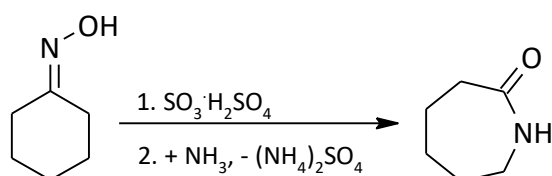


TECHNOLOGIA CHEMICZNA

Przegrupowanie Beckmana

Ćwiczenie 4b

Otrzymywanie ϵ -kaprolaktamu



Odczynniki:

- oksym cykloheksanonu – 40 g,
- 20% oleum – 66 ml (120 g)
- woda amoniakalna 25% – ok. 200 ml
- chlorek metylenu lub chloroform – 90 ml,
- lód – 140 g

Aparatura:

Przegrupowanie Beckmana

- kolba trójszyjna okrągłodenna – 1000 ml - szt.,
- pręt mieszający – 1 szt.,
- termometr 0-50°C – 1 szt.,
- termometr 0-100°C – 1 szt.,
- łyżka porcelanowa – 1 szt.,
- krystalizator 300 ml – 1 szt.,
- rozdzielacz 1000 ml – 1 szt.,
- cylinder 500 ml – 1 szt.,
- cylinder 100 ml – 1 szt.,
- szalka Petriego – 1 szt.,
- bagietka szklana – 1 szt.,

Oczyszczanie

- bagietka szklana – 1 szt.,
- kolba okrągłodenna 250 ml – 1 szt.,
- kolba okrągłodenna 100 ml – 1 szt.,
- termometr 0-250°C – 1 szt.,
- nasadka do destylacji wg Claisena – 2 szt.,
- kolba destylacyjna z rurką – 1 szt.,
- lejek szklany – 1 szt.,
- łyżka,
- korki gumowe,
- kapilara wrzenna – 1 szt.
- łopatka metalowa – 1 szt.
- kubek plastikowy – 1 szt.

Wykonanie:

Przegrupowanie Beckmana

Do kolby okrągłodennej, zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne i termometr wlać ostrożnie oleum i ogrzać za pośrednictwem łaźni wodnej do temperatury 90°C. Wyłączyć palnik i bardzo małymi porcjami (uwaga na silny efekt egzotermiczny) dodawać do kolby oksym cykloheksanonu tak, aby temperatura mieszaniny utrzymywała się w granicach 90-100°C. Po zakończeniu dozowania mieszać zawartość kolby przez 5 min., utrzymując temperaturę 90-100°C. Następnie ochłodzić zawartość kolby do temperatury 20-30°C przez stopniową wymianę wody w łaźni, po czym przelać do rozdzielacza. Do kolby, nie płuczając jej, wsypać 140 g drobno potłuczonego lodu i ostrożnie wkropić mieszaninę reakcyjną z rozdzielacza, uważając, aby temperatura nie przekroczyła 30°C. Resztki mieszaniny pozostałe na ściankach rozdzielacza spłukać do kolby niewielką ilością wody. Następnie doprowadzić mieszaninę do pH=8, wkraplając z rozdzielacza wodę amoniakalną. Kolbę należy przy tym intensywnie chłodzić, tak aby temperatura nie przekroczyła 30°C (w przeciwnym razie nastąpi hydroliza ϵ -kaprolaktamu do kwasu ω -aminokapronowego). Mieszaninę przelać do rozdzielacza i starannie oddzielić warstwę kaprolaktamową (zlać ją do kolby okrągłodennej o poj. 250 ml). Resztki ϵ -kaprolaktamu zawarte w warstwie wodnej wyekstrahować chloroformem lub chlorkiem metylenu. Ekstrakcję należy przeprowadzić trzy razy, używając za każdym razem 30 ml rozpuszczalnika. Kolejne porcje ekstraktu połączyć z surowym ϵ -kaprolaktamem w kolbie okrągłodennej.

Oczyszczanie surowego ϵ -kaprolaktamu, tzw. oleju laktamowego

Z mieszaniny surowego kaprolaktamu i ekstraktu oddestylować rozpuszczalnik i wodę używając wyparki próżniowej. Następnie przeprowadzić destylację próżniową przy użyciu pompy olejowej. Otrzymany produkt przelać do zważonego kubka plastikowego. Oznaczyć jego temperaturę topnienia.

Obliczyć wydajność kaprolaktamu w przeliczeniu na oksym cykloheksanonu, jak i cykloheksanon. Sporządzić bilans materiałowy dwuetapowego procesu.

Przygotowanie merytoryczne do zajęć obejmuje informacje dotyczące:

1. *Przemysłowych metod otrzymywania amin.*
2. *Technicznie ważnych metod otrzymywania ϵ -kaprolaktamu.*
3. *Charakterystyki fizyko-chemicznej substancji wykorzystywanych do przeprowadzenia ćwiczenia (reagentów i substancji pomocniczych) oraz produktów.*