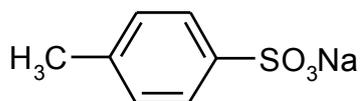
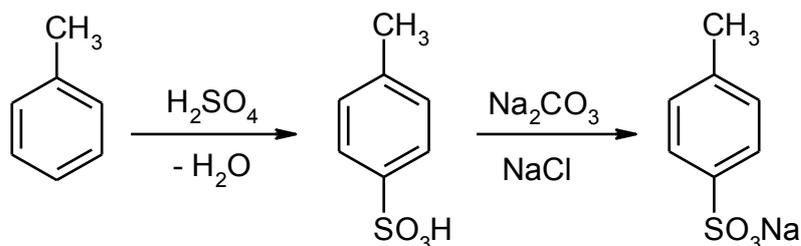


***n*-Толуолсульфонат натрия**

(*пара*-толуолсульфокислый натрий)



Уравнение основной реакции:



План работы:

1. Расчет синтеза и оформление лабораторного журнала
2. Подготовка к синтезу: получение реактивов и посуды, сборка установки для проведения синтеза (Схема 1).
3. Проведение синтеза.
4. Выделение *пара*-толуолсульфокислого натрия (Схемы 2 и 3).
5. Очистка *пара*-толуолсульфокислого натрия методом перекристаллизации (Схема 4).
6. Расчет практического выхода.

Реактивы		Посуда	
Толуол	32 мл	Круглодонная	
Кислота серная 97 %-ная	25 мл	длинногорлая колба	1
Карбонат натрия	15 г	Холодильник шариковый	1
Хлорид натрия	40 г	Стакан химический	2
Вода дистиллированная		Воронка стеклянная	1
Хлорид натрия,		Колба Бунзена	1
насыщенный раствор		Воронка Бюхнера	1
		Чашка Петри	1

1. Расчет синтеза и оформление лабораторного журнала – см. образец в Приложении.

2. Прибор для проведения синтеза представлен на схеме 1.

Для проведения реакции используют длинногорлую круглодонную (или грушевидную) колбу. Нагревание прибора проводится пламенем газовой горелки через асбестовую пластину. Для конденсации паров толуола во время процесса используется обратный шариковый холодильник.

Сборка прибора и загрузка реактивов. Прибор для проведения синтеза собирается на одном штативе! Сборка прибора начинается с установки газовой горелки!

В длинногорлую круглодонную колбу (1) налейте 32 мл толуола и 25 мл серной кислоты (*осторожно!*), тщательно перемешайте и внесите «кипелки».

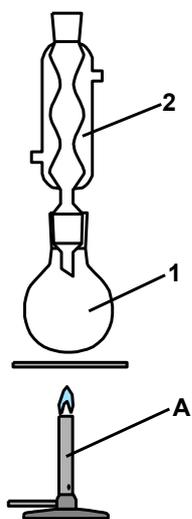


Рис.24 –
(Схема 1)

Закрепите колбу за верхнюю часть горла в двурогой лапке так, чтобы расстояние от верхнего края горелки до дна колбы не превышало 5-6 см. **Не зажимайте горло колбы в лапке очень сильно (колба должна слегка проворачиваться в лапке), иначе при нагревании стекло расширится, и колба может лопнуть!**

В горло колбы установите обратный шариковый холодильник (2), закрепленный в средней части трехрогой лапкой. Обратный холодильник необходим для конденсации образующихся при нагревании паров и возвращении их обратно в колбу. Шланги для подвода и отвода воды надеваются на холодильник до его соединения с колбой! Нижний шланг от холодильника

присоедините к водопроводному крану, верхний опустите в слив.

Не забудьте смазать концы шлангов глицерином.

Герметизации прибора достигается использованием резиновых пробок для соединения колбы и холодильника. Такое соединение *не требует применения смазки для шлифов!*

3. Проведение синтеза

Собранную установку нагревайте на маленьком огне при постоянном перемешивании, покачивая за штатив всю установку и добиваясь хорошего смешивания слоев. Нагрев отрегулируйте таким образом, *чтобы толуол лишь слабо кипел*. Примерно через 1 час слой толуола почти исчезает; из холодильника лишь изредка стекают капли конденсата. Это служит признаком завершения реакции.

4. Выделение *n*-толуолсульфоната натрия

Еще теплую реакционную смесь вылейте в стакан со 100 мл воды и сполосните реакционную колбу небольшим количеством воды (если реакционная смесь начинает кристаллизоваться, ее следует подогреть). Кислый раствор частично нейтрализуйте, прибавляя небольшими порциями 15 г карбоната натрия при перемешивании. К содержимому стакана добавьте 40 г хлорида натрия, нагрейте смесь до кипения, добавляя, если нужно немного горячей воды для полного растворения соли.

Раствор отфильтруйте от нерастворимых примесей на воронке для горячего фильтрования (*Схема 2*); полученный фильтрат охладите вначале на воздухе, а затем в смеси воды со льдом.

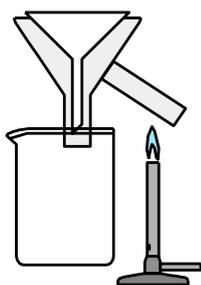


Рис.25 – (Схема 2)

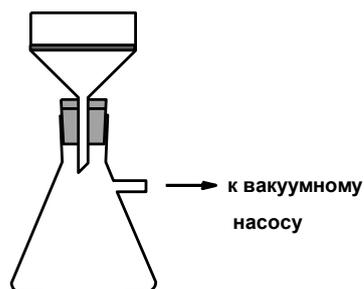


Рис.26 – Установка для фильтрации (Схема 3)

Выпавшие кристаллы *n*-толуолсульфоната натрия отделите фильтрацией на установке (Схема 3), состоящей из колбы Бунзена и воронки Бюхнера (См. также раздел «*Фильтрация*»).



Остающиеся на стенках стакана кристаллы смывайте маточным раствором, а не водой!

Кристаллы тщательно отожмите под вакуумом, промойте на фильтре 5-10 мл насыщенного раствора хлорида натрия и высушите на воздухе в чашке Петри.

5. Очистка *n*-толуолсульфоната натрия методом перекристаллизации

При необходимости дополнительной очистки *n*-толуолсульфонат натрия перекристаллизуйте из воды (правила проведения процесса перекристаллизации см. раздел «*Кристаллизация*»). Выпавшие после охлаждения раствора кристаллы *n*-толуолсульфоната натрия отделите фильтрацией на воронке Бюхнера (Схема 3), тщательно отожмите под вакуумом на фильтре и высушите на воздухе в чашке Петри.

6. Расчет практического выхода

Взвесьте высушенные кристаллы и рассчитайте практический выход *n*-толуолсульфоната натрия в процентах от теоретического. Готовый продукт сдайте лаборанту, предварительно показав преподавателю вместе с отчетом.

↪ Вопросы для защиты синтеза

1. По какому механизму протекает реакция сульфирования аренов? Приведите механизм сульфирования толуола.

2. Как заместители в бензольном кольце влияют на направление и скорость реакции сульфирования?

3.. По какому признаку можно судить о завершении реакции сульфирования толуола?

4. Почему в ходе синтеза необходимо хорошее перемешивание реакционной смеси?

5. Зачем в установке для проведения синтеза используется обратный холодильник? Можно ли вместо холодильника с водяным охлаждением применять воздушный холодильник?

6. Для чего в реакционную смесь добавляют карбонат натрия?

7. С какой целью в раствор с полученным *n*-толуолсульфонатом натрия добавляют хлорид натрия?

8. В каких случаях при выделении кристаллических веществ используется воронка для горячего фильтрования?

9. Какие требования предъявляются к растворителям, используемым для перекристаллизации?

10. Почему после перекристаллизации кристаллы продукта на фильтре промывают насыщенным раствором хлорида натрия, а не водой?