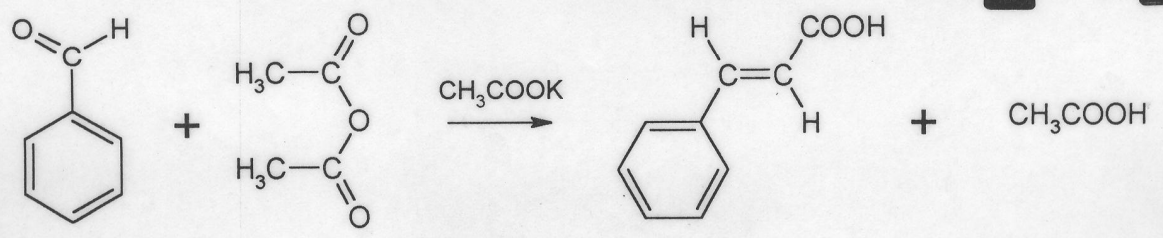
Kwas *trans*-cynamonowy

44



M.cz. 106,12 T.w. 178-179°C d 1,044	M.cz. 102,09 T.w. 138-140°C d 1,082	M.cz. 98,15	M.cz. 148,16 T.w. 133134°C

Odczynniki:

aldehyd benzoesowy – 5,25 g
bezwodnik octowy – 7,5 g
octan potasu bezw. – 3 g

1/2

W suchej kolbie kulistej, zaopatrzonej w chłodnicę powietrzną z rurką zabezpieczającą przed dostępem wilgoci, umieszcza się świeżo destylowany aldehyd benzoesowy, świeżo destylowany bezwodnik octowy oraz, świeżo stopiony i dokładnie sproszkowany, octan potasu*. Po starannym wymieszaniu substratów, kolbę ogrzewa się przez godzinę na łaźni olejowej w temp. 170÷180°C (mierzy się temperaturę łaźni). Następnie, mieszaninę reagującą chłodzi się do temp. około 80÷100°C i przelewa do kolby kulistej o większej pojemności, w której znajduje się około 25 mL wody. Kolbę reakcyjną opłukuje się niewielką ilością gorącej wody. Do uzyskanego roztworu dodaje się stopniowo stężony wodny roztwór węglanu sodu**, mocno przy tym mieszając i sprawdzając odczyn; roztwór węglanu sodu dodaje się dotąd, aż kropla cieczy, wyjęta z kolby bagietką szklaną, umieszczona na papierku uniwersalnym, wskaże wyraźnie odczyn zasadowy. Wówczas kolbę łączy się z uprzednio przygotowaną aparaturą do destylacji z parą wodną i oddestylowuje nieprzereagowany aldehyd benzoesowy (tzn. dotąd, aż destylat spływający z chłodnicy stanie się przeźroczysty). Pozostały w kolbie roztwór chłodzi się i odsącza na lejku sitowym od smolistych produktów ubocznych. Przesącz, energicznie mieszając, zakwasza się stężonym kwasem solnym, dodając kwas powoli, porcjami tak długo, aż przestanie wydzielać się dwutlenek węgla. Po ochłodzeniu, odsącza się wydzielony kwas cynamonowy na lejku sitowym, osad przemywa zimną wodą i suszy.

Po przekrystalizowaniu z gorącej wody otrzymuje się kwas *trans*-cynamonowy w postaci bezbarwnych, błyszczących blaszek o temp. topn. 133°C.

Uwagi:

* Handlowy octan potasu ogrzewa się ostrożnie w parownicy porcelanowej, mieszając dotąd, aż przestanie wydobywać się para wodna. Następnie sól proszkuje się starannie w nieco ogrzanym moździerzu i przechowuje w szczelnie zamkniętym słoiku. Do reakcji można też użyć równoważnej ilości świeżo stopionego octanu sodu, jednak wówczas reakcja przebiega wolniej i trzeba przedłużyć ogrzewanie dodatkowo o 3÷4 godziny.

** W tym momencie, do alkalizowania roztworu nie wolno używać roztworu wodorotlenku sodu, ponieważ mogłoby to spowodować reakcję Cannizzaro.