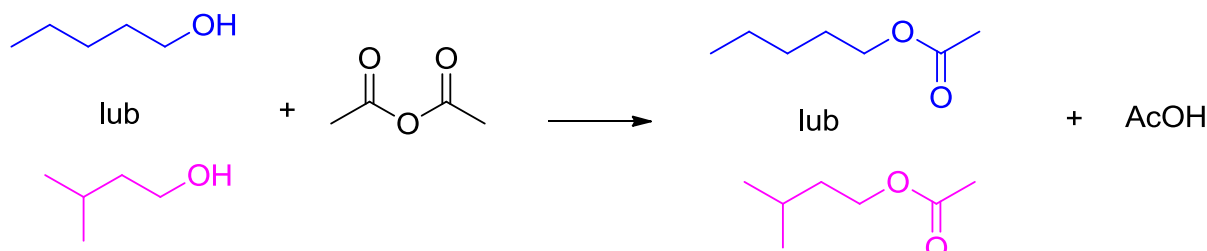


DESTYLACJA – ESTRY KWASU OCTOWEGO

Wymagania teoretyczne:

- destylacja i jej rodzaje, zestawy aparatury,
- ekstrakcja ciecz-ciecz, prawo podziału Nernsta, cechy dobrego rozpuszczalnika do ekstrakcji,
- sposoby suszenia cieczy, stałe środki suszące, kryteria użycia i warunki ich doboru.

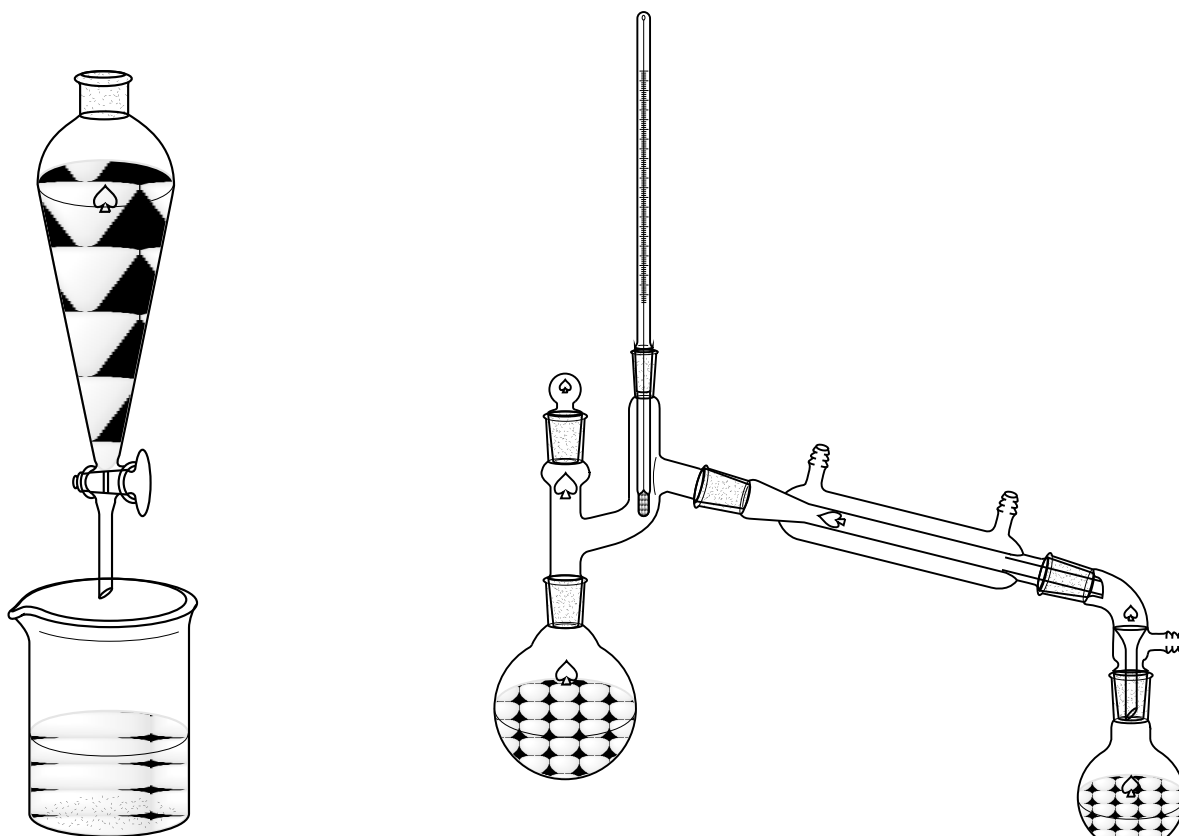
Odczynniki, reagenty, rozpuszczalniki: alkohol amyłowy lub izoamyłowy, 10,8 ml,
bezwodnik octowy, 11,8 ml,
0,1 m roztwór NaHCO₃, 20 ml,
środek suszący Na₂SO₄ lub MgSO₄.



W kolbie kulistej o pojemności 100 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 8,8 g (10,8 ml, 0,1 mola) alkoholu amyłowego lub izoamyłowego, 12,8 g (11,8 ml, 0,125 mola) bezwodnika octowego oraz kamyczki wrzenia. Mieszaninę ogrzewa się łagodnie do wrzenia przez 10-15 min (zestaw aparatury jak przy ćwiczeniu 1 – acetanilid), a następnie chłodzi do osiągnięcia temperatury pokojowej. Schłodzony roztwór wlewa się do rozdzielacza o pojemności 100 ml zawierającego 50 ml wody i wytrząsa się. Po rozdzieleniu faz odrzuca się dolną – wodną, a pozostawia górną – organiczną. Przemycanie estru powtarza się dwukrotnie z 10 ml 0,1 m roztworu NaHCO₃ (Uwaga, pamiętamy o wypuszczaniu tworzącego się CO₂!). Surowy produkt przenosi się do suchej kolby płaskodennej o pojemności 50 lub

100 ml, dodaje odpowiednią (w zależności od wilgotności produktu) ilość środka suszącego (Na_2SO_4 lub MgSO_4) i pozostawia na co najmniej 20 min.

W międzyczasie odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Buchnera zrekrystalizowany acetanilid z ćwiczenia 1 przemywając niewielką ilością wody. Osad przenosi się na zważoną szalkę Petriego i pozostawia do wyschnięcia do następnych zajęć.



Rozdzielacz

Schemat zestawu do destylacji prostej

Destylacja. Środek suszący oddziela się od produktu sącząc przez szklany lejek z watką bezpośrednio do kolby destylacyjnej. Po dodaniu kamyczków wrzennych rozpoczyna się destylację w aparaturze jak na schemacie. Moc ogrzewania ustala się tak, aby produkt destylował z szybkością około dwóch kropli na sekundę. Po odrzuceniu niewielkiej ilości przedgonu zbiera się główną frakcję o stałej temperaturze wrzenia. Destylację kończy się, kiedy w kolbie destylacyjnej pozostanie minimalna ilość cieczy. Otrzymany produkt waży się i oznacza współczynnik załamania światła.