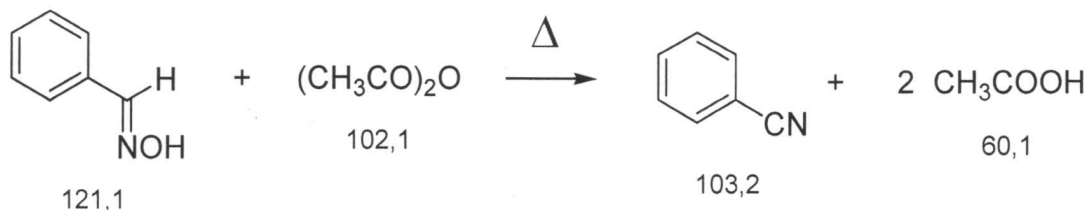


Benzonitril

8. 9. 2014

Reakce:Chemikálie:

benzaldoxim	14,5 g (0,120 mol)
acetanhydrid	20 ml (0,21 mol), $\rho = 1,08 \text{ g.cm}^{-3}$
diethylether	50 ml
uhličitan sodný	
síran hořečnatý (bezvodý)	

Postup:

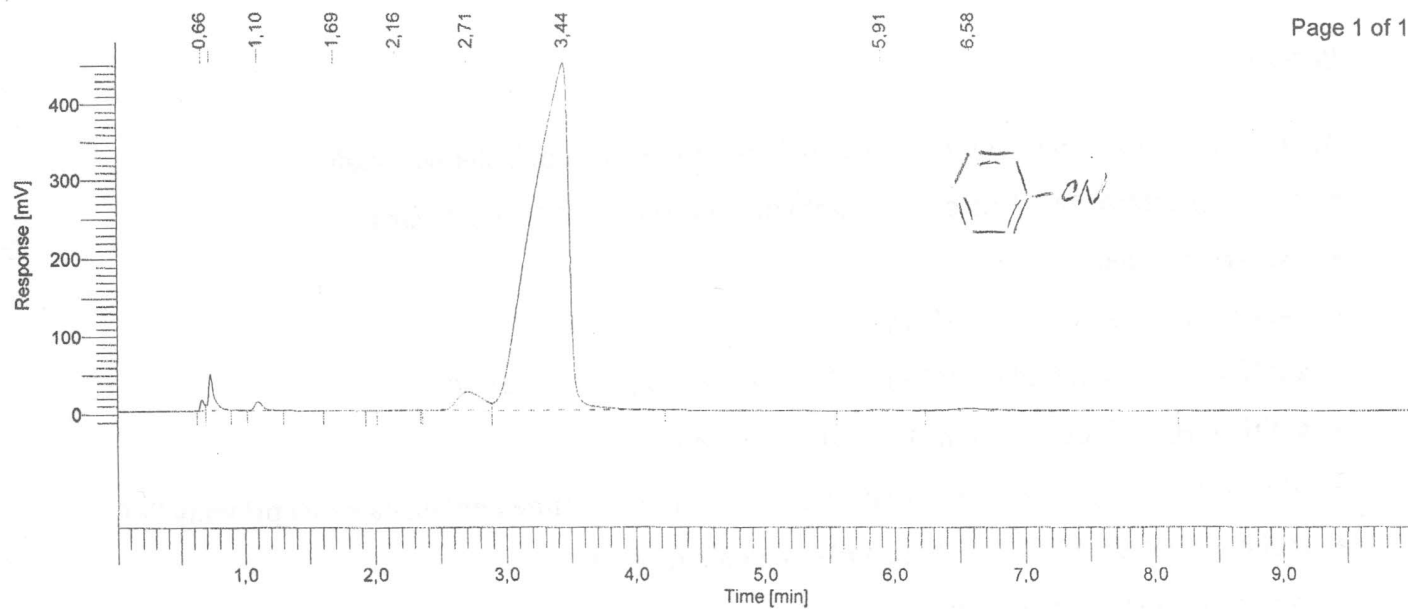
Aparatura: kulatá baňka 100 ml, mag. míchaná, zpětný chladič, olejová lázeň

- směs benzaldoximu (14,5 g) a acetanhydridu (20 ml) zahřívána k varu
- exotermní reakce, prudký var
- zahřívání odstaveno, zmírnění varu
- zahřívání k varu 5 hod (10:15–15:15), pak ochlazení na cca 40 °C
- vylití do H₂O s ledem (150 ml) v kádince 500 ml
- přidávání Na₂CO₃, pomalu po lžičkách (rozložení Ac₂O), silné pění, na konci pH vody 7–8
- reakční směs do děličky 250 ml, oddělen olejovitý podíl
- vodná fáze extrahována etherem (2 x 25 ml), olejovitý podíl + etherové fáze spojeny
- promytí ledovou vodou (20 ml)
- vysušení MgSO₄ (30 min s mícháním), filtrace přes vat
- ether odpařen na RVO, teplota lázně 15 °C, 5 min
- zbytek převeden do baňky 100 ml NZ 14 a destilován ve vakuu
 - 1. frakce: t. v. 30–70 °C (10–11 Torr) ... 0,5 g
 - 2. frakce: t. v. 70–74 °C (9–12 Torr) ... 8,9 g, čistota 93% (GC, kolona 150 °C)

Výpočet: klíčová složka: benzaldoxim 0,120 mol
 teoretický výtěžek: $0,120 \text{ mol} \times 103,2 \text{ g/mol} = 12,4 \text{ g}$
 skutečný výtěžek: $8,9 \text{ g} / 12,4 \text{ g} \times 100 \% = 72 \%$

Závěr:

Bylo připraveno 8,9 g (72 %) benzonitrilu o čistotě 93 % (GC), bezbarvé kapaliny mandlového zápachu, t. v. 70–74 °C (9–12 Torr).



Kolona 150 °C, 20 mL/min N2

Peak #	Time [min]	Area [μV·s]	Area [%]
1	0,663	28784,45	0,31
2	0,727	134043,55	1,44
3	1,102	46879,07	0,50
4	1,690	706,51	0,01
5	2,158	2649,15	0,03
6	2,706	312792,04	3,35
7	3,444	8702026,64	93,21
8	5,906	26673,87	0,29
9	6,582	81107,51	0,87
		9335662,79	100,00

Missing Component Report
 Component Expected Retention (Calibration File)

All components were found