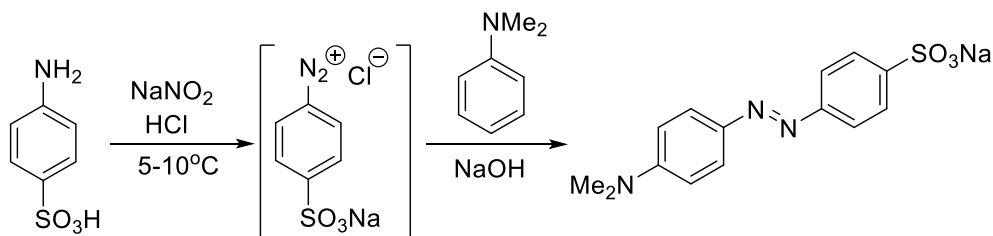


### III Preparat

#### 1. Metil-oranž

Dobijanje metil-oranža reakcijom *N,N*-dimetilnilina sa in situ nagrađenom diazonijum-soli



Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
NaCO <sub>3</sub>	2			
Sulfanilna kiselina	5,2		0,03	1,2
NaNO <sub>2</sub>	1,8		0,026	1
cc HCl	5,3			
<i>N,N</i> -dimetilnilin	3	3,1	0,025	1
CH <sub>3</sub> COOH	1,5			
20% NaOH		18		
NaCl	5			

*N,N*-Dimetilnilin je toksična supstanca i eksperiment se mora izvoditi u digestoru.

U čaši od 250 mL se napravi rastvor 2 g natrijum-karbonata u 50 mL vode. U ovaj rastvor doda se 5,2 g (0,03 mol; 1,2 ekv) sulfanilne kiseline i smeša se zagreva dok se ne izbistri. Rastvor se potom ohladi na 15 °C i u kapima se doda 1,8 g natrijum-nitrita (0,026 mol; 1 ekv), rastvorenog u 5 mL vode. Smesa se izlije u čašu, u kojoj je prethodno odmereno 5,3 ml konc. hlorovodonične kiseline i 30 g ustinjenog leda i meša 15 minuta. \*\* U drugoj čaši od 50 mL rastvori se 3 g *N,N*-dimetilnilina (3,1 mL; 0,025 mol; 1 ekv) u 1,5 mL glacijalne sirćetne kiseline. Ovaj rastvor se dodaje u suspenziju diazonijum-soli, koja se meša staklenim štapićem i reakciona smesa se ostavi da stoji 10 min. U smesu se zatim, uz mešanje, dodaje 18 mL 20% rastvora natrijum-hidroksida. Smesa postaje narandžasta, usled izdvajanja natrijumove soli metil-oranža. Pošto se talog teško cedi, u smesu se dodaje oko 5 g natrijum-hlorida i zagreje do 80-90 °C, a zatim se dobijeni rastvor ostavi da se ohladi do sobne temperature i kristalizacija se dovrši hlađenjem u ledenom kupatilu. Talog se cedi na Büchner-ovom levku, a sirovi metil-oranž se može prekrystalisati iz vrele vode (50-70 mL). Dobija se 6,5 g (80%) metil-oranža, u obliku narandžastih kristala, koji nemaju definisanu tačku topljenja.

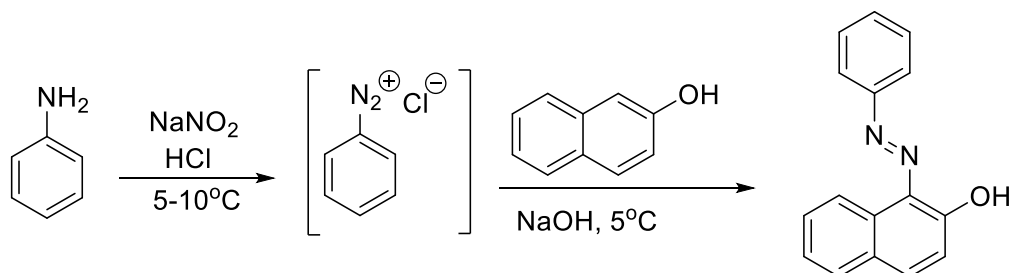
\* Izdvojene kristale ne treba cediti, jer postoji opasnost od eksplozije.

\* Nakon isteka ovog vremena, pomoću kalijum-jodid-skrobne hartije utvrditi da li postoji višak azotaste kiseline ( u tom slučaju papir dobija tamno plavu boju).

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 951

## 2. 1-(Fenilazo)-2-naftol

### Dobijanje azo-boje reakcijom 2-naftola sa in situ nagrađenom diazonijum-soli



Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
Anilin	5	4,9	0,054	1
NaNO <sub>2</sub>	4		0,058	1,07
cc HCl	16			
2-Naftol	7,8		0,054	1
10% NaOH		45		

Anilin je toksična i potencijalno kancerogena supstanca, koja iritira kožu i oči. Mora se koristiti u digestoru, u sobi za otrove.

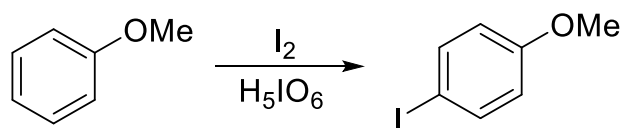
U erlenmajeru od 250 mL rastvori se 5 g (4,9 mL; 0,054 mol) anilina u smesi 16 mL konc. hlorovodonične kiseline i 16 mL vode. Reakciona smesa se ohladi u ledenom kupatilu, a zatim se dodaje rastvor 4 g (0,058 mol; 1,07 ekv) natrijum-nitrita u 20 mL vode, u malim porcijama (2-3 mL). Tokom dodavanja nitrinog rastvora, smeša se meša i temperatura se održava ispod 10 °C povremenim dodavanjem komadića leda u reakcionu smesu.\* U čaši od 250 mL rastvori se 7,8 g (0,054 mol) 2-naftola u 45 mL 10% rastvora natrijum-hidroksida i smesa se ohladi na 5 °C. Ovako ohlađenom rastvoru naftola polako se dodaje hladan rastvor diazonijum soli, uz mešanje staklenim štapićem, pri čemu hladan rastvor diazonijum soli, uz mešanje staklenim štapićem, pri čemu rastvor diazonijum soli najpre dobija crvenu boju, a zatim dolazi i do izdvajanja crvenih kristala 1-fenilazo-2-naftola. Nakon dodatka celokupne količine diazonijum soli, reakciona smesa se ostavi da stoji u ledenom kupatilu još 30 min. Formirani talog se odvoji ceđenjem na Büchner-ovom levku, ispira vodom i suši na vazduhu. Sirovi proizvod se prekrystalise iz glacijalne sirćetne kiseline i kristali se isperu manjom količinom etanola. Dobija se 12 g (90%) 1-(fenilazo)-2-naftola, u obliku crvenih igličastih kristala (t.t. 131 °C).

\* Pri kraju dodavanja ovog rastvora treba pomoću kalijum-jodid-skrobne hartije utvrditi da li postoji višak azotaste kiseline ( u tom slučaju papir dobija tamno plavu boju).

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 948

### 3. *p*-Jodanizol

Direktno jodovanje anizola pomoću joda, u prisustvu perjodne kiseline kao reoksidansa



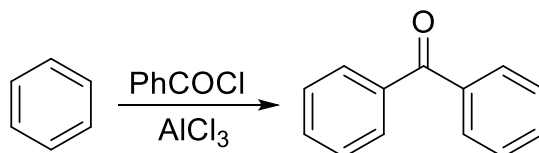
<i>Supstanca</i>	<i>m (g)</i>	<i>V (mL)</i>	<i>mmol</i>	<i>eq</i>
<i>Anizol</i>	3,8	3,8	35	1
<i>H<sub>5</sub>IO<sub>6</sub></i>	1,4		6,14	0,18
<i>I<sub>2</sub></i>	3,8		15	0,43

U balon od 25 mL, opremljen povratnim kondenzatorom i magnetom mešalicom, odmeri se 1,4 g (6,14 mmol; 0,18 ekv) perjodne kiseline, 3,8 g (15 mmol; 0,43 ekv) fino spraćenog joda, 3,8 g (3,8 mL; 35 mmol) anizola i 15 mL 95% etanola. Dobijena suspenzija se meša i zagreva na 60 °C tokom 30 min, a zatim odmah i izlije, uz mešanje, u 100 g ledenog rastvora 5% natrijum-sulfita. Nastali talog se procedi na *Büchner*-ovom levku, dobro ispere hladnom vodom i ostavi da se suši na vazduhu. Dobija se 7,2 g (88%) *p*-jodanizola, u obliku svetlo-braon kristala (t.t. 50-51 °C).

Referenca: M. Sosnowski, L. Skulski, *Molecules*, 2005, 10, 401

## 4. Benzofenon

**Friedel-Crafts-ovo acilovanje benzena pomoću hlorida kiseline u prisustvu stehiometrijske količine Lewis-ove kiseline**



Supstanca	m (g)	V (mL)	mmol	eq
Benzen	52	60	0,67	5,4
Benzoil-hlorid	17,5	14,5	0,125	1
AlCl <sub>3</sub>	18,5		0,138	1,1

*Benzen je kancerogena tečnost i ne sme se dozvoliti kontakt sa kožom i disajnim organima. Benzoil-hlorid je korozivna tečnost, oštrog i neprijatnog mirisa. Nagrizava kožu i sluzokožu i iritira disajne organe.*

*Aluminijum-hlorid je čvrsta korozivna supstanca, koja u dodiru sa kožom izaziva opekotine. Aluminijum-hlorid, u obliku sitnog praha, dimi se na vazduhu usled oslobađanja hlorovodonika, što iritira disajne organe i oči. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru.*

U dvogrlom balon od 250 mL, opremljen povratnim kondenzatorom, staklenim čepom i magnetnom mešalicom, odmeri se 52 g (60 mL; 0,67 mol; 5,4 ekv) benzena i 17,5 g (14,5 mL; 0,125 mol; 1 ekv) benzoil-hlorida. Dobijenom rastvoru se, uz mešanje, dodaje 18,5 g (0,138 mol; 1,1 ekv) anhidrovanog aluminijum-hlorida,\* u manjim porcijama, tokom 10 min, kroz bočno grlo balona. Nakon završenog dodavanja, zagrevanje na vodenom kupatilu se nastavi u toku 3 h, ili sve dok ne prestane izdavanje hlorovodonika. Topla reakciona smesa se pažljivo izlije u smešu 100 g leda i 50 mL konc. hlorovodonične kiseline. Ohlađena smesa se prenese u levak za odvajanje, doda se dietil-etar (50 mL), promućka se i odvoji se gornji, organski sloj, koji se ispere 5% vodenim rastvorom natrijum-hidroksida (25 mL), vodom i osuši iznad anh. natrijum-sulfata. Rastvor benzofenona se procedi, rastvarač se ukloni pomoću vakuum-uparivača i ostatak u balonu se prečisti destilacijom pod sniženim pritiskom, uz vazdušni kondenzator. Dobija se 15 g (66%) benzofenona, u obliku bezbojne tečnosti, koja stajanjem očvršćava (t.k. 187-190 °C/15 mmHg; t.t. 47-48 °C).

\* Aluminijum-hlorid se mora brzo odmeravati u zatvorenom sudu, u digestoru.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 1009