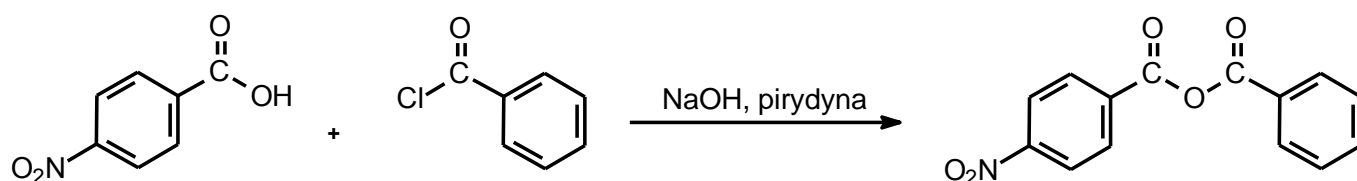


**BEZWODNIK BENZOESOWO - 4-NITROBENZOESOWY**

Odczynniki:

|  |                                     |
|--|-------------------------------------|
| <a href="#">kwas 4-nitrobenzoesowy</a>                 | 1,7 g (0,01 m)                      |
| <a href="#">chlorek benzoilu</a>                       | 1,2 cm <sup>3</sup> (1,4 g, 0,01 m) |
| <a href="#">wodorotlenek sodu</a>                      | 0,5 g (0,012 m)                     |
| <a href="#">pirydyna</a>                               | 5 kropli                            |
| <a href="#">eter naftowy (frakcja o tw. 60 -90 °C)</a> | 100 cm <sup>3</sup>                 |

***UWAGA: Zaleca się pracę w rękawicach ochronnych, wyłącznie pod wyciągiem, najlepiej w pomieszczeniu do pracy z substancjami łatwopalnymi.***

W zlewce o poj. 100 cm<sup>3</sup> umieszcza się kwas 4-nitrobenzoesowy i 25,0 cm<sup>3</sup> wody. Mieszaninę ogrzewa się do temperatury ok. 50 °C i dodaje roztwór wodorotlenku sodu w 5,0 cm<sup>3</sup> wody. Uzyskany prawie klarowny roztwór miesza się przez kilka minut bagietką szklaną, rozcierając grudki nie rozpuszczonego kwasu. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej, sączy się roztwór soli sodowej przez sączonego karbowany do kolby stożkowej o poj. 100 cm<sup>3</sup>. Kolbkę umieszcza się na mieszadle magnetycznym, dodaje się pirydynę, a następnie po kropli chlorek benzoilu. Pojawia się zmętnienie roztworu, a po kilku minutach zaczyna wytrącać się osad. Mieszanie kontynuuje się przez 15 min. w temperaturze pokojowej, a potem także przez 15 min. w temp. 0 - 5 °C (łaznia lodowa). Wydzielony osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa dokładnie zimną wodą.<sup>1</sup> Wyszuszony wstępnie produkt umieszcza się w małej zlewce i rozciera bagietką szklaną z 10,0 cm<sup>3</sup> eteru naftowego. Osad ponownie sączy się i przenosi do kolby kulistej o poj. 100 cm<sup>3</sup>. Dodaje się 40,0 cm<sup>3</sup> eteru naftowego i ogrzewa do wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 10 min. Następnie sączy się na gorąco zawartość kolby przez sączonego karbowany. Pozostały na sączku osad zwraca się do kolby i zadaje kolejną porcją (40 cm<sup>3</sup>) eteru naftowego. Powtarza się poprzednia operację. Na sączku i w kolbie pozostaje nieco osadu macierzystych kwasów karboksylowych.<sup>2</sup> Połączone roztwory eterowe oziębia się dokładnie na łaźni lodowej. Wydzielony bezbarwny osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa odrobina zimnego eteru naftowego.<sup>3</sup> Po osuszeniu na powietrzu temperatura topnienia bezwodnika wynosi 122 °C.

<sup>1</sup> Przesącz o odczynie alkalicznym miesza się w zamkniętym naczyniu do zaniku zapachu resztek chlorku benzoilu, a następnie zakwasza rozc. kwasem chlorowodorowym wobec papierka uniwersalnego. Wydzielony osad, po wysuszeniu, umieszcza się wraz sączkiem w pojemniku **P** (stałe, palne), a przesącz w pojemniku **W-K** (wodne roztwory kwasów).

<sup>2</sup> Wyszuszone osady wraz z sączkiem umieszcza się w pojemniku **P** (stałe, palne).

<sup>3</sup> Przesącze po krystalizacji umieszcza się w pojemniku **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców) lub mogą być zbierane w butelce z napisem "zlewki eteru naftowego 40 – 60 °C").