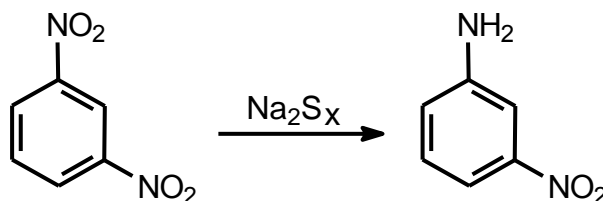


3-NITROANILINA**Odczynniki:**

1,3-dinitrobenzen	5,0 g (0,03 m)
siarczek sodu *9H₂O	8,0 g
siarka (pył)	2,0 g
kwas chlorowodorowy stęż.	7,0 cm ³
amoniak stęż.	

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i stężonym amoniakiem. 1,3-Dinitrobenzen jest substancją toksyczną. Obowiązują rękawice ochronne!

Krystaliczny siarczek sodu (Na₂S·9H₂O) rozpuszcza się w zlewce w 30 cm³ wody, dodaje siarkę i ogrzewa do ok. 60 °C. Siarka rozpuszcza się prawie całkowicie i powstaje czerwony roztwór wielosiarczku sodu.

W kolbie stożkowej o poj. 250 cm³ umieszczonej na mieszadle magnetycznym ogrzewa się do wrzenia 1,3-dinitrobenzen w 40 cm³ wody. Do wrzącego roztworu wkrapla się w ciągu 30 - 40 min przygotowany wcześniej roztwór wielosiarczku, a następnie ogrzewa mieszaninę jeszcze przez 20 min. Roztwór pozostawia się do ostygnięcia. Wydzielony osad odsącza się, przemywa zimną wodą¹ i przenosi do zlewki zawierającej 30 cm³ wody i 7 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego. Po 15 min ogrzewania do wrzenia 3-nitroanilina przechodzi do roztworu, a siarka i niezmienny 1,3-dinitrobenzen pozostają nierozpuszczone. Roztwór sączy się² i z przesącza wytrąca 3-nitroanilinę dodając stężonego amoniaku do odczynu alkalicznego. Wydzielony produkt odsącza się³ i krystalizuje z odpowiednio dobranego rozpuszczalnika.⁴ Otrzymuje się 3-nitroanilinę w postaci jasnożółtych igieł o tt. 114 °C.

Czystość otrzymanego preparatu sprawdza się przez porównanie wartości R_f próbki i wzorca na płycie pokrytej żelem krzemionkowym przy użyciu chloroformu jako eluenta.

¹ Przesącze umieszcza się w pojemniku **W-S** (wodne roztwory siarczków).

² Osad umieszcza się w pojemniku **P** (stałe, palne).

³ Przesącz umieszcza się w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory rozcieńczonych zasad nieorganicznych).

⁴ Należy postępować zgodnie z opisem podanym przy ćwiczeniu wstępnym - *Krystalizacja*.