



У тришійковій колбі ємністю 500 см3 із зворотним холодильником і мішалкою (рис. 15) нагріти (на водяній бані) до температури 95 ºС (термометр у бані) суміш толуену об’ємом 5,5 см3 (масою 4,6 г) і води об’ємом 300 см3. При доброму перемішуванні до суміші частинами (приблизно масою по 3-4 г), протягом 1 години, додати розтертий на порошок калій перманганат масою 16 г (після кожного додавання отвір закривати пробкою). Реакційну суміш при безперервному перемішуванні кип’ятити 4-5 годин (поки не зникне фіолетове забарвлення). Гарячий розчин фільтрувати за допомогою лійки Бюхнера. Осад манган(ІV) оксиду, що залишається на фільтрі, промити 2 рази невеликими об’ємами (до 20см3) гарячої води. До фільтрату (розчин калій бензоату) добавити концентрованої хлоридної кислоти об’ємом 5 см3 і дати йому повільно охолонути. Бензойну кислоту, що випала з розчину, відфільтрувати на лійці Бюхнера і висушити на повітрі або у сушильній шафі при температурі 80-90 °C.

Вихід 5,1 г (83,3 %).

При перевірці якості препарату особливу увагу необхідно звернути на зовнішній вигляд, температуру плавлення і відсутність фталевої кислоти.

При перевірці якості препарату особливу увагу необхідно звернути на прозорість, колір розчину, лужність та кислотність.

Безбарвні голчасті кристали або білий мікрокристалічний порошок, Тпл. = = 122-124,5 ºС, малорозчинна у воді, розчинна в киплячій воді, легкорозчинна у спирті, хлороформі, етері, бензені. Вміст бензойної кислоти в препараті повинен бути не менше 99,5 %, хлоридів – не більше 0,0005 %, сульфатів – 0,01 %, важких металів – 0,001 %.

*Кількісне визначення*

Біля 0,2 г (точна наважка) розчинити у нейтралізованому по фенол-фталеіну етиловому спирті обʼємом 20 см3 і титрувати розчином натрій гідроксиду (С(1/1NaOH) = 0,1 моль/дм3) з тим же індикатором до рожевого забарвлення. Масову частку бензойної кислоти розрахувати за формулою:



К – коефіцієнт поправки;

Т – титр розчину натрій гідроксиду (Т(NaOH/бензойна к-та) = 0,01221 г/см3);

m(н) – маса наважки, г;

V – обʼэм розчину NaOH, витрачений на титрування, см3.





У випарну чашку внести кислоту бензоатну масою 4,88 г та натрій гідрогенкарбонат масою3,36 г, додати воду об’ємом 10 см3, кашицю, що утворилася перемішати скляною паличкою і залишити на 10 хв. Коли виділиться більша частина карбонатної кислоти (перевіряти реакцію середовища; вона повинна бути кислою), суміш нагріти на водяній бані (50-60 °C) для випаровування рідини. Залишок сушити у сушильній шафі при температурі не вище 80 °C.

Вихід біля 80 %.





У випарну чашку ємністю 250 см3 помістити саліцилову кислоту масою 5,54 г, натрій гідрогенкарбонат масою 3,36 г і додати воду об’ємом 10 см3. Кашку, що утворилася перемішати і залишити на 10 хв. Коли виділиться більша частина карбонатної кислоти, перевірити реакцію середовища. Вона повинна бути слабко кислою. Суміш нагрівати на водяній бані при температурі 50-60 °C до одержання сухого залишку (при температурі 60 °C препарат темніє). Залишок перекристалізувати з гарячого спирту, для цього одержаний натрій саліцилат помістити у суху конічну колбу ємністю 100 см3, додати етиловий спирт об’ємом 10-15 см3 та кип’ятити зі зворотним холодильником на водяній бані, поступово добавляючи етиловий спирт порціями об’ємом 1 см3 через холодильник до розчинення препарату (натрій саліцилат масою 1 г розчиняється у етиловому спирті об’ємом 5 см3 (*w*(C2H5OH) = 96 %)). Гарячий розчин відфільтрувати через складчастий фільтр, попередньо змочений розчинником, та вставленим у лійку з коротко обрізаною відвідною трубкою. Лійку попередньо треба нагріти у лійці для гарячого фільтрування. Перекристалізований препарат висушити у сушильній шафі при температурі 35-40 °C.

Вихід приблизно 70 %.

При перевірці якості препарату особливу увагу необхідно звернути на прозорість, колір розчину, лужність та кислотність.

Перевірка середовища. Невелику кількість препарату розчинити у воді в пробірці, злегка підігріти, щоб видалити карбонатну кислоту, і зробити пробу на синьому лакмусовому папірці. Якщо середовище лужне, додати саліцилову кислоту до слабко кислого середовища. Необхідно взяти до уваги, що лужні та нейтральні розчини натрій саліцилату при випаровуванні забарвлюються у темний колір. Тому, починаючи нагрівати, необхідно бути впевненим, що суміш має помітну кислу реакцію.





Метод 1

У суху круглодонну колбу ємністю 100 см3 сполучену з зворотним холодильником, помістити кислоту саліцилову масою 4 г, оцтовий ангідрид об’ємом 6 см3 та бензен об’ємом 14 см3. Реакційну суміш нагрівати на водяній бані (електрична плитка) протягом години, підтримуючи слабке кипіння. По закінченню кристали ацетилсаліцилової кислоти, що випали, відсмоктати на воронці Бюхнера, промити невеликою кількістю бензену, віджати, висушити спочатку на повітрі до зникнення запаху оцтової кислоти, а потім у сушильній шафі при температурі 35-40 °C.

Вихід біля 90 %.

Метод 2

У круглодонній колбі ємністю 50 см3, сполученій з зворотним холодильником, розчинити кислоту саліцилову масою 5,5 г в оцтовому ангідриді об’ємом 8,2 г при слабкому нагріванні і додати концентровану сульфатну кислоту об’ємом 0,4 см3. Реакційну суміш нагрівати протягом 30 хв на киплячий водяній бані при частому струшуванні, потім охолодити при перемішуванні сумішшю води з льодом (30-60 хв). Продукт реакції відсмоктати та промити спочатку льодяною водою, а потім невеликою кількістю холодного толуену (бензену). Кристали ацетилсаліцилової перекристалізувати з бензену або хлороформу.

Вихід 3,6 г.

При перевірці якості препарату особливу увагу необхідно звернути на відсутність вільної саліцилової кислоти.