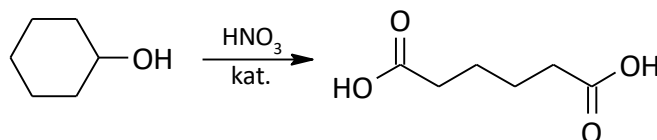


TECHNOLOGIA CHEMICZNA

Ćwiczenie 1

Otrzymywanie kwasu adypinowego z cykloheksanolu



Odczynniki:

- cykloheksanol, 25g, $d=0,948 \text{ g/ml}$
- kwas azotowy 50%, 91 ml,
- metawanadan amonowy, 0,1 g

Aparatura:

- kolba trójszyjna okrągłodenna bez szlifów 500 ml – 1 szt.,
- pręt mieszający – 1 szt.,
- termometr 0-100°C – 1 szt.,
- wkraplacz kulisty z kropłomierzem 100 ml – 1 szt.,
- zlewka 50 ml – 1 szt.,
- zlewka 150 ml – 1 szt.,
- zlewka 250 ml – 1 szt.,
- kolba ssawkowa 250 ml – 1 szt.,
- lejek Schotta – 1 szt.,
- naczynko wagowe – 2 szt.,
- cylinder 50 ml – 1 szt.,
- cylinder 100 ml – 1 szt.,
- pipetka z gumką – 1 szt.,
- bagietka – 1 szt.,
- lejek szklany – 1 szt.,
- korek szklany – 1 szt.,
- łopatka szklana – 1 szt.,
- pipeta 25 ml – 1 szt.,
- kolba stożkowa 100 ml – 3 szt.,
- krystalizator 300 ml – 1 szt.
- szpatułka metalowa – 1 szt.
- płytki porcelanowe – 1 szt.

Wykonanie:

Reakcję należy prowadzić pod wyciągiem !

Do kolby trójszyjnej zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, termometr, wkraplacz i umieszczonej w łaźni wodnej, wlać 91 ml 50% kwasu azotowego. Uruchomić mieszadło. Kwas ogrzewać na łaźni wodnej do temperatury ok. 90°C. Odważony cykloheksanol (25 g) przenieść do wkraplacza. Gdy temperatura kwasu osiągnie 90°C, dodać do kolby 0,1 g metawanadanu

amonowego (**Uwaga 1**). Następnie powoli wkropić 10-15 kropel (**nie więcej !**) cykloheksanolu. Po krótkim czasie indukcji zaczynają wydzielać się brunatne dymy tlenków azotu. Należy wówczas wymienić stopniowo wodę w łaźni na zimną. W momencie, gdy temperatura zawartości kolby obniży się do 60°C, rozpocząć wkraplanie cykloheksanolu z taką szybkością, by temperatura mieszaniny utrzymywała się pomiędzy 55 a 60°C (**Uwaga 2**).

Po dodaniu całej ilości cykloheksanolu, co następuje po upływie ok. 0,5 godz. od rozpoczęcia wkrapiania, kontynuować prowadzenie reakcji dopóki temperatura mieszaniny będzie rosła, a gdy zacznie obniżać się rozpocząć powolne ogrzewanie wody w łaźni aż do wrzenia i utrzymywać mieszaninę na wrzącej łaźni do momentu zaprzestania wydzielania się tlenków azotu (**Uwaga 3**).

Wyłączyć mieszadło. Usunąć mieszadło, termometr i wkrapacz. Gorącą mieszaninę przelać do zlewki poj. 250 ml pozostawionej na siatce azbestowej. Pozostawić do ostygnięcia do temperatury pokojowej (**Uwaga 4**). Następnie schłodzić mieszaninę w wodzie z lodem przynajmniej do 5°C i przesączyć na lejku ze szklanym dnem porowatym. Przemywać małymi porcjami wody (**Uwaga 5**) aż do negatywnej próby na tlenki azotu z udziałem fenylenodiaminy. Po dokładnym odsączeniu otrzymany osad przenieść do zważonego uprzednio krystalizatora i pozostawić do wysuszenia na powietrzu (dalsze czynności wykonuje się na następnych zajęciach).

Wysuszony produkt należy zważyć, oznaczyć temperaturę topnienia i zawartość kwasu adypinowego w surowym produkcie (**Uwaga 6**) oraz obliczyć wydajność w stosunku do wydajności teoretycznej.

Uwagi:

1. *Metawanadan amonowy spełnia rolę katalizatora reakcji.*
2. *Należy uważać, aby szybkość wkrapiania cykloheksanolu nie była zbyt duża gdyż grozi to wybuchem całej mieszaniny reakcyjnej. Gdy temperatura mieszaniny będzie obniżać się poniżej 55°C, można nieco zwiększyć szybkość wkrapiania cykloheksanolu. Gdy temperatura przekroczy 60°C należy szybko zmienić wodę w łaźni na zimną zmniejszając równocześnie szybkość wkrapiania. Podczas dodawania cykloheksanolu zaczynają wydzielać się bezbarwne kryształy produktu.*
3. *Zwykle wystarcza ogrzewanie około 1 godz. Podczas ogrzewania pierwotnie wydzielony osad ulega rozpuszczeniu.*
4. *Od czasu do czasu zawartość zlewki należy zamieszać bagietką, co zapobiega zbrylaniu wytrącającego się osadu. Powolne chłodzenie umożliwia otrzymanie osadu grubo-krystalicznego.*
5. *Ze względu na dobrą rozpuszczalność produktu w wodzie, należy przemywać kilkakrotnie bardzo małymi porcjami lodowatej wody.*
6. *Oznaczenie zawartości kwasu adypinowego w produkcie – odważyć na wadze analitycznej ok. 0,1 g produktu z dokładnością do 0,001 g. Zważoną próbkę przenieść do kolby stożkowej poj. 100 ml i rozpuścić w 50 ml 0,1n NaOH. Nadmiar zasady zmiareczkować wobec fenoloftaleiny za pomocą 0,1 n HCl do odbarwienia. Obliczyć zawartość kwasu w próbce, a następnie zawartość procentową kwasu w produkcie.*

Przygotowanie merytoryczne do zajęć obejmuje informacje z zakresu:

- 1. Podstaw teoretycznych procesów utleniania.*
- 2. Przykładów technicznych procesów utleniania, z uwzględnieniem metod otrzymywania technicznie ważnych kwasów dikarboksylowych i ich zastosowania.*
- 3. Charakterystyki fizyko-chemicznej substancji wykorzystywanych do przeprowadzenia ćwiczenia (reagentów i substancji pomocniczych) oraz produktów.*