

Instrukcja do ćwiczenia nr 2

SYNTEZA NITROBENZENU

A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy nitrobenzenu z benzenu,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez destylację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje substytucji elektrofilowej aromatycznej, struktury mezomeryczne,
2. techniki laboratoryjne: ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną, destylacja, ekstrakcja, sączenie grawitacyjne, suszenie,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem a w szczególności z pracą ze stężonymi kwasami i benzenem.

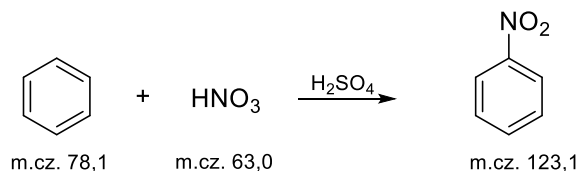
Stężone kwasy: siarkowy i azotowy posiadają silne właściwości żrące, dlatego praca z nimi wymaga szczególnej ostrożności. W razie bezpośredniego kontaktu ze skórą, kwas trzeba spłukać obficie wodą oraz wodą z mydłem.

Benzen i nitrobenzen oraz ich pary są silnie toksyczne.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

B. Wykonanie ćwiczenia

1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: zlewka o poj. 300 cm³, wkraplacz o poj. 25 cm³, kolba trój szyjna o poj. 100 cm³, chłodnica powietrzna, termometr, rozdzielacz o poj. 100 cm³, kolby stożkowe, zestaw do destylacji prostej.

3. Odczynniki: benzen, stężony (65%) kwas azotowy (V) d=1,51 g/ cm³, stężony (95%) kwas siarkowy (VI), 5% roztwór wodorotlenku sodu, bezwodny chlorek wapnia.

4. Sposób wykonania ćwiczenia:

Uwaga: Praca ze stężonymi kwasami. Reakcję należy prowadzić pod dygestorium!

Syntezę wykonuje się w kolbie trój szyjnej, zaopatrzonej we wkraplacz o poj. 25 cm³, chłodnicę powietrzną i termometr. W kolbie o poj. 100 cm³ umieszcza się 15 cm³ (20,87 g; 0,21 mola) stęż. kwasu azotowego, po czym stopniowo dodaje się 17 cm³ (31,4 g) stęż. kwasu siarkowego. Do otrzymanej mieszaniny nitrującej ochłodzonej do temperatury pokojowej, wprowadza się małymi porcjami, wstrząsając, 15 cm³ (13 g; 0,17 mola) benzenu, tak regulując

szybkość dodawania, aby temperatura utrzymywała się w granicach 50-60°C [I]. Po wprowadzeniu całej ilości benzenu, w celu dokończenia reakcji, zawartość kolby ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną powietrzną przez 1 godzinę w łaźni wodnej w temperaturze 60°C. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby wylewa się do zlewki zawierającej 200 cm³ wody i starannie miesza w celu usunięcia z nitrobenzenu jak największej ilości kwasów. Zlewkę pozostawia się bez mieszania do chwili, gdy nitrobenzen zbierze się na jej dnie.

Kwaśną warstwę wodną zlewa się możliwie dokładnie a pozostałość przelewa do rozdzielacza. Dolną warstwę nitrobenzenu oddziela się, a górną warstwę wodną odrzuca.

Surowy nitrobenzen przelewa się do rozdzielacza i przemywa wytrząsając z 30 cm³ wody a następnie pozostawia do rozdzielenia warstw. Warstwę wodną (górną) odrzuca się a dolną warstwę nitrobenzenu, ponownie przenosi się do rozdzielacza i w taki sam sposób 2-krotnie przemywa się 15 cm³ 5% roztworu wodorotlenku sodu [II], a następnie wodą (10 cm³) do odczynu obojętnego (odczyn sprawdzamy w warstwie wodnej) i oddziela warstwę surowego nitrobenzenu.

Surowy produkt przenosi się do kolby stożkowej i suszy bezw. chlorkiem wapnia. Nitrobenzen sączy się do kolby destylacyjnej i destyluje, zbierając frakcję wrzącą w zakresie temperatur 205-211°C [III]. Otrzymuje się 18,3 g (89% wyd. teoret.) nitrobenzenu w postaci jasnożółtej cieczy o charakterystycznym zapachu.

Uwagi:

[I] Temperaturę mieszaniny reakcyjnej sprawdza się po dodaniu każdej porcji benzenu, a w przypadku przekroczenia podanych granic kolbę należy chłodzić zimną wodą.

[II] Przemywanie 5% roztworem wodorotlenku sodu należy prowadzić do uzyskania alkalicznego odczynu warstwy wodnej. Niestaranne odmycie nitrobenzenu od pozostałości mieszaniny nitrującej jest przyczyną otrzymania po destylacji nitrobenzenu barwy ciemnoczerwonej, nie dającej się usunąć przez powtórny destylację.

[III] Destylacji produktu nie należy prowadzić do sucha, gdyż pozostające, ewentualnie powstałe di- i tri-nitropochodne benzenu o wyższej temperaturze wrzenia posiadają własności detonacyjne.

Piśmiennictwo: Z. Jerzmanowska: Preparatyka organicznych związków chemicznych, PZWL, Warszawa 1972, s. 317, A. I. Vogel: Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1984, s. 533.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia. Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

5. Utylizacja odpadów:

Roztwory poreakcyjne należy wylać do pojemnika na zlewki wodno-organiczne kwaśne. Przedgon należy wylać do zlewek organicznych nie zawierających chlorowców.

C. Sporządzenie raportu

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie maszynopisu po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

D. Ocena ćwiczenia

Aby zaliczyć ćwiczenie, należy zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.