

アニリンとアゾ染料

・実験目的

代表的なアミンであるアニリンを合成しその性質を調べるとともに、アニリンからアゾ染料を合成する。

・実験準備

試薬：ベンゼン，濃硝酸，濃硫酸，スチールウール，塩化スズ()，エーテル，アニリン，万能pH試験紙，さらし粉水溶液，6M・濃塩酸，2M・6M水酸化ナトリウム水溶液，木綿布，5%ニクロム酸カリウム水溶液，1M硫酸，無水酢酸，2-ナフトール，食塩，2M亜硝酸ナトリウム水溶液

器具：試験管，ロート，コルク栓，三角フラスコ，ビーカー，ガラス棒，マグネティックスターラー，駒込ピペット，シャーレ

・実験方法

< 実験 1 > ニトロベンゼンとアニリンの合成

試験管にベンゼン2mlをとり，さらに濃硝酸2mlを加える。

の試験管に，濃硫酸2mlを注意深く振り混ぜながら少しずつ加える。発熱しながら反応し，褐色の気体が発生し，有機層が黄色に変色する。

反応後駒込ピペットで有機層を吸い取り，別の試験管にとった水中に移す。

大型試験管に約1.5gのスチールウールを丸めて入れる。

別の試験管に6M塩酸10mlをとり，塩化スズ()0.5gを溶かし， で得られた黄色の有機層を加える。

の試験管に の試験管の内容物を移して，よく振る。反応が進むにつれて有機層の黄色が薄くなり，やがて消える。

の試験管の内容物をろ過し，ろ液に6M水酸化ナトリウム水溶液20mlを加える。(沈殿を生じる。)

の試験管にジエチルエーテル5mlを加えて，コルク栓をして振り混ぜる。静置すると沈殿物を含む水層の上にエーテル層が分離する。

のエーテル層を少量とり，別の試験管にとったさらし粉水溶液に加えて呈色の様子を観察する。

< 実験 2 > アニリンの性質

試験管に蒸留水を3mlとり，そこへアニリンを5滴加えてよく振り混ぜる。水溶性と臭いを調べる。

の溶液のpHを，万能pH試験紙を用いて調べる。

の溶液にさらし粉水溶液を加えて呈色を観察する。

三角フラスコに，アニリン1mlと濃塩酸1mlをとり，周りを水で冷やししながら変化の様子を観察する。観察後，水20mlを加えて溶液とする。

の水溶液2mlを別の試験管に移し，それに6M水酸化ナトリウム水溶液3mlを加えて振り混ぜ，変化の様子を観察する。

シャーレに の水溶液5mlをとり，木綿布を1枚入れ，5分間放置してよく浸み込ませる。シャーレ内の余った水溶液は捨てる。

(の水溶液の残りは< 実験 3 >で使用する。)

の木綿布に硫酸酸性ニクロム酸カリウム水溶液(5%ニクロム酸カリウム水溶液10mlに1M硫酸2mlを加えたもの)を注ぎ，よく浸み込ませる。しばらくしてから(5分ほど)木綿布を取り出し，水洗いして布の色を観察する。

300ml ビーカーに水道水を一杯に取り，マグネティックスターラーにのせてかき混ぜる。そこへアニリン3mlを加えよく攪拌した後無水酢酸6mlを少しずつ加え，さらに攪拌を続け，水中で起こる変化の様子を観察する。

< 実験 3 > アゾ染料の合成

シャーレに2-ナフトール0.2gを取り2M水酸化ナトリウム水溶液10mlを加えて溶かす。溶けたらシャーレに木綿布を広げ，2-ナフトールの水酸化ナトリウム溶液をよく浸み込ませる。(ガラス棒で押さえるようにし，15分間放置)

100ml三角フラスコに，< 実験 2 > の残りの水溶液10mlと6M塩酸3mlを加え，寒剤として少量の食塩を加えた水中につけて，ゆすりながら冷却する。

水中につけたの三角フラスコに，あらかじめ冷却しておいた2M亜硝酸ナトリウム水溶液5mlを，駒込ピペットを用いて少量ずつかき混ぜながら加える。

の木綿布を取り出し，紙の上で余分な溶液を軽く吸い取り，シャーレに広げておく。そこへ冷却したの反応液を流し込む。しばらくした後，木綿布を取り出して水洗いする。生成した染料の色を観察する。

・ 実験結果

< 実験 1 > ニトロベンゼンとアニリンの合成

さらし粉による呈色を記せ。

--

< 実験 2 > アニリンの性質

水溶性， 臭い	pH	さらし粉による呈色

アニリンと塩酸の変化の様子を記せ。

--

水酸化ナトリウムを加えたときの変化の様子を記せ。

--

硫酸酸性二クロム酸カリウム水溶液を加えたときの変化の様子を記せ。布の色を記せ。また染色した布を添付せよ。

--

アニリンと無水酢酸の変化の様子を記せ。

--

< 実験 3 > アゾ染料の合成

アニリンの塩酸酸性溶液と亜硝酸ナトリウム水溶液の反応の様子を記せ。

--

に2-ナフトールの水酸化ナトリウム溶液を加えたときの様子を記せ。

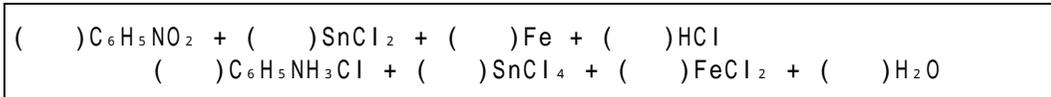
染料の色を記せ。また染色した布を添付せよ。

・考察

<実験1> ニトロベンゼンとアニリンの合成

生成した黄色の有機化合物は何か。またベンゼンと硝酸との反応の化学反応式を記せ。

黄色の有機化合物と鉄・塩酸・塩化スズ()との反応の化学反応式を完成せよ。



水酸化ナトリウム水溶液を加えたときに起きている反応の化学反応式を記せ。(ただし、沈殿生成反応以外の反応について)

さらし粉の呈色をもとにしてエーテル層中の生成物が何であるか判断せよ。

<実験2> アニリンの性質

～ アニリンの性質を、その構造から説明せよ。

アニリンと塩酸の反応の化学反応式を記せ。また反応生成物の名称を記せ

の反応生成物と水酸化ナトリウムとの反応の化学反応式を記せ。

反応生成物の名称を記せ。

アニリンと無水酢酸との反応の化学反応式を記せ。また生成物の名称を記

- ・無水酢酸のかわりに酢酸水溶液を用いたらどのような反応が起こるか。またその反応の化学反応式を記せ。

--

< 実験 3 > アゾ染料の合成

アニリンの塩酸溶液に亜硝酸ナトリウム水溶液を加えたときの反応の化学反応式を記せ。また生成物の名称も記せ。

--

- ・このような反応を何というか。

--

の反応生成物を2-ナフトールの水酸化ナトリウム溶液と反応させたときの変化を化学反応式で表せ。また生成物の名称を記せ。

--

- ・このような反応を何というか。

--

- ・反省と感想

【実験演習】

1. 次の文中の[]にあてはまる最も適当な語句または化学式を記せ。

アニリンは分子内に塩基性の[ア]をもっており，[イ]を加えると[ウ]をつかって溶けるようになる。この溶液に低温で[エ]を作用させると塩化ベンゼンジアゾニウム(構造式：[オ])が生じる。さらに，ジアゾニウム塩の水溶液にアルカリ性の条件下で[カ]を反応させると，p-フェニルアゾフェノール(p-ヒドロキシアゾベンゼン)(構造式：[キ])を生じる。このような反応を[ク]という。また，アゾ化合物は[ケ]としてひろく利用されている。

ア	イ	オ	キ
ウ	エ		
カ	ク		
ケ			