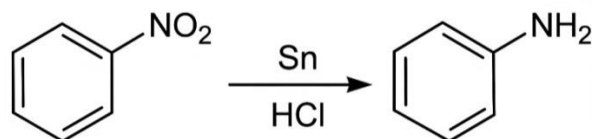


# Anilin szintézise nitrobenzoból



## 1. Szükséges alapanyagok és vegyszerek

Anyag megnevezése	Mennyiség / Jellemző
Nitrobenzol	25 g (21 ml, 0,2 mol)
Ón (szemcsés)	45 g (0,38 mol)
Tömény sósav (HCl)	130 ml
Nátrium-hidroxid (NaOH)	75 g (125 ml vízben feloldva)
Konyhasó (NaCl)	20 g / 100 ml párlat
Dietil-éter	20 ml (összesen)
Vízmentes kálium-karbonát (K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	szárításhoz

## 2. A szintézis menete

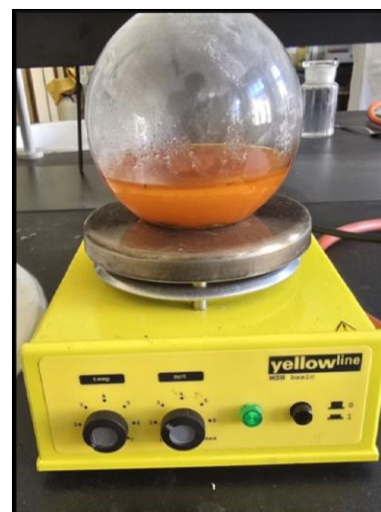
### 2.1. Redukció

Egy 500 ml-es gömblombikba, amely visszafolyató hűtővel van felszerelve, mérjük be 25 g nitrobenzolt és 45 g szemcsés ónt. Mérjük ki 130 ml tömény sósavat.

Öntsünk kb. 10 ml sósavat a hűtőn keresztül a lombikba, majd folyamatosan rázogassuk. A reakció exoterm, hamarosan hevessé válik. Ha túl hevesen forna, mérsékeljük a reakciót a lombik időleges hideg vizes hűtésével, de ne hűtsük túl! Folytassuk az adagolást 10 ml-es részletekben, amíg mind a 130 ml sósav el nem fogy.

A reakció során a nitrocsoport aminocsoporttá redukálódik.

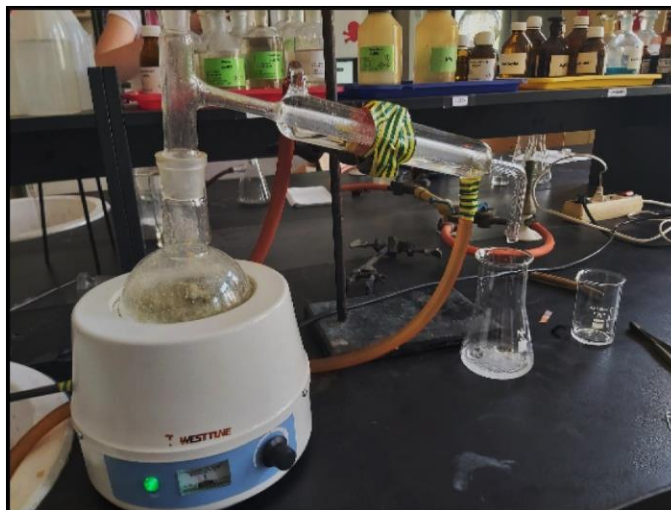
**Ellenőrzés:** A reakció végén pár csepp reakcióelegy vízzel keverve tiszta oldatot kell adjon (nem maradhat benne olajos nitrobenzol csepp). Végül melegítsük a lombikot vízfürdőn 10-20 percig, amíg a nitrobenzol szaga teljesen el nem tűnik.



## 2.2. Lúgosítás és vízgőz-desztilláció

Hűtsük le az elegyet szobahőmérsékletre. Adjuk hozzá fokozatosan a NaOH-oldatot (75 g NaOH / 125 ml víz). Az eleinte leváló ón-hidroxid csapadéknak a feleslegben lévő lúgban fel kell oldódnia, és az elegynek erősen lúgosnak kell lennie (ezt érdemes tesztelni is). Az anilin olajként válik ki a folyadék felszínén.

Szereljük át a készüléket vízgőz-desztillációhoz. Vezessünk gőzt a meleg elegybe. Addig folytassuk a desztillációt, amíg a lefolyó párlat zavarossága meg nem szűnik, kb. 120 ml folyadékra számíthatunk.



## 2.3. Extrakció (kioldás)

*Figyelem: ebben a lépésben minden nyílt lángot el kell oltani az éter tűzveszélyessége miatt. Intenzív szellőztetés javasolt!*

- **Kisózás:** Mivel az anilin kismértékben oldódik vízben (kb. 3 m/m%), adjunk a párlathoz konyhasót (kb. 20 g minden 100 ml anyag után) a vízdékonyság csökkentésére.
- **Rázás:** Választótölcsérben végezzünk extrakciót. Adjuk hozzá a 20 ml dietil-étert, rázzuk össze, a nyomást gyakran engedjük ki, majd válasszuk el a fázisokat. A vizes fázisra már nem lesz szükségünk.
- **Szárítás:** Az így kapott elegyet szárítsuk meg vízmentes kálium-karbonáttal ( $K_2CO_3$ ). *Megjegyzés: kalcium-klorid ( $CaCl_2$ ) nem használható, mert molekulakomplexet képez az anilinnal.*



## 2.4. Végső desztilláció

Az étert desztilláljuk le (forráspont: 34,6 °C). *Nyílt láng használata tilos!* A megmaradt anilin 180–184°C között desztillál át. *Megjegyzés: a lombikban ezután visszamaradó kátrányos melléktermékek már nem szükségesek.*