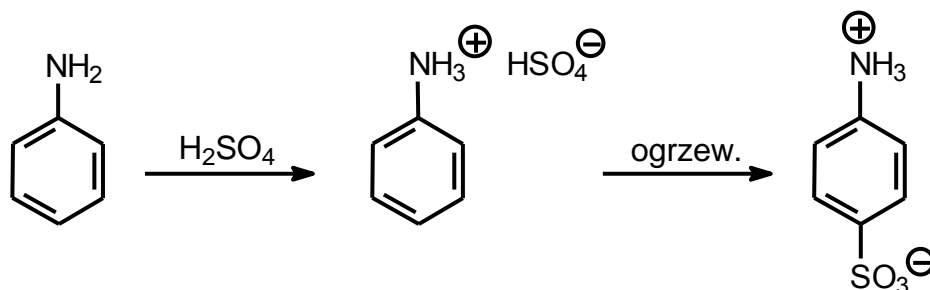


III.b.3

KWAS SULFANIŁOWY**Odczynniki:**

anilina	3,8 cm ³ (3,9 g, 0,04 m)
kwas siarkowy(VI) stęż.	6,0 cm ³
oleum 25 %	8,5 cm ³
wodorotlenek sodu - roztwór 10 % do kontroli przebiegu reakcji	

UWAGA: Praca ze stężonymi kwasami. Obowiązują rękawice ochronne!

W kolbie kulistej o poj. 50 cm³, znajdującej się w łaźni wodnej na mieszadło magnetycznym, 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, łaźnię wodną zastępuje się łaźnią olejową (należy bezwzględnie pamiętać o wytarciu kolbki do sucha!) i ogrzewa w temperaturze 180 - 190 °C przez 1 godz. Sulfonowanie jest zakończone, gdy próbka pobrana z mieszaniny (2 krople) rozpuszcza się całkowicie, bez zmętnienia, w 2 cm³ 10 % roztworu wodorotlenku sodu.¹ Mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia do temp. 50 °C, po czym ostrożnie wylewa się, mieszając, do ok. 100 cm³ pokruszonego lodu. Po ok. 15 min. wytrącony kwas sulfanilowy odsącza się, przemywa dobrze wodą i suszy.² Surowy produkt krystalizuje się z **małej** objętości wody, z dodatkiem węgla aktywnego (jeśli to konieczne). Z oziębionego przesącza krystalizuje bezbarwny kwas sulfanilowy. Produkt odsącza się, dobrze odciska i suszy.³ 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.

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

² Przesącza umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).

³ Przesącza po krystalizacji można wylać do kanalizacji.