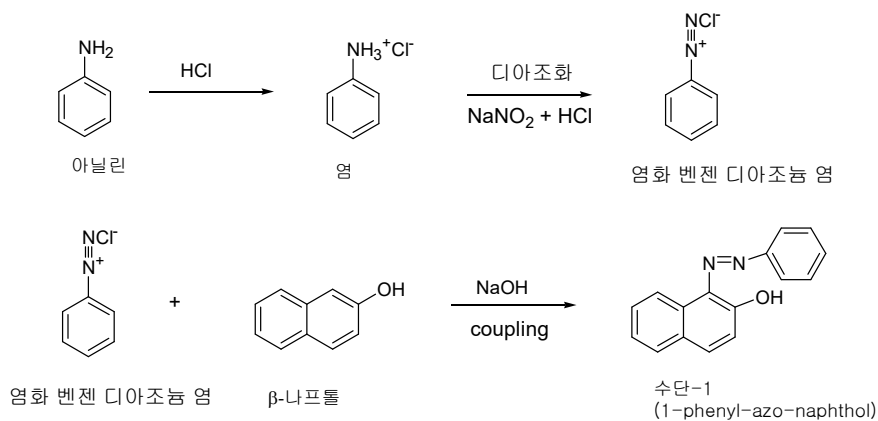


## 문제 26. 1-phenyl-azo-2-naphthol(C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>ON<sub>2</sub>)의 합성

반응



시약과 용액

아닐린	R : 23, 24, 25, 33	S : 28, 36, 37, 45
포화 HCl	R : 34, 37	S : 26, 45
고체 아질산 나트륨	R : 8, 25	S : 44
$\beta$ -나프톨	R : 20, 22	S : 24, 25
에탄올		
요소		S : 22, 24, 25
수산화나트륨	R : 35	S : 2, 26, 37, 39

### 디아조늄 염의 합성

깨끗한 50mL 비커에 1mL의 아닐린을 넣는다. 약 5mL의 증류수를 아닐린에 더한다. 비커를 얼음중탕에 놓는다. 2.5mL의 포화 HCl 용액을 천천히 가한다. 혼합물이 투명한 용액이 되도록 유리막대로 젓는다. 이 용액을 얼음 중탕에서 식힌다.

정확히 0.5g의 NaNO<sub>2</sub>을 저울로 재어 15mL(또는 25mL) 시험관에 덜어낸다. 5mL의 증류수를 (시험관에) 넣어 NaNO<sub>2</sub>을 녹인다. 얻어진 NaNO<sub>2</sub> 용액을 얼음 중탕에서 식힌다.

두 용액을 0°C가 되도록 놓아둔다. 아닐린 용액에 NaNO<sub>2</sub> 용액을 잘 저으며 한 방울씩 넣는다(넣는 동안 반응 혼합물의 온도가 10°C를 넘지 않도록 한다).

아질산(nitrous acid)이 과량으로 남아있는지를 녹말-요오드 종지로 확인한다.

과량으로 생성된 아질산을 제거하기 위해 약간의 고체 요소를 넣는다. 그 다음에 용액을 여과한다. 걸러진 용액에 디아조늄 염이 포함되어 있다.

### 짜지움 반응

0.75g 의 고체 β-나프톨을 50mL 비커에 취해 5mL의 10% NaOH 용액과 5mL의 증류수를 넣는다. 맑은 용액이 되도록 유리막대로 잘 젓는다. 이 용액을 얼음 중탕에서 식혀 0°C가 되도록 한다.

디아조늄 염을 포함한 얼음에 식힌 여과액을 얼음에 식힌 β-나프톨 용액에 한 방울씩 잘 저으며 넣는다. 이때 주홍색의 염료가 침전되기 시작할 것이다. 용액을 다 섞은 뒤 뷰흐너 깔대기를 이용해 생성된 염료를 거른다. 걸러진 염료를 씻기 위해 차가운 증류수를 사용한다. 생성물을 말리고 수득률을 기록한다.

### 녹는점 측정

약간의 유기염료를 에탄올을 이용해 재결정한다. 염료를 녹이기 위해 물 중탕에서 용액을 천천히 가열한다.(주의!) 뜨거운 용액을 거른다. 여과액을 식히고 뷰흐너 깔대기와 감압을 이용해 재결정된 생성물을 거른다.

정제되지 않은 생성물의 질량을 기록하라.

재결정된 생성물의 녹는점을 기록하라.