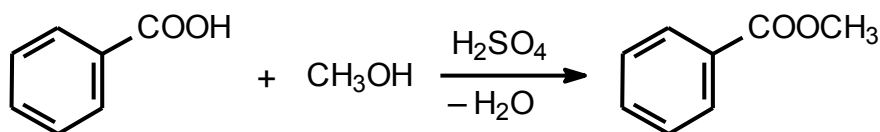


BENZOESAN METYLU**Odczynniki:**

kwas benzoesowy	12,0 g (0,10 m)
metanol	40 cm ³ (32 g, 1,0 m)
kwas siarkowy(VI) 98 %	1,2 cm ³ (2,2 g, 0,023 m)
chloroform	15 cm ³
wodorowęglan sodu roztwór nasycony	
siarczan(VI) magnezu bezw.	

UWAGA: Praca z substancjami toksycznymi. Zaleca się ostrożną pracę w rękawicach ochronnych, wyłącznie pod wyciągiem.

W kolbie okrągłodennej o poj. 100 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się kwas benzoesowy, metanol i kwas siarkowy(VI). Mieszaninę ogrzewa się do wrzenia przez 4 godziny. Nadmiar metanolu oddestylowuje się na wyparce obrotowej.¹ Pozostałość studzi się i wlewa do ok. 100 cm³ wody, znajdującej się w rozdzielaczu. W celu szybkiego rozdzielenia warstw dodaje się ok. 15 cm³ chloroformu i energicznie wstrząsa.² Dolną, organiczną warstwę przemywa się kolejno: wodą, dwukrotnie nasyconym roztworem wodorowęglanu sodu i ponownie wodą,³ a następnie suszy nad bezw. siarczanem(VI) magnezu. Roztwór oddziela się od środka suszącego,⁴ sącząc bezpośrednio do małej kolbki okrągłodennej (poj. 50 cm³). Kolbkę zaopatruje się w chłodnicę destylacyjną i przeprowadza destylację, zbierając jako pierwszą frakcję chloroform (t. wrz. 61 °C). Na tym etapie destylacji należy przepuszczać strumień wody przez płaszczyznę chłodnicy, aby zapobiec parowaniu lotnego rozpuszczalnika. Gdy temperatura par przekroczy 100 °C, zatrzymuje się przepływ wody w chłodnicy, a następnie zdejmuje wąż z kranu i spuszcza wodą z płaszczyzny chłodnicy i zbiera frakcję benzoesu metylu (t. wrz. 198 - 200 °C).⁵ Czysty ester ma postać bezbarwnej, oleistej cieczy o $n_D^{20} = 1,5170$ ($d = 1,094$ g/cm³).

¹ Destylat umieszcza się w pojemniku **O** (ciekle, palne, bez fluorowców).

² Alternatywnie, można przeprowadzić ekstrakcję trzema porcjami po ok. 30 cm³ eteru dietylowego – w takiej sytuacji należy, po konsultacji z prowadzącym ćwiczenie, zmodyfikować dalszy ciąg syntezy oraz sposób postępowania z odpadami.

³ Połączone warstwy wodne ostrożnie zubożają się rozc. (ok. 1 : 1) kwasem chlorowodorowym. Wydzielony osad odsącza się i po wysuszeniu umieszcza w pojemniku **P** (stałe, palne). Przesącz można wylać do zlewu.

⁴ Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty siarczan magnezu można rozpuścić w dużej ilości wody, a roztwór wylać do kanalizacji.

⁵ Przedgon umieszcza się w pojemniku **F** (ciekle, palne, zawierające fluorowce), natomiast pozostałość po destylacji można wylać do pojemnika **O**.