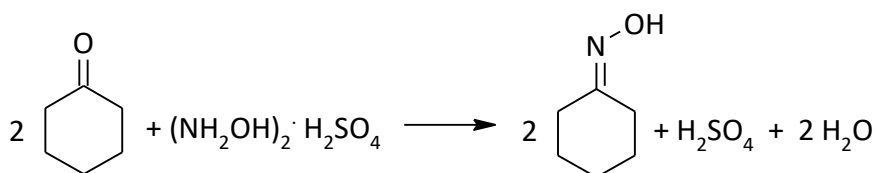


TECHNOLOGIA CHEMICZNA

Oksymowanie

Ćwiczenie 4a

Otrzymywanie oksymu cykloheksanonu



Odczynniki:

- cykloheksanon – 37,5 g (39,5 ml)
- siarczan hydroksyloaminy – 63,8 g
- wodorotlenek sodu 40% – ok. 28 ml
- woda - 187,5 ml

Aparatura:

- kolba trójszyjna okrągłodenna – 1000 ml – 1 szt.,
- pręt mieszający – 1 szt.,
- termometr 0-50°C – 1 szt.,
- wkraplacz kulisty z korkiem 100 ml – 1 szt.,
- lejek Buchnera
- kolba ssawkowa
- korek szklany
- łyżka plastikowa
- cylinder 500 ml – 1 szt.,
- cylinder 100 ml – 1 szt.,
- lejek plastikowy – 1 szt.,
- szkiełko zegarkowe – 1 szt.,
- zlewka 250 ml – 1 szt.,
- bagietka – 1 szt.,
- łopatką szklaną – 1 szt.,
- lejek szklany

Wykonanie:

Zmontować zestaw składający się z kolby okrągłodennej, umieszczonej w łaźni wodnej, zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, termometr i wkraplacz. W kolbie rozpuścić siarczan hydroksyloaminy w wodzie. Następnie wkroplić cykloheksanon, utrzymując temperaturę 40°C (**Uwaga 1**). Po wkropleniu cykloheksanonu (**Uwaga 2**) mieszaninę zobojętnić 40% NaOH do pH=4. Roztwór NaOH dodawać z cylindra małymi porcjami, uważając, aby temperatura mieszaniny nie przekroczyła 40°C. W trakcie zobojętniania wytrąca się obfity osad oksymu cykloheksanonu. Następnie oziębć mieszaninę do temperatury 5-10°C, osad odsączyć na lejku

Buchnera, przemyć małą ilością lodowatej wody (użycie większych ilości wody powoduje obniżenie wydajności). Po dokładnym odsączeniu produkt pozostawić do wysuszenia.

Zważyć i oznaczyć temperaturę topnienia (na następnych zajęciach).

Uwagi:

- 1. Ze względu na dwufazowy charakter reakcji utrzymywać intensywne mieszanie mieszaniny reakcyjnej.*
- 2. Jeżeli po wkropleniu cykloheksanonu obserwuje się jeszcze układ dwufazowy (krople nieprzereagowanego cykloheksanonu) mieszać dodatkowo, aż do momentu osiągnięcia jednorodnego układu.*

Przygotowanie merytoryczne do zajęć obejmuje informacje dotyczące:

- 1. Podstaw teoretycznych reakcji addycji i kondensacji.*
- 2. Technicznych metod otrzymywania oksymu cykloheksanonu i jego zastosowanie.*
- 3. Charakterystyki fizyko-chemicznej substancji wykorzystywanych do przeprowadzenia ćwiczenia (reagentów i substancji pomocniczych) oraz produktów.*