1,022	12,9	93	1,40
Хлоридна кислота	32	32	37,8	1,15	32,8	36,5	3,22
Нітрит натрію	69	9,6	24	1,29	18,6	69	1,89

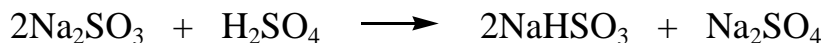
У склянку наливають 44 мл води і при ретельному перемішуванні додають 13 г аніліну. Потім до розчину додають 11,7 г хлоридної кислоти. Склянку поміщають у ванну з льодом. При цьому поганорозчинний у воді хлорид аніліну може частково випадати в осад.

До охолодженого розчину при температурі не вище 5°C поволі приливають розчин 9,6 г нітриту натрію в 14,4 мл води. Під час діазотування реакційна маса повинна мати кислу реакцію на папірець «конго». Після придачі 90% розчину нітриту натрію роблять пробу на йодкрохмальному папері на присутність нітритної кислоти.

Під кінець процесу діазотування реакція йде досить повільно, тому пробу на йодкрохмальний папір необхідно проводити після витримки 5хв. Реакцію діазотування можна вважати закінченою, якщо після закінчення 5хв витримки спостерігається чіткий надлишок нітритної кислоти. Під кінець реакції спостерігається також повний перехід хлориду аніліну в розчин.

Вихід – 108 мл.

6.1.2. Приготування сульфітно-гідрогенсульфітної суміші



Завантаження на операцію:

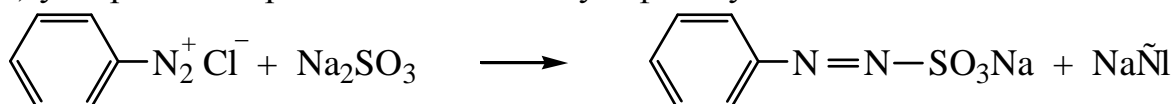
Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Вода			60	1,0		18	
Сульфіт натрію	99,8	39,1	39,2			126	0,031
Сульфатна кислота	92	5,6	6,1	1,824	3,3	98	0,057

Зважують 39,1 г сульфіту натрію і розчиняють в 60 мл води. У склянку з сульфітом натрію повільно доливають 3,3 мл сульфатної кислоти. температура реакційної маси не повинна перевищувати 30°C.

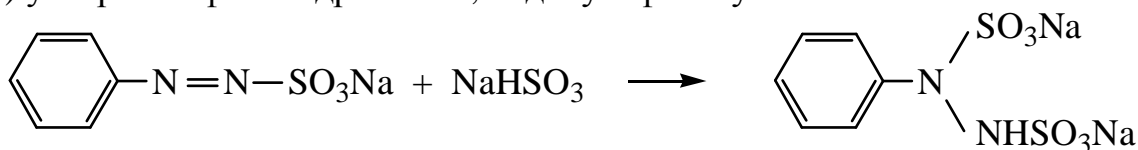
Вихід – 102 г.

6.1.3. Відновлення хлористого фенілдіазонію

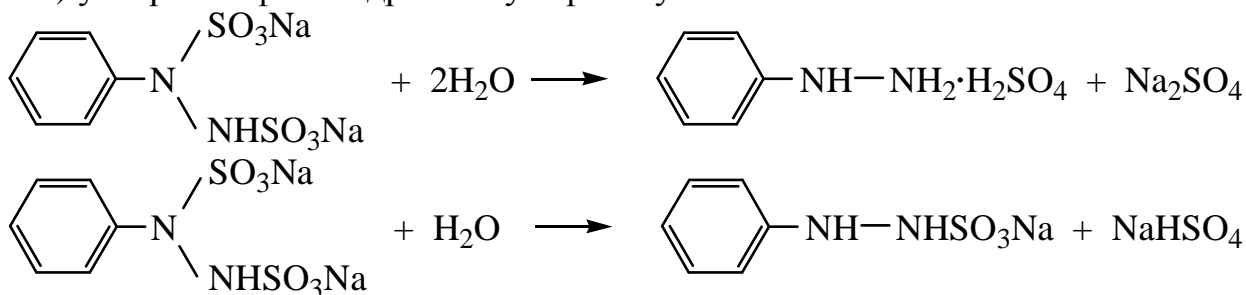
а) утворення натрій бензендіазо-N-сульфонату



б) утворення фенілгідразина-N,N'-дисульфону



в) утворення фенілгідразин-сульфонату



Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Сульфітно-гідроген-сульфітна суміш	Вся реакційна маса зі стадії 1.2				74,8		
Діазорозчин	Вся реакційна маса зі стадії 1.1				108		
Сульфатна кислота	40	3,6	9,0	1,303	6,9	98	0,037

До приготовленої сульфітно-бісульфітної суміші при температурі 20-23°C додають попередньоприготовлений діазорозчин. Після додавання всього розчину перевіряють рН середовища за універсальним папером, яке повинно бути слаболужним. Якщо середовище виявиться кислим, то його негайно доводять до слаболужного додаванням розчину їдкого натру.

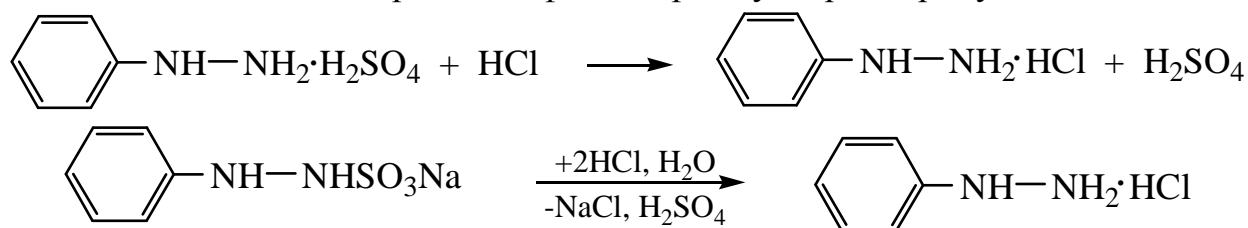
Потім реакційну масу нагрівають до температури 40-42°C і дають годинну витримку. Під час цього рН середовища змінюється, лужність збільшується. Для підтримання слаболужного середовища за універсальним папером потрібно вчасно добавляти до реакційної маси 40%-ний розчин сульфатної кислоти.

Після годинної витримки, за слаболужного середовища, реакційну масу нагрівають протягом 45 хв. до температури 80-82°C, підтримуючи слаболужне середовище за універсальним папером додаванням сульфатної кислоти. Знову дають годинну витримку.

Після витримки проводять очисне фільтрування реакційної маси під вакуумом на воронці Бюхнера.

Вихід – приблизно 190 мл.

6.1.4. Отримання фенолгідразину гідрохлориду



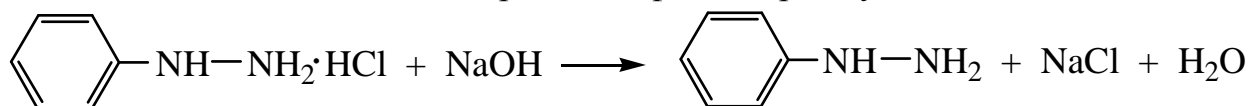
Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
Реакційна маса	Вся реакційна маса зі стадії 1.3				190		
Хлоридна кислота	32	12	39	1,15	33,9	36,5	0,33

Отриману в попередніх дослідах реакційну масу нагрівають 10хв при 20°C і 30хв при 70°C. Розчин стає темно-червоним. Гарячий розчин підкисляють концентрованою хлоридною кислотою (за лакмусом) і нагрівають ще 6 год. за 70°C.

Після цього до ще теплого розчину добавляють концентровану соляну кислоту (об'ємне співвідношення розчин:соляна кислота 3:1) і охолоджують на льодяній ванні до температури мінус 5°C. Фенілгідразин гідрохлорид, який випав в осад, відфільтровують.

6.1.5. Отримання фенолгідразину основи



Завантаження на операцію:

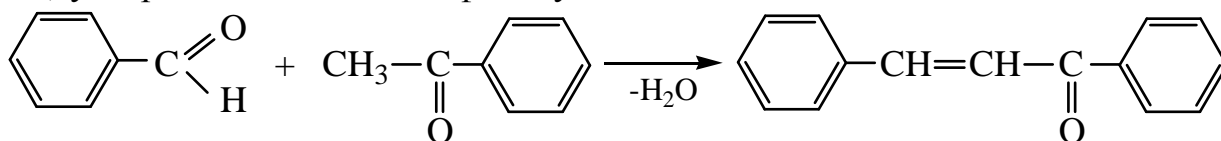
Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
2-Пропанол	99,9	19,6	19,6	0,785	25	60,09	0,326
Їдкий натрій	20	2,6	12,6	1,22	10,3	40,00	0,065
Активне вугілля			0,8				
Вода			10	1,0	10	18	

В конічну колбу завантажують 25мл ізопропілового спирту, фенілгідрозин гідрохлорид, отриманий на попередній стадії, і перемішують протягом 10 хв. до отримання однорідної суспензії. Після цього до реакційної маси додають розчин їдкого натру, який отримали при розчиненні 2,6 г лугу в 10 мл води. Температура при цьому підвищується до 30-40°C. Реакційну масу розмішують протягом 20-30 хв., перевіряють величину рН середовища (н/м 9), завантажують 0,8 г активного вугілля і розмішують ще 10 хв. Проводять очисну фільтрацію реакційної маси.

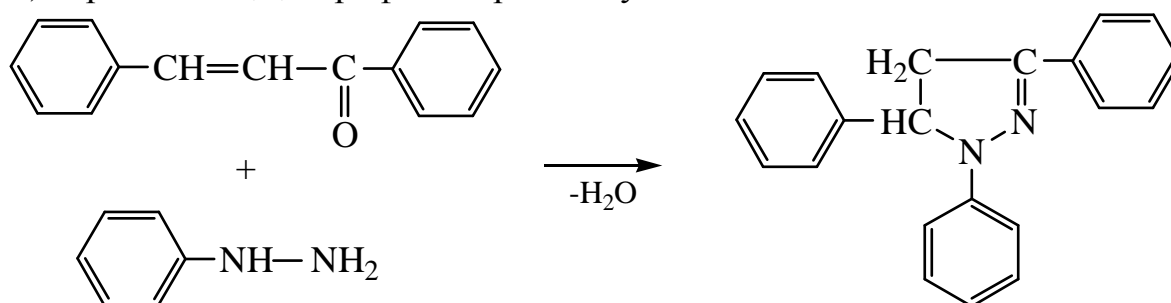
Отримують 30мл ізопропанольного розчину фенілгідрозину основи.

6.1.6. Отримання 1,3,5-трифенілпіразолону

а) утворення бензальацетофенону



б) отримання 1,3,5-трифенілпіразолону



Завантаження на операцію:

Назва сировини	Мас. частка, %	Маса, г		Густи-на г/см ³	Об'єм мл	Мол. маса	К-сть моль
		100%	техн				
2-Пропанол	99,9	70,7	70,8	0,785	90	60,09	1,18
Їдкий натрій	7	0,15	2,15	1,08		40,00	0,003
Бензальдегід	98	4,26	4,34	1,04	4,1	106,13	0,04
Ацетофенон	97	5,18	5,34	1,03	4,8	120,15	0,04

В колбу завантажують 10 мл 2-пропанолу, розчин їдкого натру (0,15 г NaOH в 2 мл води) і 4,1 мл бензальдегіду. Перемішують 5 хв. і перевіряють величину рН за універсальним папером (н/м 11). За позитивного результату аналізу в колбу завантажують 4,8 мл ацетофенону і нагрівають реакційну масу до 35-40°C, дають витримку при цій температурі протягом 1 год. Після закінчення витримки в колбу заливають ще 50 мл ізопропілового спирту і ізопропанольний розчин фенілгідрозину основи. Температуру підвищують до 70°C і витримують 1,5 год.

Після витримки суспензію 1,3,5-трифенілпіразоліну охолоджують і фільтрують. Осад на воронці промивають ізопропіловим спиртом порціями по 10 мл. Продукт сушать в сушильній шафі при температурі 35-40°C.

Одержують 8г люмінору червоно-фіолетового 440 РТ. За необхідності продукт додатково перекристалізують зі спирту (співвідношення люмінор:ізопропіловий спирт 1:5).