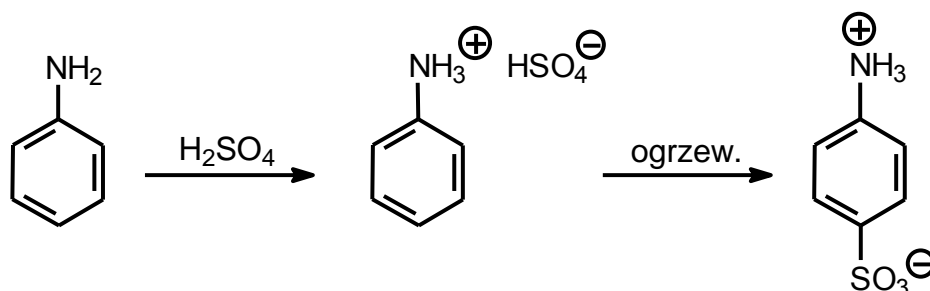


## III.b.3

KWAS SULFANILOWY**Odczynniki:**

<a href="#">anilina</a>	3,8 cm <sup>3</sup> (3,9 g, 0,04 m)
<a href="#">kwas siarkowy(VI) stęż.</a>	6,0 cm <sup>3</sup>
<a href="#">oleum 25 %</a>	8,5 cm <sup>3</sup>
<a href="#">wodorotlenek sodu</a> - roztwór 10 % do kontroli przebiegu reakcji	

***UWAGA: Praca ze stężonymi kwasami. Obowiązują rękawice ochronne!***

W kolbie kulistej o poj. 50 cm<sup>3</sup> umieszcza się anilinę i ostrożnie, małymi porcjami dodaje się stężony kwas siarkowy(VI). Podczas dodawania kwasu roztwór miesza się i chłodzi zanurzając kolbę co pewien czas w zimnej wodzie. Następnie do roztworu siarczanu(VI) aniliny w kwasie siarkowym(VI) dodaje się ostrożnie oleum. Kolbkę zaopatruje się w rurkę z bezwodnym chlorkiem wapnia, umieszcza się w łaźni olejowej i ogrzewa w temperaturze 180 - 190 °C przez 1 godz. pod sprawnie działającym wyciągiem. Sulfonowanie jest zakończone, gdy próbka pobrana z mieszaniny (2 krople) rozpuszcza się całkowicie, bez zmętnienia, w 2 cm<sup>3</sup> 10 % roztworu wodorotlenku sodu.<sup>1</sup> Mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia do temp. 50 °C, po czym ostrożnie wylewa się, mieszając, do 100 cm<sup>3</sup> pokruszonego lodu. Po ok. 10 min. wytracony kwas sulfanilowy odsącza się, przemywa dobrze wodą i suszy.<sup>2</sup> Surowy produkt krystalizuje się z wody z dodatkiem węgla aktywnego. Gorący roztwór sączy się szybko przez duży sączonek karbowany. Z oziębionego przesącza krystalizuje bezbarwny kwas sulfanilowy. Produkt odsącza się, dobrze odciska i suszy.<sup>3</sup> W ten sposób otrzymuje się związek w postaci dihydratu, który nadaje się do dalszych syntez. Bezwodny kwas otrzymuje się przez suszenie w eksykatorze nad bezwodnym chlorkiem wapnia.

<sup>1</sup> Po zakończeniu prób połączone roztwory wodorotlenku sodu umieszcza się w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad nieorganicznych).

<sup>2</sup> Przesączone umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

<sup>3</sup> Przesączone po krystalizacji można wylać do kanalizacji.