

(przykładowe sprawozdanie w dzienniku laboratoryjnym)

**Kwas nikotynowy – utlenianie  $\beta$ -pikoliny**

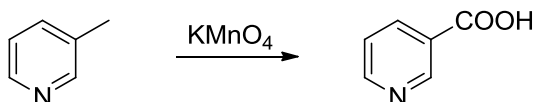
Materiały:

$\beta$ -pikolina	10.0 g, 10.45 mL (0.107 mol),
KMnO <sub>4</sub>	45 g,
stężony HCl	11 ml.

Przepis literaturowy:

Umieścić 10,0 g  $\beta$ -pikoliny w kolbie okrągłodennej 3-szyjnej o pojemności 500 ml, wyposażonej w chłodnicę zwrotną, termometr i mieszadło magnetyczne. Dodać 100 ml wody i ogrzewać mieszaninę do 70 °C, z mieszaniem. W ciągu 4 godzin dodać do roztworu 45 g KMnO<sub>4</sub> w małych porcjach. Podczas dodawania temperatura powinna podnieść się do 90 °C. Po dodaniu ostatniej porcji odczekać do odbarwienia. Odsączyć MnO<sub>2</sub> z gorącej mieszaniny i przemyć osad gorącą wodą (4 × 40 ml). Zagęścić zebrany przesącz do około 100 ml na wyparce rotacyjnej i zakwasić stęż. HCl do pH 3,5 (potrzeba około 11 ml). Odsączyć wytrącony kwas nikotynowy i przemyć zimną wodą (3 × 5 ml). Rekrytalizować z gorącej wody.

Reakcja:



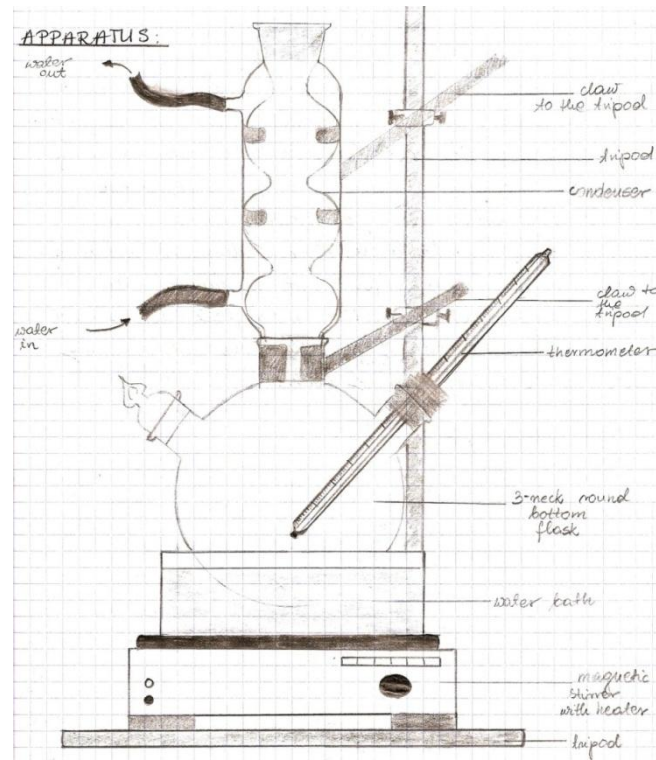
Charakterystyka związków:

	MW (g/mol)	Tt (°C)	Tw (°C)	Gęstość (g/cm <sup>3</sup> )	Zagrożenie
$\beta$ -pikolina	93,13	-18	141	0,961	Żrąca; kontakt ze skórą może powodować oparzenia. Działa szkodliwie po połknięciu. Drażniąca oczy. Łatwopalna (temperatura zapłonu: 36 °C).
kwas nikotynowy	123,11	237	-	1,473	Nietoksyczny, ale umiarkowanie drażniący oczy i skórę (zaczerwienienie). Działa drażniąco na drogi oddechowe.
KMnO <sub>4</sub>	158,03	~240 (roz- kład)	-	2,7	Silny utleniacz. Kontakt z innymi materiałami może spowodować pożar. Żrący. Powoduje oparzenia w każdym kontakcie. Działa szkodliwie po połknięciu lub w następstwie wdychania. Drażniący. Łatwo wchłania się przez skórę.

Wykonanie i obserwacje:

Data: **01.10.2010**

1. Zmontowano aparaturę zgodnie z poniższym rysunkiem. Ważne jest zastosowanie efektywnego mieszadła magnetycznego z funkcją ogrzewania.



2. W kolbie umieszczono 10 g  $\beta$ -pikoliny i 100 ml wody. Do łaźni wiano gorącą wodę (wrzątek) osiągając natychmiast 70 °C w mieszaninie reakcyjnej.

3. Do roztworu dodawano 45 g  $\text{KMnO}_4$  porcjami po kilka gramów w ciągu 2,5 godziny. Aby ułatwić przeniesienie osadu do kolby użyto lejka do substancji stałych (lub jednorazowych lejków z papieru) i ewentualnie przemywano minimalnymi porcjami wody. Mieszanina zabarwia się na kolor purpurowo-fioletowy, po pewnym czasie odbarwia się a powstaje ciemnobrązowe ciało stałe.

4. Osad odsączono na lejku Buchnera przemywając trzema porcjami gorącej wody po 30 ml. Przesącz pozostawiono do następnych zajęć.

Data: **15.10.2010**

5. Zebrane przesącze odparowano do objętości około 100 ml na wyparce obrotowej.

6. Do roztworu ostrożnie dodano 11 ml stężonego kwasu solnego osiągając pH 3. Wytrącił się biały osad. Mieszaninę ochłodzono w łaźni lodowej, a następnie odsączono wydzielony kwas nikotynowy i przemyto zimną wodą (10 ml).

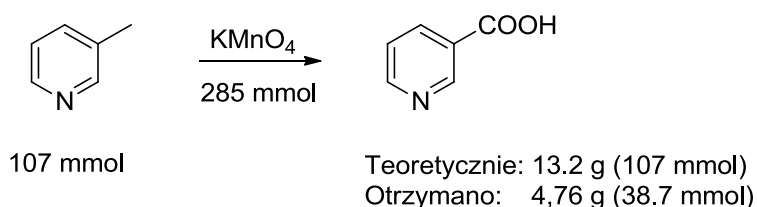
7. Surowy produkt rekrytalizowano z gorącej wody, użyto do tego celu około 30 ml rozpuszczalnika. Pozostawiono do schłodzenia: najpierw w temperaturze pokojowej, następnie w łaźni woda-lód. Otrzymano osad w postaci drobnych białych igieł.

8. Odsączono produkt przemywając 10 ml zimnej wody. Pozostawiono do suszenia na ważonej szalce Petriego do następnych zajęć.

Data: **29.10.2010**

9. Zważono wysuszony produkt (4,76 g) oraz oznaczono jego temperaturę topnienia (235,5 °C).

Obliczenie wydajności, wnioski końcowe:



Masa suchego kwasu nikotynowego:  $m = 4.76 \text{ g}$

Wydajność reakcji: 36%  $(38,7 \text{ mmola} / 107 \text{ mmola} \times 100\% \text{ lub } 4.76 \text{ g} / 13.2 \text{ g} \times 100\%)$

Temperatura topnienia: 235.5°C (literaturowa 237°C)

Ostra i bliska literaturowej temperatura topnienia wskazuje na otrzymanie poprawnego produktu o wysokiej czystości. Niska wydajność może być spowodowana stratami podczas przeróbki produktu w roztworach wodnych: sączenie i przemywanie oraz krystalizacja. Itd.