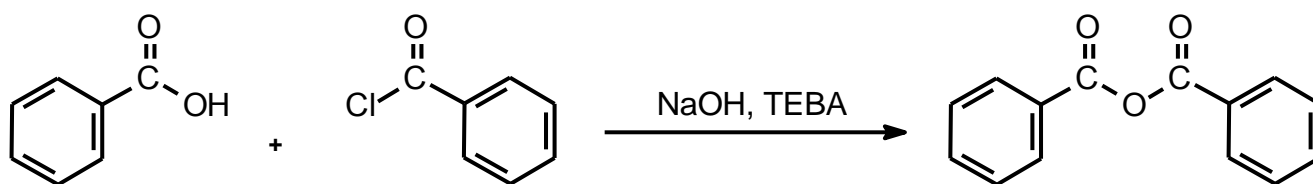


BEZWODNIK BENZOESOWY

Odczynniki:

kwas benzoesowy	4,8 g (0,04 m)
chlorek benzoilu	3,0 cm ³ (3,6 g, 0,026 m)
chlorek benzylotrietyloamoniowy (TEBA)	0,1 g
wodorotlenek sodu	1,5 g (0,037 m) oraz roztwór 4 %-owy (20 cm ³)
chlorek metylenu	20,0 cm ³
eter naftowy (frakcja o tw. 60 -90 °C)	do krystalizacji

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

W kolbie stożkowej o poj. 100 cm³ umieszcza się 20 cm³ wody, 1,5 g wodorotlenku sodu, kwas benzoesowy i chlorek benzylotrietyloamoniowy. Kolbę ustawia się na mieszadle magnetycznym i miesza do chwili rozpuszczenia się osadu. Wówczas dodaje się z wkraplacza bardzo powoli (ok. 30 minut) roztwór chlorku benzoilu w chlorku metylenu i powstałą dwufazową mieszaninę miesza się energicznie (500 - 700 obrotów na minutę) przez 1 godzinę. Mieszaninę przenosi się następnie do rozdzielacza w celu oddzielenia warstwy organicznej od wodnej. Warstwę organiczną przemywa się roztworem wodorotlenku sodu, a następnie 20 cm³ wody.¹ Po osuszeniu bezwodnym siarczanem(VI) magnezu² i przesączeniu przez sączek fałdowany do kolby kulistej o poj. 100 cm³, usuwa się chlorek metylenu na wyparce obrotowej.³ Pozostały w kolbie olej poddaje się krystalizacji z eteru naftowego. W tym celu należy dodać do kolby 20 cm³ eteru naftowego i ogrzewać zawartość kolby pod chłodnicą zwrotną. Jeżeli olej nie rozpuści się, należy dodawać eter porcjami przez chłodnicę. Na dnie kolby pozostaje zazwyczaj odrobina ciemnej, nierozpuszczalnej substancji. Gorącą zawartość kolby należy bez sączenia przelać do zlewki i dobrze ochłodzić na łaźni lodowej. Wydzielone bezbarwne kryształy odsąca się na lejku Büchnera i przemywa odrobina zimnego eteru naftowego.⁴ Produkt suszy się na powietrzu. Czysty bezwodnik benzoesowy posiada tt. 38 - 40 °C.

¹ Połączone warstwy wodne 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).

² Po odparowaniu resztek rozpuszczalnika pod wyciągiem, zużyty siarczan magnezu można rozpuścić w dużej ilości wody, a roztwór wylać do kanalizacji.

³ Oddestylowany chlorek metylenu można umieścić w butelce "chlorek metylenu do ekstrakcji" lub w pojemniku **F** (ciekłe, palne, zawierające fluorowce).

⁴ 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").