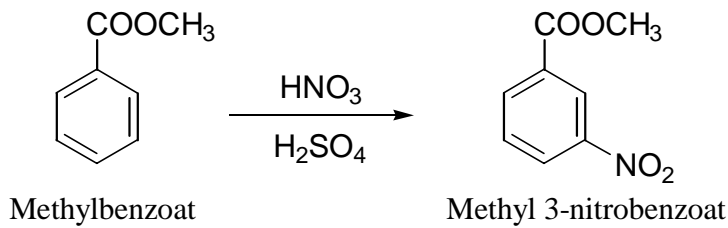


Nitrierung von Aromaten: **Methyl-3-nitrobenzoat**

Macroscale



Kühlen (Eis)

Umkristall.

Chemikalien:

Benzoessäuremethylester: 6.1 g
Konz. Salpetersäure, konz. Schwefelsäure
Ethanol
Natriumcarbonat

Durchführung der Reaktion:

In einem 125-mL-Erlenmeyerkolben werden 12.0 mL konzentrierte Schwefelsäure auf 0 °C gekühlt und dann 6.10 g Benzoessäuremethylester hinzugefügt. Die Mischung wird wieder auf 0 - 10°C gekühlt und dann tropfenweise eine gekühlte Mischung, bestehend aus 4.0 mL konzentrierter Schwefelsäure und 4.0 mL konzentrierte Salpetersäure, hinzugefügt. Die Reaktionsmischung bleibt dabei im Eisbad. Während des Hinzufügens der Säuren wird die Mischung durchmischt und die Temperatur zwischen 5 und 15 °C gehalten. Nachdem die Salpetersäure zugegeben worden ist, wird die Mischung auf Raumtemperatur erwärmt und nach 15 Minuten auf 50 g Eis in einem Becherglas gegossen.

Isolierung und Reinigung

Unter Benutzung eines Büchnertrichters wird das feste Produkt abgesaugt und ausgiebig mit Wasser gewaschen. Eine kleine Probe wird zur Bestimmung des Schmelzpunktes zurückbehalten. Der Rest wird gewogen und aus Ethanol umkristallisiert. Das Rohmaterial kann in einer Ausbeute von 80% mit einem Schmelzpunkt von 74 – 76 erhalten werden. Das umkristallisierte Produkt sollte einen Schmelzpunkt von 78 °C aufweisen.

Literaturausbeute: ca. 70 % d. Theorie

Lit. Smp.: 78 °C