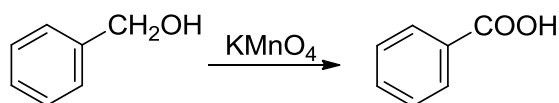


UTLENIANIE, OTRZYMYWANIE I OCZYSZCZANIE KWASU BENZOESOWEGO, SUBLIMACJA

Wymagania teoretyczne:

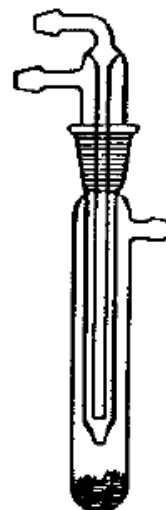
- metody oczyszczania ciał stałych, sublimacja,
- sposoby postępowania przy skażeniu mocnym kwasem, mocną zasadą, silnym utleniaczem.

Odczynniki, reagenty, rozpuszczalniki: alkohol benzylowy, 4 g,
nadmanganian potasu, 9 g,
węglan sodu, 4 g,
st. kwas solny, 40 ml,
nasycony roztwór kwasu szczawiowego.



W kolbie kulistej z szeroką szyjką o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, rozpuszcza się 4 g bezwodnego węglanu sodu w 200 ml wody. Po rozpuszczeniu węglanu (!) dodaje się 9 g nadmanganianu potasu oraz 4 g alkoholu benzylowego. Mieszaninę ogrzewa się do łagodnego wrzenia do zakończenia reakcji (60-90 minut), tj. gdy znikną w chłodnicy oleiste krople substratu. Wytrąca się dwutlenek manganu. Po ostudzeniu roztwór zakwasza się stężonym kwasem solnym (~ 40 ml) lub siarkowym i dodaje, energicznie wstrząsając, nasycony roztwór siarczynu sodu lub kwasu szczawiowego do momentu, aż cały dwutlenek manganu rozpuści się i pozostanie jedynie biały osad kwasu benzoowego. Osad odsącza się za pomocą lejka Buchnera, przemywa zimną wodą i pozostawia do suszenia do kolejnych zajęć. Suchy produkt waży się, oblicza wydajność i mierzy temperaturę topnienia.

Sublimacja. W palcu chłodzącym umieszcza się około 0.5 g surowego, suchego kwasu benzoowego, otrzymanego w poprzednim etapie. Aparat do sublimacji łączy się z pompką wodną. Po ustabilizowaniu się ciśnienia delikatnie ogrzewa się tak, aby nie dopuścić do stopienia preparatu. Sublimujący kwas benzoowy osadza się na palcu chłodzącym. Otrzymuje się oczyszczony kwas benzoowy w postaci bezbarwnych igieł o temp. topnienia 121,5 °C. Porównuje się temperatury topnienia surowego oraz oczyszczonego produktu. Oblicza się wydajność sublimacji.



Palec chłodzący