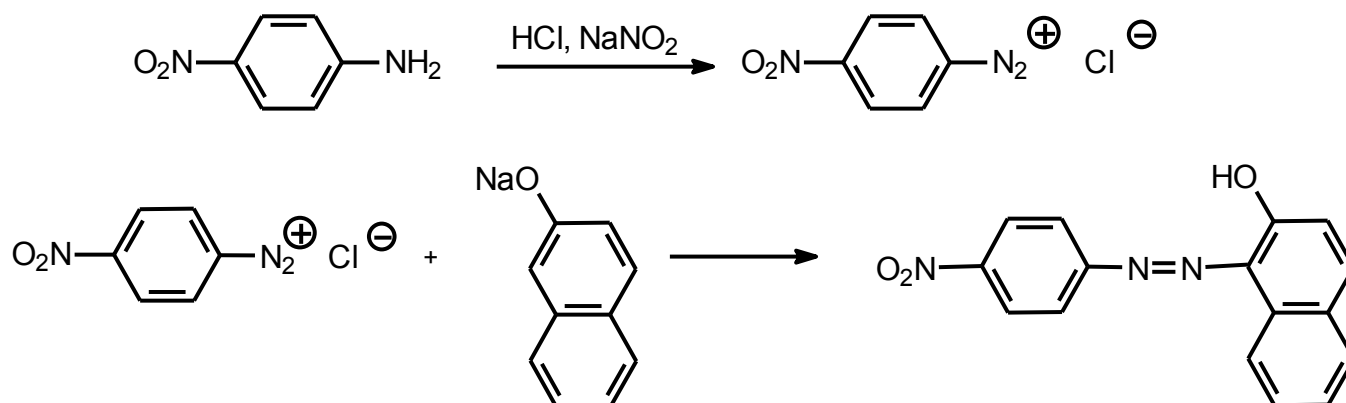


III.e.2

CZERWIEN *p*-NITROANILINOWA**Odczynniki:**

4-nitroanilina	1,4 g (0,01 m)	kwas chlorowodorowy stęż.	3,0 cm ³
2-naftol	1,5 g (0,01 m)	wodorotlenek sodu 30%	2,0 cm ³
azotan(III) sodu	0,7 g	węglan sodu	2,5 g

UWAGA: Praca ze stężonym kwasem oraz bardzo szkodliwą aminą aromatyczną. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!

W zlewce o poj. 50 cm³ rozpuszcza się na gorąco 4-nitroanilinę w 3 cm³ stęż. kwasu chlorowodorowego i 3 cm³ wody. Powstały roztwór chłodzi się w łaźni z lodem do temperatury 0-5 °C; wydziela się przy tym drobnokrystaliczny osad chlorowodoru 4-nitroaniliny. Po dodaniu niewielkiej ilości lodu wysypuje się, mieszając pręcikiem, drobno sproszkowany azotan(III) sodu, stwierdzając koniec reakcji papierkiem jodoskrobiowym (pojawienie się fioletowego zabarwienia). Temperatura reakcji nie powinna przekraczać 5 °C (w razie potrzeby zlewkę wraz zawartością należy chłodzić). Zawartość zlewki miesza się, aż wydzielający się przejściowo osad ulegnie ponownie rozpuszczeniu. Po dziesięciominutowym odstaniu w lodzie zawartość zlewki sączy się przez lejek Büchnera, przy czym pozostały na sączku osad¹ powinien być minimalny, a przesącz zupełnie klarowny. Następnie sporządza się roztwór naftolanu sodu przez rozpuszczenie 2-naftolu w roztworze zawierającym 2 cm³ 30% wodorotlenku sodu, 2,5 g węglanu sodu i 20 cm³ wody. Po oziębieniu tego roztworu do temperatury 3 °C wlewa się do niego otrzymany klarowny przesącz zawierający sól diazoniową tak, aby temperatura nie przekroczyła 8 °C. Wydzielony osad barwnika odsąca się na lejku Büchnera² i suszy na powietrzu. Temperatura topnienia produktu 238-240 °C.

Kontrola czystości za pomocą TLC [kilka miligramów barwnika rozpuszcza się w minimalnej ilości toluenu; adsorbent: SiO₂, eluent: toluen/aceton (3:1)].

¹ Osad zanieczyszczeń wraz sączkiem umieszcza się w pojemniku **P** (stałe, palne).

² Przesącz wlewa się do pojemnika **W-K** (wodne roztwory kwasów nieorganicznych).