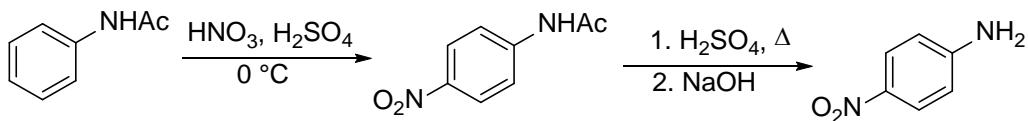


p-Nitroanilin



Faza I: *p*-Nitroacetanilid

U čašu od 400 mL odmeri se 25 mL glacijalne sirčetne kiseline i 25 g (0,185 mol) acetanilida. Smesa se meša pomoću magnetne mešalice i pažljivo se doda 92 g (50 mL) konc. sumporne kiseline, pri čemu smesa postaje topla i bistra. Reakciona smesa se zatim ohladi u smesi led/so i iznad nje se uklemi kapalica. U kapalicu se sipa ohlađena smesa za nitrovanje, koja je dobijena pažljivim dodavanjem 7 mL konc. sumporne kiseline u 11 mL konc. azotne kiseline, uz hlađenje u ledenom kupatilu. Kada se rastvor u čaši ohladi na 0-2 °C, smesa za nitrovanje se polako ukapava, vodeći računa da temperatura reakcione smese ne pređe 10 °C. Pošto se ukapavanje završi, čaša se ukloni iz ledenog kupatila i ostavi da stoji na sobnoj temperaturi 1 h, uz povremeno mešanje. Smesa se izlije na 250 g leda, pri čemu dolazi do taloženja nitroacetanilida. Nakon 15 min, smesa se procedi kroz Büchner-ov levak, ispere većom zapreminom vode, kako bi se uklonila kiselina, a zatim osuši na vazduhu. Sirovi proizvod predstavlja smesu *o*- i *p*-izomera, koji se razdvajaju kristalizacijom iz vrelog etanola: *p*-nitroacetanilid kristališe, dok žuto obojeni *o*-nitroacetanilid ostaje u filtratu. Talog se suši na vazduhu i dobija se 20 g (60%) *p*-nitroacetanilida, u obliku bezbojnih kristala (t.t. 214 °C).

Faza II: *p*-Nitroanilin

U balon od 250 mL, opremljen povratnim kondenzatorom i magnetnom mešalicom, odmeri se 15 g (0,083 mol) *p*-nitroacetanilida, 75 mL 70% sumporne kiseline i smesa se zagreva pomoću uljanog kupatila 30-45 minuta, tako da blago ključa. Dobijeni bistar rastvor se, dok je vruć, izlije u čašu od 1 L u kojoj se nalazi 500 mL hladne vode. U rastvor se, uz mešanje, doda višak 10% rastvora natrijum-hidroksida, pri čemu se proizvod taloži. Suspenzija se ohladi u ledenom kupatilu, izdvojeni talog se procedi na vakuumu, ispere vodom i osuši. Sirovi proizvod se prečišćava kristalizacijom iz vodenog etanola (etanol/voda= 1:1). Dobija se 11 g (96%) čistog *p*-nitroanilina, u obliku žutih igličastih kristala (t.t. 148%).