

## Derivatisierung von *p*-Nitrophenol

### Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

### Geräte:

Standardgeräte

### Chemikalien:

Teil 1:

- *p*-Nitrophenol (5.0 g)
- *p*-Toluolsulfonsäurechlorid (6.5 g)
- Aceton (100 mL)
- 2 M NaOH (25 mL)
- Acetonitril zum Lösen und Trocknen des Produkts

### Warnhinweise:

*p*-Toluolsulfonsäure ist ätzend.

*p*-Nitrophenol, Aceton und NaOH siehe „Allgemeine Gefahrstoffliste“.

Acetonitril ist leichtentzündlich und gesundheitsschädlich.

### Ausführung:

*p*-Nitrophenol und Toluolsulfonsäurechlorid werden im 250-mL-Kolben vorgelegt und mit dem Aceton und der ersten Portion (12.5 mL) NaOH versetzt. Unter Eiskühlung wird gerührt. Nach 30 min wird die zweite Portion (12.5 mL) Natronlauge dazu gegeben.

Nach ca. einer Stunde wird eine Reaktionskontrolle (*Wie?*) durchgeführt.

### Aufarbeitung:

Die Reaktionslösung wird auf ca. 135 g Eis gegossen und direkt nachdem das Eis geschmolzen ist abfiltriert. Der Niederschlag wird solange mit eisgekühltem Wasser gewaschen bis das Filtrat farblos ist. Der Niederschlag wird in möglichst wenig Acetonitril gelöst und über Magnesiumsulfat *lange* (*Warum?*) unter Rühren getrocknet.

Das Acetonitril wird am Rotationsverdampfer abgezogen.

Rohbeute: ..... g

Trocknen der Substanz im Vakuum ist erforderlich.

Ausbeute (Substanz B): ..... g entsprechen ..... % d.Th.

### Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktionen an!
2. Wie heißt das von Ihnen zu synthetisierende Produkt?
3. Klären Sie in der Vorbesprechung die in der Versuchsvorschrift aufgeführten Fragen und formulieren Sie die Antworten kurz im Protokoll!
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und zu deren Struktursicherung!
5. Wie unterscheiden sich Edukt und Produkt im IR/<sup>1</sup>H-NMR?
6. Berechnen Sie die benötigte Menge an NaOH, um 25 mL einer 2 M NaOH-Lösung herzustellen.

### Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

7. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanzen entsprechend Frage 4!

### Literatur:

Teil 1: Perkin 2 **1990**, 685ff.