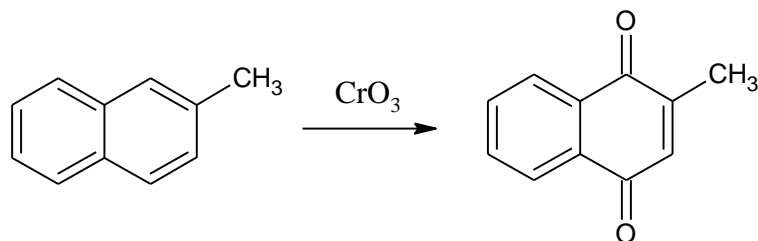


Ćwiczenie 51

Otrzymywanie 2-metylo-1,4-naftochinonu – Witamina K₃

2-metylnaftalen

2-metylo-1,4-naftochinon

Odczynniki:

2-Metylnaftalen	3.55 g
Trójtlenek chromu, CrO ₃	12.5 g
Kwas octowy lodowaty	37-38 mL
Azotan srebra (do oznaczania soli chromowych)	

Surowce odważyć w przygotowanych do tego celu pojemnikach.

Sprzęt laboratoryjny:

• Kolba ssawkowa	1 L	1 szt.
• Kolba trójszyjna okrągłodenna	250 mL	1 szt.
• Zlewka	0.5 L	1 szt.
• Zlewka	500 mL	1 szt.
• Cylinder miarowy	100 mL	1 szt.
• Mieszadło mechaniczne		1 szt.
• Termometr		1 szt.
• Łaźnia wodna		1 szt.
• Lejek Büchnera		1 szt.
• Łopatka metalowa		1 szt.
• Łopatka plastikowa		1 szt.
• Lejek nasypowy plastikowy		1 szt.
• Pojemniki szklane do ważenia surowców		2 szt.
• Szalka Petrie'go		1 szt.
• Szklany korek do odciskania z gładkim grzybkiem		1 szt.
• Bagietka		1 szt.
• Płytko do analizy kropelkowej		1 szt.

ĆWICZENIE WYKONAĆ POD WYCIĄGIEM!

Wykonanie:

W kolbie trójszyjnej okrągłodennej zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne i termometr rozpuścić 2-metylnaftalen (3.5 g) w lodowatym kwasie octowym (38 mL). Następnie ogrzać mieszaninę do 60°C i małymi porcjami dodawać trójtlenek chromu (12.5 g) (**Uwaga 1**). Utlenianie prowadzić powyżej temperatury indukcji (do 90°C). Po dodaniu całości trójtlenku chromu mieszaninę reakcyjną ogrzewać przez 30 minut w temperaturze 80°C, po czym wylać mieszaninę reakcyjną do wody (200 mL). Produkt wytraca się w postaci osadu. Należy go odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Büchnera (**Uwaga 2**). Przemycać wodą osad produktu do negatywnej próby na obecność soli chromu(VI) (**Uwaga 3**). Surowy produkt przenieść na wcześniej zważoną szalkę Petrie'go i pozostawić do wysuszenia na powietrzu. (następne ćwiczenia)

Oznaczyć temperaturę topnienia produktu. Zważyć produkt i obliczyć wydajność procesu.

Uwagi:

1. Podczas dodawania trójtlenku chromu występuje silny efekt egzotermiczny. Jeśli po dodaniu 1-2 niewielkich porcji CrO_3 temperatura nie wzrośnie, należy lekko ogrzać mieszaninę reakcyjną (4-5 °C) i ponowić próbę dodania reagenta (czynić tak aż do chwili gdy będzie zauważalny wzrost temperatury po dodaniu porcji CrO_3). Temperatura, przy której zapoczątkuje się reakcja to temperatura indukcji.
2. Przekazać przesącz do utylizacji.
3. Obecność soli chromowych sprawdzić jakościowo roztworem AgNO_3 .