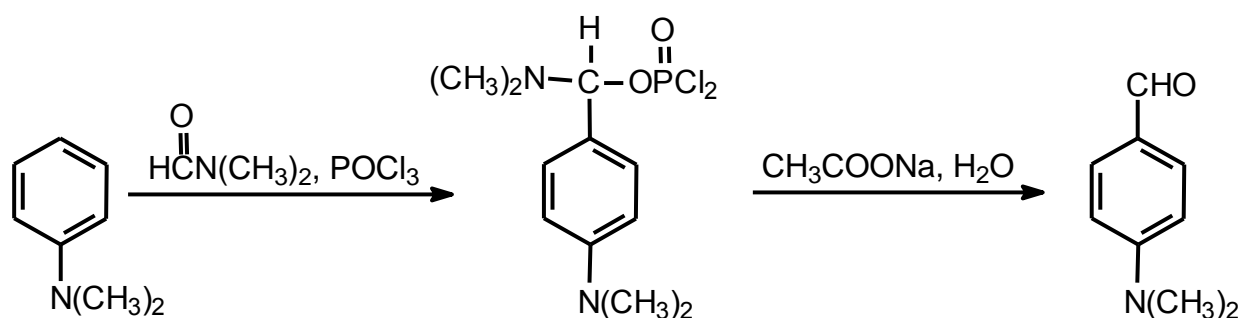


III.d.1

ALDEHYD 4-(N,N-DIMETYLOAMINO)BENZOESOWY**Odczynniki:**

dimetyloformamid	8,0 cm ³ (7,5 g, 0,1 m)
trichlorek tlenek fosforu (tlenochlorek fosforu)	2,6 cm ³ (4,3 g, 0,028 m)
octan sodu - roztwór nasycony	30,0 cm ³
N,N-dimetyloanilina	3,6 cm ³ (3,4 g, 0,028 m)

UWAGA: Reakcję należy prowadzić pod sprawnie działającym wyciągiem! Obowiązują rękawice ochronne!

W suchej kolbie trój szyjnej o poj. 100 cm³ ustawionej na sprawnym mieszadłe magnetycznym i zaopatrzonej w dwa wkraplacze i chłodnicę zwrotną zakończoną rurką z chlorkiem wapnia, umieszcza się dimetyloformamid, a po ochłodzeniu na łaźni lodowej, dodaje się powoli przy ciągłym mieszaniu tlenochlorek fosforu. Po zakończeniu dodawania i ustaniu egzotermicznej reakcji powstawania kompleksu, wkrapla się z drugiego wkraplacza N,N-dimetyloanilinę. Pod koniec wprowadzania aminy zaczyna wytrącać się żółtozielony osad. Mieszaninę ogrzewa się następnie przez 2 godz. na łaźni olejowej w temp. 100 °C, przy czym już na początku ogrzewania osad rozpuszcza się. Następnie oziębia się mieszaninę i zimną wlewa do 60 cm³ tłuczonego lodu umieszczonego w zlewce. Powstający w kolbie osad wymywa się niewielką ilością zimnej wody. Uzyskany roztwór zobojętnia się do pH 6 - 8 wobec papierka uniwersalnego, wkraplając nasycony roztwór octanu sodu (ok. 30 cm³). W czasie zobojętniania roztwór należy mieszać i chłodzić, dodając porcjami lód. Miejscowe przegrzanie powoduje powstanie barwnika. Zobojętniony roztwór, w którym pojawia się osad aldehydu, pozostawia się na pewien czas w naczyniu z lodem, po czym odsącza się krystaliczny osad i przemywa go kilkakrotnie zimną wodą.¹ Osad suszy się na powietrzu. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z rozcieńczonego etanolu.² Tt. 73 - 74 °C.

¹ Przesącz wylewa się do pojemnika **W-K** (wodne roztwory kwasów).

² Przesącz wylewa się do pojemnika **E** (roztwory etanolowe)