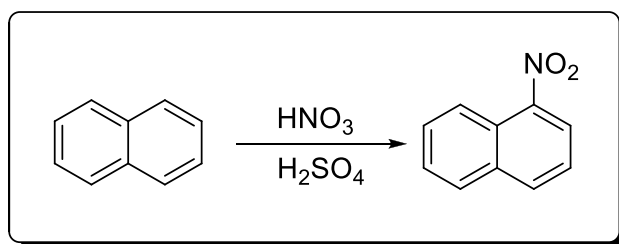


1-NITRONAFTALEN



Odczynniki

Naftalen	2,56 g (20 mmoli)
Kwas azotowy stęż.	1,5 ml
Kwas siarkowy stęż.	1,5 ml
Eter naftowy	60 ml
Izopropanol	

Aparatura

Kolba dwuszyjna, 100 ml
Kolba jednoszyjna, 250 ml
Mieszadło magnetyczne
Wkraplacz
Chłodnica zwrotna
Płaszcz grzejny
Erlenmayerka 100 ml

W kolbie dwuszyjnej umieszcza się naftalen (2,56 g, 20 mmoli), eter naftowy (15 ml) i miesza się przy pomocy mieszadła magnetycznego w temp. 30–35 °C do całkowitego rozpuszczenia naftalenu. Wkrapla się mieszaninę nitrującą (przygotowaną z kwasu azotowego(V) (1,5 ml) i kwasu siarkowego(VI) (1,5 ml), tak aby temperatura nie przekraczała 42°C (około 10-15 min.) (**Uwaga 1**). Wkraplacz wymienia się na chłodnicę zwrotną i mieszaninę ogrzewa przez 1 godzinę utrzymując temperaturę 40–45°C. Następnie dodaje się eter naftowy (15 ml) i miesza się w temperaturze wrzenia 5 minut. Natychmiast dekantuje się roztwór eterowy znad mieszaniny nitrującej do erlenmayerki (100 ml) (**Uwaga 2, 3**). Dodaje się drugą porcję eteru naftowego (30 ml), miesza 5 min. w temperaturze wrzenia i ponownie dekantuje. Roztwór przenosi się do rozdzielacza, przemywa wodą (2x20 ml), a warstwę organiczną suszy bezw. siarczanem(VI) magnezu. Wyszuszony roztwór sący się do kolby okrągłodennej (250 ml). Eter naftowy usuwa się na wyparce obrotowej, a produkt krystalizuje z alkoholu izopropylowego (**Uwaga 4**). Wydajność 2,0 g (60%), t.t. 59–60 °C.

Uwagi

1. Mieszaninę nitrującą dodawać ochłodzoną do temperatury pokojowej.
2. Podczas dekantowania roztworu eterowego zwrócić uwagę, aby warstwa kwasów nieorganicznych pozostała w całości w kolbie reakcyjnej.
3. W czasie dekantowania może wytrącić się osad 1-nitronaftalenu (jasnożółta zawiesina w eterze naftowym). Nie ma to wpływu na wydajność reakcji, ani na czystość produktu. W przypadku wytrącenia się osadu po dwukrotnej dekantacji dodać 20 ml eteru naftowego.
4. Dobrać ilość alkoholu (ok 10 ml). W przypadku wydzielenia się oleju po przesączeniu roztworu do krystalizatora, dodać 1-2 ml alkoholu izopropylowego i rozpuścić olej.

Analizy

Temperatura topnienia.

TLC — toluen / octan etylu (4 : 1)

BHP

Naftalen jest związkiem szkodliwym po spożyciu i w kontakcie ze skórą.

Stężony kwas siarkowy(VI) i kwas azotowy(V) są silnie żrące. Należy zachować ostrożność w pracy z tymi związkami. W razie kontaktu natychmiast zmyć dużą ilością wody.

1-Nitronaftalen jest szkodliwy w kontakcie ze skórą.

Eter naftowy jest związkiem bardzo łatwopalnym. Podczas pracy nie używać otwartego ognia.

Alkohol izopropylowy jest łatwopalny, szkodliwy przy wdychaniu.