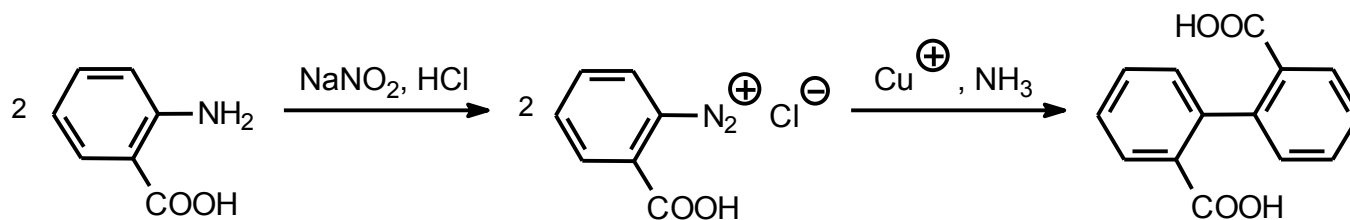


IV.6

KWAS DIFENOWY**Odczynniki:**

kwas antranilowy	4,1 g (0,03 m)	kwas chlorowodorowy stęż.	ok. 35 cm ³
siarczan(VI) miedzi(II) uwodn.	11,5 g	wodorotlenek sodu roztwór 25 %	8 cm ³
amoniak stęż.	18 cm ³	wodorowęglan sodu	3,6 g
azotan(III) sodu	2,6 g (0,035 m)	chlorowodorek hydroksyloaminy	3,2 g

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i zasadą. Obowiązują rękawice ochronne!

Przygotowanie amoniakalnego roztworu soli miedzi(I): W zlewce lub kolbie stożkowej o poj. 250 cm³ rozpuszcza się uwodn. siarczan(VI) miedzi(II) w 50 cm³ wody, dodając 18 cm³ stęż. amoniaku. Roztwór chłodzi się do temp. poniżej 10 °C. Jednocześnie przygotowuje się roztwór chlorowodoru hydroksyloaminy w 11 cm³ wody. Do oziębionego poniżej 10 °C roztworu dodaje się 8 cm³ 25 % roztworu wodorotlenku sodu. Przesączony roztwór hydroksyloaminy dodaje się, nie zwlekając, do amoniakalnego roztworu soli miedzi(II). W wyniku zachodzącej redukcji wydziela się azot. Roztwór ten powinien być jak najszybciej zużyty, gdyż pod wpływem powietrza ulega rozkładowi.

W zlewce o pojemności 100 cm³ umieszcza się kwas antranilowy, 7,5 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego i 12 cm³ wody. Zawiesinę ogrzewa się do ok. 50 °C, tak by część kwasu antranilowego uległa rozpuszczeniu, ochładza się i umieszcza się na mieszadle magnetycznym. Zawartość zlewki oziębia się do 0 °C i mieszając, wkrapla powoli roztwór azotanu(III) sodu w 30 cm³ wody tak, aby temp. nie przekroczyła 5 °C. Jeżeli tak otrzymany roztwór nie jest przezroczysty, to bezpośrednio przed użyciem należy przesączyć go przez oziębiony lejek.

Naczynie z wcześniej przygotowanym i ochłodzonym poniżej 10 °C roztworem soli miedzi(I) umieszcza się na mieszadle magnetycznym i wkrapla powoli roztwór soli diazoniowej. Nóżkę wkraplacza należy połączyć węzłem gumowym z kapilarnie zakończoną rurką, której wylot wprowadzony jest pod powierzchnię roztworu soli miedzi(I). W przeciwnym razie tworząca się piana uniemożliwia efektywny kontakt wkraplanego roztworu soli diazoniowej z roztworem soli miedzi(I). Po zakończeniu wkraplania brunatny płyn miesza się jeszcze przez 5 min., ogrzewa szybko do wrzenia i ostrożnie zakwasza ok. 20 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego. Wypada surowy kwas difenowy w postaci jasnobrażowych kryształów. Pozostawia się go na 12 godz., sączy i przemywa 5 cm³ wody.¹ Otrzymany kwas oczyszcza się przez dodanie do odsączonego osadu 18 cm³ wody, wodorowęglanu sodu i węgla aktywnego, a następnie ogrzanie do wrzenia i przesączenie na gorąco.² Gorący przesącz zakwasza się rozcieńczonym (1:1) kwasem chlorowodorowym i chłodzi. Wytrącony kwas difenowy odsąca się, przemywa wodą³ i suszy. Tt. 227 - 228 °C.

¹ Przesącz umieszcza się w pojemniku **W-M** (roztwory soli metali przejściowych i cyny).

² Po wysuszeniu, sączek wraz z osadem umieszcza się w pojemniku **P** (stałe, palne).

³ Po rozcieńczeniu, przesącz można wylać do zlewu.