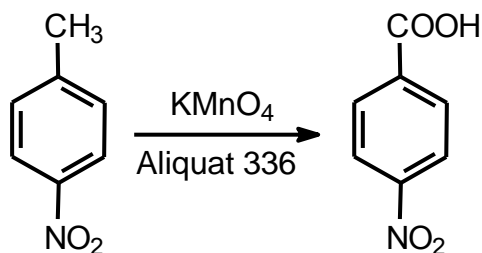


KWAS 4-NITROBENZOESOWY**Odczynniki:**

4-nitrotoluen	4,1 g (0,03 m)
Aliquat 336 (chlorek metylo-tri-<i>n</i>-oktyloamoniowy)	ok. 0,5 cm ³ (jedna płaska mała łyżeczka) ¹
wodorowęglan sodu	3,4 g (0,04 m)
manganian(VII) potasu	15,8 g (0,10 m)
wodorosiarczan(IV) sodu (roztwór 40 %) lub siarczan(IV) sodu (stały)	
kwas chlorowodorowy stęż. do zakwaszenia	
etanol do krystalizacji	

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem. Obowiązują rękawice ochronne!

W kolbie stożkowej o poj. 250 cm³ umieszcza się kolejno 70 cm³ wody, Aliquat 336, wodorowęglan sodu, a następnie 4-nitrotoluen i manganian(VII) potasu. Kolbę umieszcza się na mieszadle magnetycznym i zaopatruje się w chłodnicę zwrotną. Zawartość kolby miesza się intensywnie i ogrzewa się do łagodnego wrzenia przez 1 godzinę. Od czasu do czasu należy strącać do kolby reakcyjnej sublimujący z mieszaniny i osadzający się w chłodnicy 4-nitrotoluen. Po zakończeniu ogrzewania ciepłą mieszaninę sączy się przez lejek Büchnera, a pozostały na lejku osad ditlenku manganu(IV) przemywa się dwoma porcjami gorącej wody (Uwaga: operację sączenia należy wykonywać pod wyciągiem). Po ochłodzeniu przesączu mogą pojawić się kryształki niezmiennego 4-nitrotoluenu. Należy je odsączyć na lejku Büchnera. Jeżeli przesącz jest zanieczyszczony MnO₂, to należy dodawać porcjami roztwór wodorosiarczanu(IV) sodu lub stały siarczan(IV) sodu aż do zaniku brunatnej barwy. Ochłodzony przesącz umieszcza się w zlewce o poj. 500 cm³ i zadaje się ostrożnie kwasem chlorowodorowym(1:1) aż do odczynu kwaśnego. Po ochłodzeniu odsącza się wydzielony kwas 4-nitrobenzoesowy i przemywa wodą. Po osuszeniu uzyskany produkt jest dostatecznie czysty do dalszej syntezy. W celu lepszego oczyszczenia można przekrystalizować surowy kwas 4-nitrobenzoesowy z rozcieńczonego wodą etanolu.² Otrzymuje się produkt o tt. 241 - 242 °C.

¹ Aliquat wydaje prowadzący ćwiczenia.

² Przesącze po krystalizacji umieszcza się w pojemniku **E** (zlewki etanolu).