

## 実験29. アニリンとアゾ化合物

〈注意〉(1)10M-NaOHを使用するが、万一、目に入ると失明の恐れがあるので慎重に取り扱うこと。

(2)フェノール(石炭酸) $C_6H_5OH$ は試験管に分注してある。(教卓)

(3)実験1と3を並行して行う。はやく終わった方が2を行うとよい。

### 1. アニリンの生成

a) 試験管にニトロベンゼンを1ml程とり(とり過ぎないように)、粒状スズSnを3g上皿天秤で量り取って加える。これに濃塩酸conc.HClを2ml加えて振り混ぜ、気体の発生等の変化の様子を観察せよ。気体の発生が殆ど起こらないようであったら、少し暖めて気体の発生を良くし、ニトロベンゼンとconc.HClは溶け合わないので、接触をよくするためによく振り混ぜて反応させる。

このように、Snから気体(気泡)を発生している状態で振り混ぜ続ける。暖めても気体の発生が起こらないようであったらconc.HClを追加する。このようにして、ニトロベンゼンの油滴が消失し、全体が溶け合うようになるまで反応させる。conc.HClの使用量は多くとも10ml程に留め、反応時間は5~20分位かかるだろう。

b) ニトロベンゼンの油滴がほとんど無くなったら、未反応のSnを試験管に残して、反応液だけを100ml三角フラスコに移す。さらに反応に使用した試験管に水を5ml程加えて、試験管やSnに付着している反応液を洗い、洗液も三角フラスコに追加する。

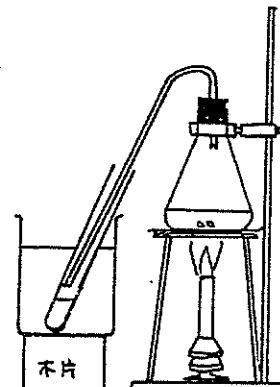
(残っているSnは教卓の所定の容器に空ける。)

次いで conc.HCl を少しと素焼片1個を追加して加熱し、未反応のニトロベンゼンを追い出す。(30秒位沸騰させる)

d) 三角フラスコの溶液に、10M-NaOHをかき混ぜながら少しずつ、一旦できた沈殿が減少するまで(アルカリ性になるまで)加える(液面には油滴が浮いてくるだろう)。

e) 三角フラスコに水を20ml程追加して、素焼片を4個程入れ、右図のように蒸留用足長ガラス曲管を取り付け、ガラス管の先は冷水につけた試験管にさしこみ、三角フラスコを熱して蒸留する。初めに乳濁液が留出し、次に留出する水で洗われ、ガラス管内がきれいにならたら蒸留をやめる。

※注意・三角フラスコは必ずスタンドに固定すること。



f) 乳濁した留出液に水を5ml程加えて静置し、油滴が沈み二層に分れてくるかどうか観察せよ。この上澄液については実験2-bを、残りについては実験2-cを行い、留出した油状物質がアニリンであることを確認せよ。

### 2. アニリンの性質

a) 試験管に試薬瓶からアニリンを0.5ml程とり、臭いや外観を見よ。次いで、水を5ml加えて振り混ぜ、水に溶けるかどうか、水より重いかどうか等を観察せよ。

b) aの上澄液の一部を別の試験管に移し、水を加えて3倍程に薄め、サラシ粉溶液を少量加えてみよ。

〈注〉サラシ粉溶液は教卓に作ってある。

c) aの残りの液(アニリンと水)に、振り混ぜながら、6M-HClを少しづつ加えていつて変化を見よ。また、臭いは加える前と比べてどう変化したか調べよ。

次いで、振り混ぜながら、10M-NaOHを少しづつ加えていつて変化を見よ。また、臭いがどう変化したかも調べよ。

### 3. アゾ化合物

a) 試験管に試薬瓶からアニリンを0.5ml程とり(とり過ぎないように)、6M-HClを2ml加えて振り混ぜて溶かす。溶けたら水5mlを加えて振り混ぜる。

b) 200mlビーカーに氷水をつくり、この氷水の中にaの試験管をつけておく。別の試験管に亜硝酸ナトリウム溶液2M-NaNO<sub>2</sub>を2mlとり、この試験管も氷水の中につけておく。両試験管の液が氷水の温度になった頃、アニリンのHCl溶液の試験管を氷水につけたまま、反応熱のため温度が上がらないように注意しながら、冷やしてある2M-NaNO<sub>2</sub>を少しづつ加えてはよく振り混ぜる。振る時は試験管を氷水から出してねかせて振ると良い。

反応後の溶液が透明なまならよいが、沈殿ができた場合は、温度が5°C以上に上がりため別の変化が起こっており失敗である。失敗した場合は、3-aの始めの操作からやり直す。反応液が透明な場合はそのまま氷水の中につけておく。

c) 50mlビーカーに2-ナフトール( $\beta$ -ナフトール)を小さじ1/2杯とり、2M-NaOHを5ml加えて少しあたためて溶かす(煮沸してはいけない)。更に水を加えて2倍程に薄め、この中に木綿片を入れて3分程放置して液をしみこませ、取り出して水気を切つておく(洗ってはいけない)。時間があれば乾かす。溶液は下記のfに使用する。

d) 試験管にフェノール(石炭酸) $C_6H_5\cdot OH$ を0.3ml程とり(教卓に分注したもの用意してある)、2M-NaOHを3ml加えて振り混ぜて溶かす。更に水を加えて2倍程に薄める。

e) cで用意した木綿片を別のビーカーに広げて入れ、dで生成した溶液の半分を木綿片に注ぎ、しばらく放置する。木綿片を取り出して水洗し、染着性を調べよ。

f) cの溶液及びdの溶液の夫々に、残してあるbの溶液を数滴ずつ加えて見よ。

g) 残っているbの溶液を熱して臭い等の変化を調べよ。

### 4. 後始末

実験1-cの未反応のSnは、水洗して教卓の所定の容器に空ける。

三角フラスコの中身も所定の容器にあける。