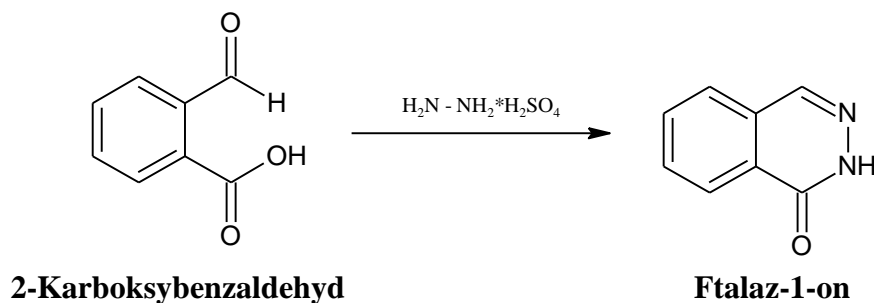


Ćwiczenie 55

**Otrzymywanie ftalaz-1-onu jako półproduktu do syntezy chlorowodorku
1-hydralazynoftalazyny (Apresoliny)**

**Surowce i odczynniki:**

2-Karboksybenzaldehyd	10 g	(0,07 mola)
Siarczan hydrazyny	8.2 g	(0,06 mola)
Octan sodu krystaliczny	20.3 g	(0,25 mola)

Sprzęt laboratoryjny:

Kolba dwuszyjna okrągłodenna	250 mL	1 szt.
Mieszadło mechaniczne		1 szt.
Cylinder miarowy	100 mL	1 szt.
Zlewka	50 mL	1 szt.
Zlewka	100 mL	1 szt.
Zlewka	200 mL	1 szt.
Lejek szklany zwykły		1 szt.
Lejek ze spiekim szklanym (Schotta)		1 szt.
Kolba ssawkowa	50 mL	1 szt.
Łopatka metalowa		1 szt.
Bagietka		1 szt.
Łaźnia wodna		1 szt.
Korek szklany do odciskania z gładkim grzybkim		1 szt.
Szalka Petrie'go		1 szt.

Wykonanie:

Do kolby dwuszyjnej (poj. 250 mL), zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, wsypać siarczan hydrazyny (8.2 g), następnie wodę (40 mL). Podgrzać mieszaninę reakcyjną do rozpuszczenia (łaźnia wodna). Dodawać małymi porcjami krystaliczny octan sodu (20.3 g) przy intensywnym mieszaniu. W zlewce (poj. 100 mL) przygotować roztwór 2-karboksybenzaldehydu (10 g) w gorącej wodzie (25 mL) (**Uwaga 1**) i wlać do kolby reakcyjnej. Mieszaninę reakcyjną ogrzewać w łagodnym wrzeniu przez 15-25 min. (**Uwaga 2**). Następnie gorący roztwór przesączyć na lejku ze spiekem (Schotta). Otrzymany przesącz pozostawić do krystalizacji (**Uwaga 3**). Po zakończeniu krystalizacji osad odsączyć na lejku ze spiekem szklanym i przemyć trzykrotnie małymi porcjami wody (po 5 mL). Osad przenieść na szalkę Petrie'go i suszyć w eksykatorze próżniowym nad chlorkiem wapniowym. Wyszuszony osad zważyć, obliczyć wydajność reakcji i oznaczyć temperaturę topnienia.

Uwaga 1: W przypadku niecałkowitego rozpuszczenia skonsultować się z prowadzącym zajęcia lub kontynuować reakcję (uwzględnić przy interpretacji wydajności)!

Uwaga 2: W przypadku trudności z homogenizacją mieszaniny reakcyjnej należy dodać do niej 5-10 mL wody.

Uwaga 3: Krystalizację produktu prowadzić poprzez stopniowe obniżanie temperatury przesączu (na ok. 10 minut przed sączeniem umieścić w zamrażalniku lub łaźni z lodem).

Produkt:

Według przepisu literaturowego otrzymuje się 8.5 g produktu (wyd. 78%), temperatura topnienia 183-185 °C [*Beil.* 24, **IV**, 400].