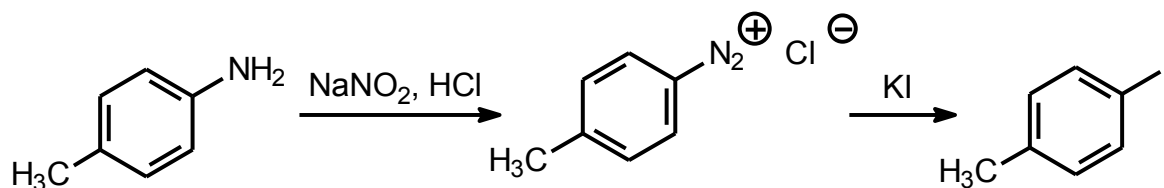


IV.4

4-JODOTOLUEN**Odczynniki:**

p-toluidyna (4-metyloanilina)	2,2 g (0,02 m)	siarczan(IV) sodu	ok. 0,5 g
kwas chlorowodorowy stęż.	5,1 cm ³	wodorotlenek sodu	roztwór 10 %
azotan(III) sodu	1,5 g (0,02 m)	jodek potasu	3,6 g (0,022 m)
etanol do krystalizacji			

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem i toksyczną aminą aromatyczną. Obowiązują rękawice ochronne!

Mieszaninę *p*-toluidyny, kwasu chlorowodorowego stęż. i 5 cm³ wody ogrzewa się do całkowitego rozpuszczenia aminy. Roztwór chłodzi się do temp. 0 - 5 °C, energicznie miesza i dodaje do niego niewielką ilość pokruszonego lodu. Aminę diazuje się, wkraplając powoli roztwór azotanu(III) sodu w 4 cm³ wody i utrzymując temperaturę w granicach 0 - 5 °C. Następnie do zlewki dodaje się, ciągle mieszając, roztwór jodku potasu w 6 cm³ wody. Mieszaninę pozostawia się przez jedną godzinę w temp. pokojowej, a następnie ogrzewa się ostrożnie na łaźni wodnej, aż przestanie wydzielać się azot. Po ochłodzeniu, na dnie osadza się ciemny olej, który zaczyna krzepnąć. Warstwę wodną zlewa się możliwie dokładnie,¹ a do pozostałości dodaje się siarczan(IV)sodu w celu usunięcia ciemnego zabarwienia (niekiedy potrzebne jest łagodne ogrzewanie),² po czym mieszaninę alkalizuje się 10 % roztworem wodorotlenku sodu, aby oddzielić powstały krezol. Mieszaninę destyluje się z parą wodną, stosując jako odbieralnik zlewkę.³ Stały 4-jodotoluen odsadza się⁴ i rekrystalizuje z możliwie małej ilości etanolu (kilka cm³) z dodatkiem kilku kropel wody (bez sączenia przez sączek fałdowany).⁵ **Podczas wszystkich operacji należy pamiętać, że 4-jodotoluen jest związkiem, który łatwo sublimuje!** Należy przechowywać go w szczelnie zamkniętych naczyniach. Tt. 34 - 36 °C (t. wrz. 211 °C).

¹ Zdekantowany roztwór umieszcza się w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów).

² Roztwór z nad surowego 4-jodotoluenu umieszcza się w pojemniku **W-Z** (wodne roztwory zasad).

³ Po ostudzeniu, roztwór w kolbie destylacyjnej ostrożnie (pod wyciągiem) zakwasza się wobec papierka uniwersalnego rozc. kwasem chlorowodorowym. Po wysuszeniu, wytrącony osad wraz z sączkiem umieszcza się w pojemniku **P** (stałe, palne). Przesącz umieszcza się w pojemniku **W-K**.

⁴ Przesącz można wylać do zlewu.

⁵ Przesącz po krystalizacji umieszcza się w pojemniku **E** (roztwory etanolowe).