

VI.b.2

**Odczynniki:**

<u>nitrobenzen</u>	10,3 cm ³ (12,5 g, 0,1 m)	<u>eter dietylowy</u>	40 cm ³
<u>cyna (drobne granulki)</u>	22,5 g	<u>chlorek sodu</u>	
<u>kwask chlorowodorowy stęż.</u>	50,0 cm ³	<u>węglan potasu bezw.</u>	
<u>wodorotlenek sodu</u>	37,5 g	<u>pył cynkowy</u>	

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i stężonym lugiem. Zarówno nitrobenzen jak i anilina są substancjami bardzo toksycznymi. Praca w rękawicach ochronnych pod wyciągiem! Praca z eterem dietylowym tylko w pokoju do pracy z materiałami łatwopalnymi!

W kolbie okrągłodennej o poj. 250 cm³ zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszczają się nitrobenzen i cynę, a następnie wlewa przez chłodnicę 7,5 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego. Mieszanina ogrzewa się i po niedługim czasie reakcja powinna przebiegać dość energicznie. Jeśli mieszanina wrze zbyt gwałtownie, szybkość reakcji należy nieco zmniejszyć przez chwilowe zanurzenie kolby w zimnej wodzie. Kiedy szybkość reakcji zmaleje, dodaje się dalsze 7,5 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego, wstrząsając kolbą w celu dokładnego wymieszania. W razie zbyt gwałtownego przebiegu reakcji kolbę należy ponownie ochłodzić, jednak nie bardziej niż jest to konieczne dla zapewnienia spokojnego przebiegu reakcji.¹ Postępując w ten sposób dodaje się pozostałą ilość kwasu. Po dodaniu całej ilości kwasu, mieszaninę ogrzewa się na łaźni wodnej (lub termostatowanej łaźni olejowej o temp. 100°C umieszczonej na mieszadle magnetycznym) w ciągu 30 - 60 min., tj. do chwili, gdy próbka mieszaniny rozcieńczona wodą tworzy całkowicie przezroczysty roztwór (zanika wówczas też zapach nitrobenzenu). Podczas przebiegu reakcji może wydzielić się biały lub żółty krystaliczny kompleks aniliny z kwasem heksachlorocynowym(IV). Mieszaninę chłodzi się do temperatury pokojowej i stopniowo dodaje do niej roztwór 37,5 g wodorotlenku sodu w 65 cm³ wody. Jeśli podczas dodawania wodorotlenku mieszanina zaczyna wrzeć, należy ją znów ochłodzić. Anilinę, która wydzieliła się z silnie zasadowego roztworu w postaci oleju, wyodrębnia się przez destylację z parą wodną. Kiedy przestanie już destylować mętna ciecz, zbiera się jeszcze 60 cm³ klarownego destylatu.² Ponieważ anilina jest w pewnym stopniu rozpuszczalna w wodzie (ok. 3% w temp. pok.), należy ją wysolicz nasycając destylat solą. W tym celu używa się 20 g soli kuchennej na 100 cm³ destylatu. Nasycony solą roztwór ekstrahuje się dwukrotnie eterem dietylowym.³ Połączone wyciągi eterowe suszy się bezwodnym węglanem potasu. Po kilku minutach roztwór eterowy sączy się przez sączek karbowany,⁴ eter usuwa za pomocą wyparki, a pozostałość w kolbie poddaje destylacji z nad pyłu cynkowego, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze 180 – 184 °C.⁵ Świeżo przedestylowana anilina jest bezbarwną cieczą o współczynniku załamania światła ($n_D^{20} = 1,5855$), która podczas stania zabarwia się, zwłaszcza na świetle, wskutek utleniania tlenem z powietrza. Zabarwienie to można zwykle usunąć destylując anilinę z dodatkiem małej ilości pyłu cynkowego.

¹ Dobre efekty przynosi użycie mieszadła magnetycznego w tym i w dalszych etapach syntezy.

² Ciecz pozostała w kolbie destylacyjnej wylewa się do pojemnika **W-M** (wodne roztwory soli wybranych metali).

³ Warstwę wodną można wylać do zlewu.

⁴ Środek suszący należy przemyć niewielką ilością eteru dietylowego, zostawić do wyschnięcia pod wyciągiem w do pracy z materiałami łatwopalnymi, rozpuścić w dużej ilości wody, a otrzymany roztwór wylać do zlewu.

⁵ Przedgon i ciekłą pozostałość po destylacji należy zlać do pojemnika **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców). Pył cynkowy należy rozpuścić w kilku cm³ rozc. kwasu chlorowodorowego, a otrzymany roztwór umieścić w pojemniku **W-M**.