

Laboratorní cvičení –organická chemie

Seznam úloh:

- 1a Ethylbromid
- 1b terc-Butylchlorid
- 2 Kyselina 3-fenylpropanová
- 3 Nitrace fenolu
- 4 Azobenzen
- 5 Ethylenacetal ethylesteru 3-oxobutanové kyseliny
- 6a Ethylenacetal 4,4-difenyl-4-hydroxybutan-2-on
- 6b 4,4-Difenyl-4-hydroxybutan-2-on
- 7 3-Nitroacetofenon
- 8a 1-(3-Nitrofenyl)ethanol
- 8b 3-Aminoacetofenon
- 9 Pinakol
- 10 Kyselina benzoová
- 11 Kyselina anthranilová
- 12 Ethyl-acetát
- 13 2-Hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzen
- 14 2-(2-Hydroxy-5-methylfenyl)benzotriazol
- 15 Kyselina 2-chlorbenzoová
- 16 Aminolýza 1-chlor-2,4-dinitrobenzenu
- 17a Extrakce rostlinných barviv na Soxhletově extraktoru
- 17b Izolace trimyristinu z muškátového oříšku
- 18 1,2,3,4,6-Penta-*O*-acetyl- β -D-glukopyranosa

Booklet

Vlastnosti rozpouštědel

Látka		Fyzikální vlastnosti			
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]
ethanol					
methanol					
hexan					
toluen					
ether					
aceton					
petrolether				40 - 60	

Úloha 1a:	Ethylbromid				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do baňky o obsahu **500 ml** vpravíme **55 ml** koncentrované kyseliny sírové a pak opatrně za stálého míchání přidáváme po částech **0,60 mol** ethanolu. Horkou směs potom zvenčí ochladíme studenou vodou na teplotu 10-15°C, přidáme **40 g** ledu a potom **0,42 mol** bromidu draselného. Směs opatrně destilujeme ze sítky za použití kahanu tak, aby nepřekypěla do chladiče. Předlohu destilační aparatury naplníme do poloviny vodou s ledovou tříští a alonž pomocí hadičky upravíme tak, aby její vývod zasahoval těsně pod hladinu vody v předloze. Předlohu ještě chladíme zevně ledem. Reakce je skončena, jakmile ustane přechod olejovitých kapiček do předlohy. Vzhledem k tomu, že kapaliny v předloze přibývá, je nutné dávat pozor, aby se při podtlaku nedostala chladičem do horké destilační baňky, což se může stát při přerušení zahřívání. Hadička alonže musí stále zasahovat těsně pod hladinu kapaliny v baňce. Ethylbromid tvořící spodní vrstvu oddělíme od vody v dělicí nálevce a v suché baničce vysušíme bezvodým chloridem vápenatým. Po sušení se sušidla zbavíme filtrací (pozor-ethylbromid je rychle těkavá látka). Surový produkt předestilujeme z vodní lázně do suché předlohy chlazené zevně ledem. Použijeme destilační most s **NZ 14** zábrusy. Zaznamenejme teplotu varu produktu, stanovíme výtěžek a změříme index lomu.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
ethanol								
KBr								
ethylbromid								

K úvaze:

1. Proč se při přípravě ethylbromidu přidává do reakčního prostředí led?
2. Jaké vedlejší produkty mohou vznikat při přípravě ethylbromidu?
3. Jakým mechanismem reakce probíhá a proč?
4. Proč je při přípravě ethylbromidu nutná přítomnost kyseliny sírové?
5. Proč se ethylbromid jímá pod hladinu vody obsahující ledovou tříšť?

Úloha 1a:	Ethylbromid
Příjmení a jméno:	List :1/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 1b:	<i>tert</i>-Butylchlorid				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

V dělicí nálevce o objemu **250 ml** protřepáváme **30 minut** směs **0,5 mol** *tert*-butylalkoholu s **130 ml** koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Je-li *tert*-butylalkohol částečně zkrystalizovaný, je potřeba ho rozpustit rozehrátím na vodní lázni. Spodní vodnou vrstvu potom oddělíme a horní promýváme **10 %** roztokem hydrogenuhličitanu sodného do neutrální reakce. Surový produkt vysušíme pevným chloridem vápenatým. Po sušení se sušidla zbavíme filtrací a surový produkt předestilujeme za použití aparatury s **NZ 14** zábrusy. Sledujeme a zapisujeme teplotní průběh destilace. Změříme index lomu a stanovíme výtěžek.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
<i>tert</i> -butylalkohol								
HCl								
<i>tert</i> -butylchlorid								

K úvaze:

1. Jakým mechanismem tato reakce probíhá a proč?
2. Jaké by mohly vznikat vedlejší produkty?
3. Jak jinak by se dal nazvat produkt?

Úloha 1b:	<i>tert</i>-Butylchlorid
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 2:	Kyselina 3-fenylpropanová				
Příjmení a jméno:					List :1/4
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

! Student si přinese milimetrový papír velikosti A4 !

Kyselinu 3-fenylpropanovou připravíme hydrogenací kyseliny skořicové ve speciální aparatuře znázorněné na obrázku.

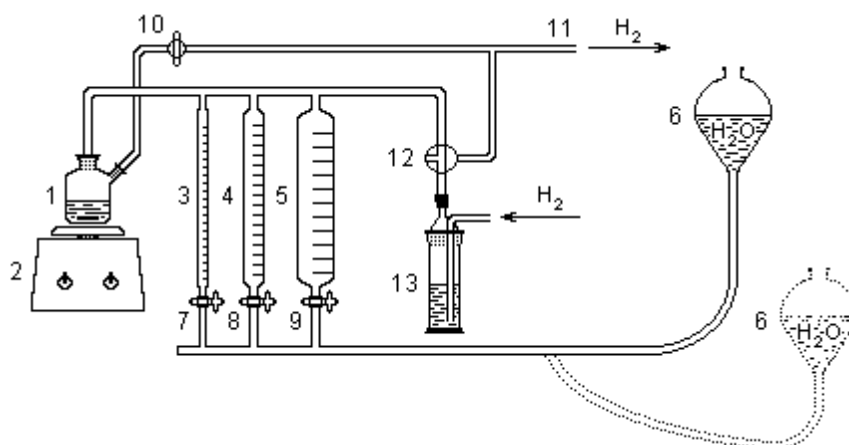
1. **Provedeme aktivaci katalyzátoru (Raney-Ni).** Vrchovatou malou lžičku katalyzátoru vložíme do Erlenmayerovy baňky a zalijeme **30-40 ml** ethanolu. Na plotýnkovém vařiči přivedeme k varu a **velmi** krátce povaříme. Při zahřívání směs pozorujeme a mícháme. Odděláme z vařiče a dekantujeme. Po dekantaci ke katalyzátoru opět přilijeme ethanol a celý postup aktivace opakujeme. Aktivaci provádíme nejméně **3x**.
2. Aktivovaný dekantovaný katalyzátor pomocí ethanolu (asi **50 ml**) vypláchneme s Erlenmayerovy baňky do suché hydrogenační nádoby (1), přidáme **0,02 mol** suché rozpráškované kyseliny skořicové a vložíme teflonové míchadlo.
3. Pod hydrogenační nádobku (1) umístíme elektromagnetickou míchačku (2) pro pohon míchadla.
4. Kalibrované válcové nádoby (3), (4) a (5) naplníme po horní barevnou značku vodou z nádoby (6) na principu spojitých nádob.
5. Kohouty (7), (8) a (9) uzavřeme.
6. Kohoutem (10) spojíme hydrogenační aparaturu s atmosférou a hadici (11) umístíme ven z okna laboratoře.
7. Trojcestný kohout (12) nastavíme tak, abychom mohli z tlakové láhve zavádět vodík přes promývačku s roztokem manganistanu draselného (13) do hydrogenační aparatury. Vodík přivádíme do aparatury asi **5 minut** za účelem jejího propláchnutí.
8. Potom omezíme přívod vodíku na minimum, uzavřeme kohout (10) a současně trojcestný kohout (12) nastavíme tak, aby vodík měl volný průchod do atmosféry (mimo hydrogenační aparaturu).
9. Nádobku (6) přemístíme do spodní polohy, otevřeme kohouty (7), (8), (9), zvětšíme přívod vodíku, který trojcestným kohoutem (12) zavádíme do hydrogenační aparatury tak dlouho, až vodík vytlačí vodu z nádobek (3), (4), (5) do nádoby (6).
10. Následně nastavením kohoutu (12) zamezíme přístupu vodíku do hydrogenační aparatury a přívod vodíku uzavřeme ventilem na tlakové láhvi.
11. Potom překontrolujeme správnost naplnění hydrogenační aparatury vodíkem tak, že při vyrovnaných hladinách v nádobce (6) a nádobkách (3), (4), (5) musí sahat hladina vody po značku odpovídající nule v nádobkách (3), (4), (5). Podle potřeby upustíme přebytečný vodík do atmosféry kohoutem (12).

Pokračování na další straně !

Úloha 2:	Kyselina 3-fenylpropanová
Příjmení a jméno:	List :2/4

12. Ihned uzavřeme kohouty (7) a (8), nádobku (6) přemístíme do horní polohy a překontrolujeme těsnost aparatury tak, že vyčkáme asi **10 minut**. Jestliže se během této doby hladina vody v nádobce (5) nezmění, lze považovat aparaturu za dostatečně těsnou.
13. Reakční směs v nádobce začneme míchat a od tohoto okamžiku v časových intervalech **15 minut** odečítáme spotřebu vodíku, a to vždy při vyrovnaných hladinách v nádobce (6) a v nádobce (5).
14. Jakmile voda naplní nádobku (5), uzavřeme kohout (9), otevřeme kohout (8) a začneme používat nádobku (4). Podobně můžeme využít i nádobku (3).
15. Hydrogenaci můžeme považovat za skončenou, jestliže v intervalu **15 minut** již nedojde ke znatelné spotřebě vodíku.

Sestrojíme křivku závislosti spotřeby vodíku (v mililitrech) na čase (v minutách), tzv. hydrogenační křivku. Po skončení hydrogenace zbavíme reakční směs suspenze katalyzátoru filtrací. Katalyzátor na filtračním papíru promyjeme navíc asi **15 ml** teplého ethanolu. Filtrační papír propíchneme a použitý katalyzátor spláchneme ethanolem (nejlépe ze stříčky) do lahvičky opatřené nápisem „Použitý Raney-Ni“. Je nutné zajistit, aby na filtračním papíru nezůstal Ra-Ni, který je po vyschnutí samozápalný! Z filtrátu odpaříme ethanol na rotační vakuové odparce. Po ochlazení vykristaluje kyselina 3-fenylpropanová, kterou rekrystalujeme z vody pod zpětným chladičem za použití vhodného adsorbentu. (**Pracujeme v digestoři!**) Sušíme za laboratorní teploty v exikátoru. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání.



Příprava Raney-Ni

Do **100 ml** 25 % roztoku hydroxidu sodného vnášíme po malých dávkách jemně rozdrčenou Raneyovu slitinu (Ni-Al) za intenzivního míchání a chlazení. Nastává prudký vývin vodíku. Chlazením regulujeme přiměřený var reakční směsi. Po vnesení celého množství Raneyovy slitiny reakční směs zahříváme na vodní lázni pokud se nepřestane vyvíjet vodík. Pak necháme směs usadit, kapalinu opatrně odlijeme a zahřívání opakujeme ještě dvakrát vždy se **100 ml** čerstvě připraveného 25 % hydroxidu sodného. Pak Raney-Ni promýváme destilovanou vodou tak dlouho až promývací voda nevykazuje alkalickou reakci na fenolftalein. Katalyzátor zbavíme vody promýváním ethanolem. Raney-Ni uchováваме pod bezvodým ethanolem.

Poznámka: Tuto operaci nebudete provádět. Takto připravený Raney-Ni budete mít k dispozici v láhvi opatřené nápisem „Raney-Ni“.

Úloha 2:	Kyselina 3-fenylpropanová	
Příjmení a jméno:		List :3/4

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
kyselina skořicová								
kyselina 3-fenylpropanová								

K úvaze

1. Proč se musí aktivovaný Raney-Ni uchovávat pod ethanolem?
2. Katalytická hydrogenace je adiční reakce. Jedná se o adici *cis* nebo *trans*?
3. Kyselina skořicová může existovat ve formě dvou izomerů. O jaké izomery se jedná?
4. Daly by se pro hydrogenaci použít jiné katalyzátory? Jestliže ano, jaké?

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Úloha 2:	Kyselina 3-fenylpropanová
Příjmení a jméno:	List :4/4

Pozorování:

Závěr:

Úloha 3:	Nitrace fenolu				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

! Práce v digestoři !! Práce v rukavičích !

Do trojhrdlé baňky obsahu **250 ml** opatřené mechanickým míchadlem, prikávací nálevkou a teploměrem umístíme **0,26 mol 40 %** kyseliny dusičné a za intenzivního míchání a chlazení ledem **velmi pomalu** prikápecme **0,11 mol** fenolu. Fenol nejprve zkapalníme rozehrátím na vodní lázni a poté odvažujeme do kádinky, do které byly vpraveny cca **2 ml** vody. Rovněž do prikávací nálevky vsříkneme stříčkou malé množství vody a poté teprve nalejeme odvážený fenol, jinak hrozí nebezpečí opětovného zatuhnutí fenolu přímo ve výpusti prikávací nálevky. Teplota reakční směsi během prikávacího nesmí překročit **10° C**. Po přidání fenolu pokračujeme v míchání ještě **30 minut** za laboratorní teploty. Pak přidáme do nádoby s reakční směsí **50 ml** vody, důkladně promícháme a po ustání směsi fenolů vodu opatrně slijeme. Promývání opakujeme stejným způsobem ještě čtyřikrát. o-Nitrofenol oddělíme destilací s vodní parou. Destilát řádně ochladíme. Krystaly produktu odsajeme a překrystalujeme z **50 %** ethanolu za použití adsorbentu. Ke zbytku v destilační baňce přidáme aktivní uhlí, povaříme a zfiltrujeme. Po ochlazení vykristaluje z filtrátu p-nitrofenol, který odsajeme a promyjeme studenou vodou. p-Nitrofenol rekrystalujeme z **2 %** kyseliny chlorovodíkové s přidavkem aktivního uhlí. Stanovíme teploty tání a výtěžek obou nitrofenolů.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
fenol								
kys. dusičná 40 %								
o-nitrofenol								
p-nitrofenol								

K úvaze:

1. Proč musíme při nitraci fenolu udržovat teplotu reakční směsi do **10° C**?
2. Proč používá **40 %** kyselina dusičná?
3. Proč těká s vodní parou o-nitrofenol a ne p-nitrofenol?
4. Dala by se použít na rozdělení obou nitrofenolů jiná metoda? Jestliže ano, jaká?
5. Jaký bude přibližně vzájemný poměr obou nitrofenolů?

Úloha 3:	Nitrace fenolu
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

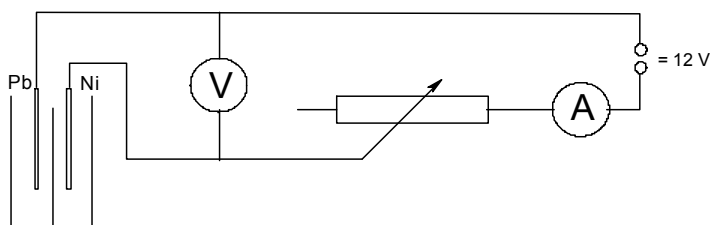
Úloha 4:	Azobenzen				
Příjmení a jméno:					List :1/3
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Práce v digestoři!

Azobenzen připravíme elektrochemickou redukcí nitrobenzenu (schéma zapojení znázorněno na obrázku) ve speciálně upravené nádobce, která má katodový a anodový prostor oddělený diafragmou. Anodový prostor, do kterého zasahuje olověná elektroda, naplníme nasyceným roztokem uhličitanu sodného ve vodě, zahřátého na **100 °C**. V digestoři pod zpětným chladičem připravíme roztok obsahující **0,04 mol** nitrobenzenu, **0,1 mol** krystalického octanu sodného a **100 ml** ethanolu o teplotě cca **70 °C**, který vpravíme do katodového prostoru, do kterého zasahuje niklová elektroda a celou aparaturu uzavřeme zpětným chladičem. Nyní připojíme celý systém ke zdroji stejnosměrného proudu (**18 - 24 V**). Na ampérmetru udržujeme intenzitu proudu na **8 A** a reakci necháme probíhat po dobu **25 minut**. Poté snížíme proud na **5 A** a budeme jej na této hodnotě udržovat dalších **20 min**. Katolyt následně umístíme do promývačky, zchladíme a poté roztokem intenzivně prosáváme vzduch alespoň po dobu **60 minut**. Azobenzen z roztoku vysrážíme přidáním cca **100 ml** destilované vody. Krystalky odsajeme, vysušíme při laboratorní teplotě a překrystalujeme z malého množství petroletheru (asi **20 ml**) s použitím vhodného adsorbentu. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání. Čistotu překrystalovaného produktu překontrolujeme chromatografií na Silufolu. Jako eluent použijeme směs ethyl-acetát : hexan v poměru **1:4**. Vypočteme retenční faktor a chromatogram nalepíme do protokolu.

Schéma zapojení:



Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V [cm ³]
nitrobenzen								
octan sodný- -krystalický								
azobenzen								

Úloha 4:	Azobenzen
Příjmení a jméno:	List :2/3

K úvaze:

1. Jaké jsou důvody prosávání vzduchu roztokem katolytu po skončení elektrochemické redukce?
2. Po delším stání na světle nebo po ozáření se může na chromatogramu objevit nová skvrna.
Jaké látky patří?
3. Dal by se azobenzen připravit jiným způsobem?
4. K výměně kolika elektronů při této reakci dochází?

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Úloha 4:	Azobenzen	
Příjmení a jméno:		List :3/3

Pozorování:

Závěr:

Úloha 5:	Ethylenacetal ethylesteru 3-oxobutanové kyseliny				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do baňky obsahu **250 ml** nalijeme **0,23 mol** acetoctanu ethylnatého, **0,24 mol** ethylenglykolu a přidáme **0,2 g** monohydrátu kyseliny p-toluensulfonové a **100 ml** toluenu. Baňku opatříme azeotropním nástavcem s chladičem a roztok refluxujeme tak dlouho, až se již v nástavci neoddělují žádné kapičky vody. Po ochlazení reakční směsi na laboratorní teplotu ji v dělicí nálevce promyjeme **35 ml 10 %** vodného roztoku hydroxidu sodného, **dvakrát 50 ml** vody a v baňce vysušíme bezvodým uhličitánem draselným. Po filtraci odpaříme na rotační vakuové odparce toluen a surový produkt vakuově předestilujeme. Sledujeme a zapisujeme teplotní průběh destilace. Stanovíme výtěžek a stanovíme index lomu u všech frakcí destilace.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
acetocetan ethylnatý								
ethylenglykol								
produkt				72 – 82 (8 torr)		1.4360		

K úvaze:

1. Jaký je rozdíl mezi vodní a olejovou vývěvou, které se používají jako zdroj vakua při vakuové destilaci?
2. Proč se do reakční směsi přidává kyselina p-toluensulfonová?
3. Proč se provádí azeotropní destilace?
4. Co je to vymrazovačka a k čemu slouží?
5. Proč se provádí vakuová destilace?
6. Jaký je důvod promývání reakční směsi po skončení reakce roztokem hydroxidu sodného?

Úloha 5:	Ethylenacetal ethylesteru 3-oxobutanové kyseliny
Příjmení a jméno:	List :1/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 6a:	Ethylenacetal 4,4-difenyl-4-hydroxybutan-2-on				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

A) FENYLMAGNESIUMBROMID

Přípravu fenylmagnesiumbromidu (Grignardova činidla) uskutečníme v trojhrdlé baňce o objemu **250 ml** opatřené zpětným chladičem, přikapávací nálevkou a míchadlem poháněným elektromagnetickou míchačkou. Celou aparaturu zajistíme chlorkalciovými uzávěry. Do baňky umístíme **0,1 mol** hořčkových hoblin, **15 ml suchého** etheru a zrnko jodu. Přidáme asi **1/20** z celkového množství **0,1 mol** brombenzenu, který jsme umístili do přikapávací nálevky (nemíchat!). Začátek reakce poznáme podle vzniku slabého zákalu, částečného odbarvení a zahřívání reakční směsi. Po zahájení reakce přidáváme za míchání roztok zbylého brombenzenu v **25 ml suchém** etheru takovou rychlostí, aby ether mírně vřel. Je-li reakce příliš prudká, chladíme baňku zevně studenou vodou. Po přidání celého množství brombenzenu směs mícháme a zahříváme k mírnému varu až do úplného zreagování hořčíku.

B) ETHYLENACETAL 4,4-DIFENYL-4-HYDROXYBUTAN-2-ON

Roztok fenylmagnesiumbromidu (připraveného podle *oddílu A*) ochladíme a po kapkách k němu za stálého míchání přidáváme roztok **0,05 mol** ethylenacetalu ethylesteru 3-oxobutanové kyseliny rozpuštěného v **25 ml bezvodého** etheru. Po přidání veškerého ethylenacetalu směs v baňce ztuhne. Baňku sejmeme a v **digestoři** mícháme za chlazení vodou tyčinkou ještě asi **5 minut**. Za chlazení a stálého míchání přidáváme po částech směs **50 ml** vody a **50 g** ledu. V baňce vytvoří dvě vrstvy. Horní (etherickou) odlijeme do dělicí nálevky. Ke spodní (gelovité) přidáme **25 ml** etheru a důkladně promícháme. Etherickou vrstvu přilijeme k prvnímu podílu v dělicí nálevce. A znovu stejným způsobem provedeme extrakci etherem. Spojené etherické extrakty promyjeme **50 ml** vody a vysušíme bezvodým síranem sodným. Ether oddestilujeme na rotační vakuové odparce, baňku zevně řádně zchladíme a získaný pevný zbytek překrystalujeme z ethanolu za použití vhodného adsorbentu. Změříme teplotu tání a stanovíme výtěžek.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M _r	T _t [°C]	T _v [°C]	ρ ²⁰ [g/cm ³]	n _D ²⁰	m [g]	V[cm ³]
brombenzen								
hořčík								
výchozí látka *								
produkt			90-91					

*ethylenacetal ethylester 3-oxobutanové kyseliny

Úloha 6a:	Ethylenacetal 4,4-difenyl-4-hydroxybutan-2-on
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 6b:	4,4-Difenyl-4-hydroxybutan-2-on				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

0,004 mol produktu z předchozí úlohy (ethylenacetal 4,4-difenyl-4-hydroxybutan-2-on) navážíme do baňky o obsahu **100 ml**, přidáme **25 ml** směsi tvořené **1 ml 1M** kyseliny chlorovodíkové, **5 ml** vody a **50 ml** acetonu (směs máš připravenou). Na baňku nasadíme zpětný chladič a refluxujeme **15 minut**. Po ochlazení nalijeme obsah baňky do směsi **10 ml** nasyceného roztoku hydrogenuhličitanu sodného a **10 ml** vody. Produkt extrahujeme **tříkrát 20 ml** etheru. Spojené etherické extrakty promyjeme **30 ml** vody. Po vysušení bezvodým chloridem vápenatým odpaříme rozpouštědlo na rotační vakuové odparce. Surový produkt rekrystalujeme z petroletheru za použití vhodného absorbentu. Změříme teplotu tání a stanovíme výtěžek.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
výchozí látka*								
produkt			83 - 84					

*Ethylenacetal 4,4-difenyl-4-hydroxybutan-2-on

K úvaze:

1. Proč se příprava 4,4-difenyl-4-hydroxybutan-2-onu z acetocetanu ethylnatého provádí přes stádium ethylenacetalu?

Úloha 6b:	4,4-Difenyl-4-hydroxybutan-2-on
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 7:	3-Nitroacetofenon				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do trojhrdlé baňky o objemu **500 ml** (nebo 250 ml) opatřené mechanickým míchadlem, přikapávací nálevkou a teploměrem, který zasahuje do reakční směsi, nalijeme **37 ml** koncentrované kyseliny sírové. Spustíme míchadlo, baňku ochladíme (chladicí směs: ethanol-suchý led) až teplota kyseliny v baňce klesne na **0 °C**. Potom opatrně přikapeme **0,125 mol** acetofenonu tak, aby teplota v baňce, během přikapávání, nepřestoupila **5 °C**. Pak směs ochladíme na **-7 °C** a přidáváme ochlazenou nitrační směs (0-5°C) tvořenou **15 ml** koncentrované kyseliny sírové a **10 ml** koncentrované kyseliny dusičné takovou rychlostí, aby celá operace netrvala déle než **30 minut** a teplota reakční směsi se pohybovala v rozmezí **-5 až 0 °C**. Po přidání nitrační směsi mícháme, za stálého chlazení, ještě **10 minut**. Pak směs za míchání tyčinkou nalijeme na ledovou tříšť tvořenou **165 g** ledu a **375 ml** vody. Produkt se mícháním srazí jako žlutý maz až tuhá látka. Jakmile led roztaje, nitrosloučeninu odsajeme a na filtru zbavíme vody vytlačení skleněnou zátkou. Po přenesení do kádinky ji propláchneme **dvakrát 75 ml** vody a potom rozmícháme v **8 ml** ethanolu. Po každém z těchto tří promývání produkt odsajeme a dokonale vytlačíme skleněnou zátkou. Potom jej rekrystalujeme z **25 až 35 ml** ethanolu s přísádkem aktivního uhlí. Teplý roztok za horka zfiltrujeme do **250 ml** studené vody za intenzivního míchání skleněnou tyčinkou. Po několika minutách stání produkt odsajeme, promyjeme **50 ml** studené vody a co nejvíce vymačkáme do sucha. Druhou rekrystalizaci provedeme asi z **30 ml** ethanolu za použití aktivního uhlí. Vyloučené žluté krystaly odsajeme a sušíme na vzduchu. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání. Čistotu produktu můžeme ověřit infračervenou spektroskopií.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M _r	T _t [°C]	T _v [°C]	ρ ²⁰ [g/cm ³]	n _D ²⁰	m [g]	V[cm ³]
acetofenon								
3-nitroacetofenon								

K úvaze:

1. Proč se při přípravě 3-nitroacetofenonu musí reakční směs chladit?
2. Proč dochází k substituci do polohy meta?
3. Proč se acetofenon nejprve přikape ke kyselině sírové až a potom se přidává nitrační směs?

Úloha 7:	3-Nitroacetofenon
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 8a:	1-(3-Nitrofenyl)ethanol				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Ve **250 ml** baňce opatřené zpětným chladičem rozpustíme **0,013 mol** 3-nitroacetofenonu v **30 ml** methanolu a zahřejeme topným hnízdem tak, aby se veškerý 3-nitroacetofenon rozpustil. Potom roztok ochladíme zevně ledovou lázní. K suspenzi pomalu přidáme **0,016 mol** tetrahydridoboritanu sodného a vzniklou směs občas protřepáváme po dobu **15 minut**. Pak přilijeme **20 ml** destilované vody a směs povaříme **30 minut** pod zpětným chladičem. Ochlazenou reakční směs extrahujeme **dvakrát 30 ml** etheru a spojené etherické extrakty důkladně vysušíme bezvodým síranem sodným. Ether oddestilujeme na rotační vakuové odparce. Zbýlý nahnědlý olej po ochlazení zkrystaluje. Produkt rekrystalujeme z toluenu s vhodným adsorbentem. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání. Čistotu produktu můžeme ověřit infračervenou spektroskopií a porovnat se spektry výchozí látky.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
3-nitroacetofenon								
Na[BH ₄]								
1-(3-nitrofenyl)-ethanol			62					

K úvaze:

1. Proč po skončení reakce vaříme reakční směs s vodou?

Úloha 8a:	1-(3-Nitrofenyl)ethanol
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 8b:	3-Aminoacetofenon				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

V baňce NZ 29 o objemu 100ml s rovným dnem opatřené zpětným chladičem smícháme **0,013 mol** 3-nitroacetofenonu a **0,034 mol** jemně granulovaného cínu, přidáme směs **29 ml** vody a **11 ml** koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Refluxujeme na elektromagnetické míchačce za stálého míchání po dobu **90 minut**. Ochlazenou reakční směs zfiltrujeme a k filtrátu za míchání a chlazení v ledové lázni přidáme **24 ml 40 %** hydroxidu sodného. Vyloučenou sraženinu odsajeme, promyjeme studenou vodou a překrystalujeme z cca **80 ml** vody za přídavku aktivního uhlí. Stanovíme výtěžek produktu a změříme jeho teplotu tání.

Čistotu produktu můžeme ověřit infračervenou spektroskopií a porovnat se spektry výchozí látky.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M _r	T _t [°C]	T _v [°C]	ρ ²⁰ [g/cm ³]	n _D ²⁰	m [g]	V[cm ³]
3-nitroacetofenon								
cín								
3-aminoacetofenon								

K úvaze:

1. Která látka v reakční směsi redukuje nitroskupinu na aminoskupinu?
2. K výměně kolika elektronů při této reakci dochází?

Úloha 8b:	3-Aminoacetofenon
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 9:	Pinakol				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do baňky objemu **250 ml** opatřené přikapávací nálevkou, chladičem a chlorkalciovým uzávěrem nasypeme **0,08 mol** hořčkových hoblin a přilijeme **20 ml suchého** toluenu. Přikapáváme roztok **0,0075 mol** chloridu rtuťnatého v **0,175 mol suchého** acetonu. Jakmile začne nabíhat reakce, přidávání zrychlíme a rychlostí přikapávání řídíme průběh reakce. Až pomine bouřlivá fáze reakce (nemusí nastat), přidáme do reakční směsi roztok **0,085 mol suchého** acetonu v **5 ml suchého** toluenu. V případě, že se reakce zpomalí, baňku zahříváme topným hnízdem do zreagování veškerého hořčíku (operace trvá celkem asi **60 minut**). Tvoří se přitom pevný meziprodukt, který zaplní asi 1/2 objemu baňky. Po zreagování hořčíku sejmeme chladič a přikapávací nálevku, baňkou silně protřepeme, aby se obsah rozdrobil. Potom opět nasadíme chladič a baňku zahříváme **30 minut**. K reakční směsi potom přikapáme **0,30 molu** vody a vaříme dalších **30 minut**. Po ochlazení na **50 °C** směs zfiltrujeme tak, aby pevná fáze zůstala v baňce (**filtrovat v digestoři!**). Ke zbylému tuhému zbytku v baňce přidáme **25 ml** toluenu, povaříme **10 minut** a opět zfiltrujeme. Oba filtráty spojíme. Filtrát zahustíme na rotační vakuové odparce na poloviční objem. K filtrátu přidáme **0,85 mol** vody a necháme **20 minut** krystalovat v mrazícím boxu. Vyloučený hexahydrát pinakolu odsajeme, promyjeme toluenem a sušíme při laboratorní teplotě v digestoři. Změříme teplotu tání a stanovíme výtěžek.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V [cm ³]
hořčík								
HgCl ₂								
aceton								
hexahydrát pinakolu								

K úvaze:

1. Proč přidáváme ke směsi chlorid rtuťnatý?
2. Jak zní systematický název pro pinakol?
3. Proč se reakce provádí za vyloučení vzdušné vlhkosti?
4. K výměně kolika elektronů při této reakci dochází?

Úloha 9:	Pinakol
Příjmení a jméno:	List :1/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 10:	Kyselina benzoová				
Příjmení a jméno:					List :1/3
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

A) FENYLMAGNESIUMBROMID

Přípravu fenylmagnesiumbromidu (Grignardova činidla) uskutečníme v trojhrdlé baňce o objemu **250 ml** opatřené zpětným chladičem, přikapávací nálevkou a míchadlem poháněným elektromagnetickou míchačkou. Celá aparatura je opatřena chlorkalciovými uzávěry. Do baňky umístíme **0,05 mol** hořčkových hoblin, **13 ml suchého** etheru a zrno jodu. Do přikapávací nálevky nalijeme 0,05 mol brombenzenu a z tohoto množství do reakční směsi přikápneme asi 1/20 brombenzenu. Počkáme až se nastartuje reakce (nemíchat!). Začátek reakce poznáme podle vzniku slabého zákalu, částečného odbarvení a zahřívání reakční směsi. Po zahájení reakce přidáváme za míchání roztok zbylého brombenzenu, ke kterému jsme přidali **20 ml suchého** etheru takovou rychlostí, aby ether mírně vřel. Je-li reakce příliš prudká, chladíme baňku zevně studenou vodou. Po přidání celého množství brombenzenu směs mícháme a zahříváme k mírnému varu až do úplného zreagování hořčíku.

B) KYSELINA BENZOOVÁ

!Práce v digestoři!

Do kádinky s **1 mol** jemně rozdrčeného pevného oxidu uhličitého (suchého ledu) přilijeme za míchání etherický roztok fenylmagnesiumbromidu připraveného podle oddílu A). Až se většina suchého ledu odpaří, přidáme **100 g** ledu a **30 ml** zředěné (**1:1**) kyseliny chlorovodíkové. Za míchání tyčinkou vyčkáme, až se led rozpustí. Takto připravenou směs protřepáváme v dělicí nálevce nejprve etherem (dvakrát po **20 ml** etheru). Etherické extrakty spojíme a opět v dělicí nálevce je promyjeme nejdříve dvakrát **20 ml** vody (vodu odstraníme) a nakonec dvakrát **50 ml**

5 % vodného roztoku hydroxidu sodného. Spojené **vodné alkalické extrakty** povaříme v kádince krátce s aktivním uhlím, zfiltrujeme a ochlazený filtrát okyselíme koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou. Vyloučenou kyselinu benzoovou odsajeme, ještě přímo na filtru dokonale promyjeme vodou a vysušíme při **50 °C** ve vakuové sušárně. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V [cm ³]
brombenzen								
hořčík								
oxid uhličitý								
kyselina benzoová								

K úvaze

1. Proč se příprava Grignardova činidla provádí za vyloučení vzdušné vlhkosti?
2. Co by se stalo, jestliže by se do reakčního prostředí dostala voda před započítím a jestliže po skončení reakce?
3. V čem spočívá aktivace počátku reakce jodem (bromem)?
4. Dalo by se na přípravu Grignardova činidla použít jiné rozpouštědlo než diethylether? Které?
5. Jaký vliv bude mít na průběh reakce použití plynného oxidu uhličitého místo pevného?
6. Co se stane po protřepání etherického roztoku kyseliny benzoové s vodným roztokem hydroxidu sodného?

Úloha 10:	Kyselina benzoová
Příjmení a jméno:	List :2/3

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 11:	Kyselina anthranilová				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

! Práce v digestoři !
!Dodržuj zásady práce s bromem!

V kádince o objemu **150 ml** rozpustíme **14 g** hydroxidu sodného v **80 ml** destilované vody a ochladíme v lázni z acetonu nebo ethanolu a suchého ledu až na teplotu **-5 až 0 °C**. Potom za stálého míchání přidáváme **3,6 ml** bromu po kapkách přímo z odměrného válce. Rychlost přikapávání volíme tak, aby se jednotlivé kapky stačily rozpustit a aby teplota směsi stále zůstávala v rozmezí **0-5 °C**. V míchání pokračujeme dokud se veškerý brom nerozpustí. Mezitím si v kádince o obsahu **150 ml** připravíme suspenzi **10 g** ftalimidu v **15 ml** destilované vody. Kádinku se suspenzí vložíme do chladicí lázně a k suspenzi opatrně přidáváme za stálého míchání roztok prve připravený rozpuštěním bromu ve vodném roztoku hydroxidu sodného. Reakční směs ponecháme v chladicí lázni za stálého míchání ještě **20 minut** po rozpuštění suspenze ftalimidu. Potom kádinku z lázně odstraníme a v příležitostném míchání pokračujeme, dokud reakční směs nedosáhne teploty laboratoře. Dále reakční směs zvolna ohřejeme na **80 °C** a přidáme **8 g** hydroxidu sodného rozdrceného v předehřáté třecí misce. Horký roztok zfiltrujeme do kádinky o obsahu **400 ml**. Po ochlazení filtrát opatrně zneutralizujeme koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou na **pH 7**. Průběh neutralizace sledujeme pH papírkem. Kyselinu anthranilovou vyloučíme z roztoku opatrným přidáním **10 ml** ledové kyseliny octové za intenzivního míchání. Produkt odsajeme, promyjeme malým množstvím ledové vody a překrystalujeme z vody za použití aktivního uhlí. Změříme teplotu tání a stanovíme výtěžek

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
ftalimid								
brom								
kyselina anthranilová								

K úvaze:

1. Hofmannovu odbourávání amidů podléhají pouze primární amidy karboxylových kyselin. Je odbourávání ftalimidu výjimkou?
2. Proč se k vyloučení kyseliny anthranilové používá kyselina octová a nikoli chlorovodíková?
3. Jaký plyn se uvolňuje při přípravě kyseliny anthranilové?
4. Co znamená pojem „ledová“ kyselina octová?

Úloha 11:	Kyselina anthranilová
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 12:	Ethyl-acetát				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do baňky o obsahu **100 ml** nalijeme **0,1 mol** ethanolu a **6 ml** koncentrované kyseliny sírové. Baňku ponoříme do olejové lázně a postavíme aparaturu na přípravu ethylacetátu (viz aparatury). Lázeň začneme vyhřívat na **140 °C**. Mezitím si připravíme esterifikační směs složenou z **0,9 mol** ethanolu a **1 mol** kyseliny octové. Z dělicí nálevky, jejíž konec zasahuje pod hladinu kapaliny v baňce, potom přes Claisenův nástavec přidáme jednorázově **5 ml** této směsi a zbytek esterifikační směsi přidáváme tak rychle, jak rychle destiluje vznikající ester. Surový ester protřepeme třikrát **20 ml 15 %** roztokem uhličitanu sodného, až se již neuvolňují bublinky plynu (pozor-zpočátku se uvolňuje velké množství plynu CO₂). Pak následuje protřepání produktu s **20 ml** nasyceného roztoku chloridu vápenatého a vysušení bezvodým chloridem vápenatým. Surový produkt předestilujeme za použití aparatury s **NZ 14** zábrusy. Sledujeme a zapisujeme teplotní průběh destilace. Stanovíme výtěžek a změříme index lomu.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M _r	T _t [°C]	T _v [°C]	ρ ²⁰ [g/cm ³]	n _D ²⁰	m [g]	V[cm ³]
ethanol								
kyselina octová								
ethyl-acetát								

K úvaze:

1. Proč promýváme surový ester nejprve roztokem uhličitanu sodného, potom nasyceným roztokem chloridu vápenatého?
2. Proč se esterifikační směs musí do reakční baňky přikapávat?
3. Jaký účel má vydestilování vzniklého esteru z reakční směsi?

Úloha 12:	Ethyl-acetát
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 13:	2-Hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzen				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

V kádince o objemu **250 ml** smísíme **0,02 mol** hydroxidu sodného, **0,1 mol** uhličitanu sodného, **0,02 mol** p-kresolu a **60 ml** vody, směs zahříváme (nevařit!) a mícháme v digestoři. Vzniklý roztok potom ochladíme na **0 °C**. V další kádince o objemu **100 ml** si připravíme roztok diazoniové soli. **0,02 mol** o-nitroanilinu důkladně rozmícháme s **5,4 ml** kyseliny chlorovodíkové a přidáme **10 g** ledu. Pak pomalu za míchání přilijeme ochlazený roztok (**0-5 °C**) **1,5 g** dusitanu sodného v **5 ml** vody, který jsme připravili v další kádince o objemu **50 ml**. Za občasného promíchávání ponecháme stát **15 minut**, přičemž kontrolujeme teplotu, aby se pohybovala v rozmezí **0 až 5 °C**. Takto připravenou diazoniovou sůl potom zfiltrujeme přímo do již dříve připraveného roztoku p-kresolátu sodného ochlazeného na teplotu nižší než **10 °C**. Filtrační nálevku **předchladíme** v ledové drti. **Teplotu diazoniové soli během filtrace udržujeme stále v rozmezí 0 až 5 °C** tak, že přímo na filtr ve filtrační nálevce přidáváme kousky ledu. Během filtrace filtrát **neustále intenzivně mícháme** Po přikapání diazoniové soli necháme temně fialovou suspenzi azobarviva stát za laboratorní teploty za občasného míchání. Konec reakce je možné poznat podle toho, že matečný louh, ve kterém plavou shluky barviva, je čirý. Barvivo odsajeme, důkladně promyjeme vodou a rekrystalujeme z ethanolu za použití aktivního uhlí. Čistotu produktu ověříme tenkovrstvou chromatografií na Silufolu.

Vyvíjecí soustava je tvořena směsí **ethyl-acetát - hexan** v poměru **1 : 4**. Vypočítáme retenční faktor a chromatogram nalepíme do protokolu. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M _r	T _t [°C]	T _v [°C]	ρ ²⁰ [g/cm ³]	n _D ²⁰	m [g]	V[cm ³]
hydroxid sodný								
uhličitan sodný								
p-kresolu								
o-nitroanilinu								
dusitan sodný								
produkt			121					

K úvaze:

1. Do jaké skupiny reakcí by jste zařadili diazotaci?
2. Proč provádíme kopulaci v alkalickém prostředí?
3. Proč do kopulačního prostředí přidáváme uhličitan sodný?
4. Do jaké skupiny reakcí by jste kopulaci zařadili?
5. Proč musíme při přípravě diazoniové soli udržovat teplotu v rozmezí **0 až 5 °C**?

Úloha 13:	2-Hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzen
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 14:	2-(2-Hydroxy-5-methylfenyl)benzotriazol				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup A

Ve **150 ml 5%** roztoku hydroxidu sodného rozsuspendujeme za míchání **0,01 mol** 2-hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzenu. K připravené suspenzi přidáme po částech za míchání během **20 minut 0,05 mol** dithioničitanu sodného. Po přidání veškerého množství dithioničitanu pomalu zahřejeme reakční směs k varu a **1 hodinu** refluxujeme. Obsah baňky potom za horka zfiltrujeme s aktivním uhlím, filtrát ochladíme na laboratorní teplotu a nasýtíme plynným oxidem uhličitým z tlakové lahve. Vyloučený produkt odsajeme, dobře promyjeme vodou vysušíme při **95 °C** a rekrystalujeme z toluenu. Změříme teplotu tání získaného produktu a stanovíme výtěžek.

Postup B

13 gramů kvasnic rozmícháme v **50 ml** vlažné destilované vody. K suspenzi přidáme lžičku sacharosu a ponecháme stát **15 až 25 minut**, aby se kvasinky oživily. Mezitím rozpustíme **1,2 g** 2-hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzenu spolu s **1 g** hydroxidu sodného v **60 ml** ethanolu za mírného zahřátí na teplotu **50 °C**. K takto získanému roztoku pak přilijeme suspenzi kvasnic. Necháme míchat za laboratorní teploty **30 až 45 minut**. Potom reakční směs zahřejeme na **80 °C** a v míchání pokračujeme **2 až 3 hodiny**, dokud se zbarvení reakční směsi nezmění z červené na hnědou. Suspenzi pak necháme usadit a zfiltrujeme ji na fritě přes mořský písek. Filtrát ještě přefiltrujeme přes filtrační papír, okyselíme zředěnou (**1 : 1**) kyselinou chlorovodíkovou a opět přefiltrujeme přes skládaný filtr. Vzniklou směs extrahujeme ethyl-acetátem. Po rozdělení emulze organickou vrstvou vysušíme bezvodým síranem sodným. Roztok zahustíme na rotační vakuové odparce. Po ochlazení vyloučený žlutý produkt odsajeme na filtrační jehle a rekrystalujeme z toluenu.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
výchozí látka								
dithioničitan sodný								
produkt								
výchozí látka								
produkt			129-131					

K úvaze:

1. Proč sytíme reakční směs po skončení reakce oxidem uhličitým?

Úloha 14:	2-(2-Hydroxy-5-methylfenyl)benzotriazol
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 15:	Kyselina 2-chlorbenzoová				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

V kádince **400 ml** smísíme **0,025 mol** kyseliny anthranilové se **7 ml** koncentrované kyseliny chlorovodíkové a rozmícháme. Pak přidáme **20 gramů** ledu. Jakmile klesne teplota pod **3 °C**, začneme přikapávat ochlazený roztok (**0-5 °C**) **0,025 mol** dusitanu sodného v **5 ml** destilované vody. Směs neustále promícháváme a teplotu udržujeme v rozmezí **0 až 5 °C**. Průběh tvorby diazoniové soli indikujeme jodidoškrobovým papírkem v intervalu asi 20 min.. Dále si připravíme roztok **0,025 mol** chloridu měďného v **15 ml** koncentrované kyseliny chlorovodíkové. Roztok ochladíme na teplotu **0 °C** a pomalu za intenzivního míchání jej opatrně přilijeme k roztoku diazoniové soli v kádince o objemu **400 ml**. Reakce probíhá velmi intenzivně a směs silně pění. Reakční směs potom necháme stát **1 hodinu** za občasného promíchání. Vyloučenou kyselinu 2-chlorbenzoovou odsajeme, promyjeme malým množstvím studené vody a překrystalujeme ze směsi voda - ethanol v poměru **2 : 1** za přidavku aktivního uhlí. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
kyselina anthranilová								
dusitan sodný								
chlorid měďný	Cu ₂ Cl ₂							
k. 2-chlorbenzoová								

K úvaze:

1. Proč musíme při přípravě diazoniové soli udržovat teplotu v rozmezí **0 až 5 °C**?
2. Do jaké skupiny reakcí byste přípravu kyseliny 2-chlorbenzoové zařadili?
3. Co je principem indikace konce reakce jodidoškrobovým papírkem?
4. Jaký plyn se uvolňuje při přípravě kyseliny 2-chlorbenzoové?

Úloha 15:	Kyselina 2-chlorbenzoová
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 16:	Aminolýza 1-chlor-2,4-dinitrobenzenu				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

K **0,0075 mol** 1-chlor-2,4-dinitrobenzenu přidáme **20 ml** ethanolu a **0,015 mol** aromatického aminu. Reakci provedeme s anilinem a anisidinem. Reakční směs refluxujeme na vodní lázni po dobu **15 minut**, potom směs ochladíme, vyloučený surový produkt odsajeme a rekrystalujeme z ethanolu za použití aktivního uhlí. O čistotě obou produktů se přesvědčíme chromatografií na tenké vrstvě na materiálu Silufol. Malé množství obou produktů odděleně rozpustíme v acetonu na kapkovací destičce a kapilárou nanese na kraje chromatografické destičky, doprostřed dáme směsný vzorek obou aminů. K vyvíjení použijeme směs **ethyl-acetát – hexan** v poměru **1 : 4**. Vypočítáme hodnoty R_F , chromatogram nalepíme do protokolu. Stanovíme výtěžky a změříme teploty tání. Do závěru uveďte správné názvy obou produktů.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
anilin								
p -anisidin								
1-chlor- -2,4-dinitrobenzen								
produkt reakce s anilinem			156					
produkt reakce s p -anisidinem			142					

K úvaze:

1. Do jaké skupiny reakcí byste zařadili aminolýzu ?
2. Který z použitých aminů bude v tomto případě reaktivnější a proč ?
3. Jak byste správně nazvali vzniklé produkty ?
4. Co je to retenční faktor (R_F) ?

Úloha 16:	Aminolýza 1-chlor-2,4-dinitrobenzenu
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

Úloha 17a:	Extrakce rostlinných barviv na Soxhletově extraktoru				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

V mixéru rozmělníme **10 g** čerstvého zeleného rostlinného materiálu, přidáme **1 g** práškovitého uhličitanu vápenatého a jemně rozetřenou hmotu napěchujeme do extrakční patrony. Patronu umístíme do **Soxhletova** extraktoru. Do baňky o obsahu **250 ml** nalijeme **150 ml** acetonu, přidáme varné kamínky a extrahujeme po dobu asi **2 hodin**. Acetonový extrakt potom pečlivě vysušíme bezvodým síranem sodným, sušidlo odfiltrujeme a filtrát zahustíme na rotační vakuové odparce na poloviční objem. Extrakt nanese kapilárou na silufolovou desku tak, že vytvoříme na startu silufolu souvislou vodorovnou čáru. Vzorek alespoň 2x převrstvíme. Chromatogram vyvineme ve směsi **petrolether – isopropylalkohol – voda** v poměru **100 : 10 : 0,25**. Při dobrém rozdělení je na chromatogramu vidět sedm barevných čar. Chromatogram nalepíme do protokolu do sekce pozorování.

β–karoten
feofytin
chlorofyl α
chlorofyl β
lutein
violaxanthin
neoxanthin
<i>start</i>

K úvaze:

1. Jak lze poznat, že extrakce je již skončená?

Úloha 17a:	Extrakce rostlinných barviv na Soxhletově extraktoru
Příjmení a jméno:	List :2/2

Pozorování:

Závěr:

Úloha 17b:	Izolace trimyristinu z muškátového oříšku				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do baňky o obsahu **100 ml** nasypeme **4 g** mletého muškátového oříšku, přidáme **20 ml** ethanolu, opatříme zpětným chladičem a 60 minut refluxujeme. Vyextrahovaný trimyristin oddělíme od ostatních pevných zbytků filtrací za sníženého tlaku (odsáváním). Filtraci provádíme na horké aparatuře, protože trimyristin z chladného ethanolu vykrytalizovává. Rozpouštědlo odpaříme na rotační vakuové odparce, zbytek za horka pod chladičem rozpustíme v **5 ml** acetonu. Směs **nesmí vařit** a stěny baňky se **nesmí dotýkat** zahřívacího média. Roztok necháme pomalu ochladit na teplotu laboratoře a pak ho ponoříme do ledové tříště. Produkt odsajeme a sušíme při laboratorní teplotě. Zvážíme a stanovíme teplotu tání.

Trimyristin existuje ve třech polymorfních formách.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
nestálá forma produktu			32,1					
nestálá forma produktu			41,8					
stálá forma produktu			56,5					

Úloha 17b:	Izolace trimyristinu z muškátového oříšku
Příjmení a jméno:	List :2/2

Pozorování:

Závěr:

Úloha 18:	1,2,3,4,6-Penta-<i>O</i>-acetyl-β-D-glukopyranosa				
Příjmení a jméno:					List :1/2
Datum práce:		Hodnotil:		Hodnocení:	A B C D E F
Poznámky:					

Postup:

Do dvouhrdlé baňky o obsahu **100 ml** vpravíme teflonové míchadlo, **0,04 mol** taveného octanu sodného a **25 ml** acetanhydridu. Ihned začneme míchat míchadélkem, poháněným elektromagnetickou míchačkou. Připravenou reakční směs zahřejeme na teplotu **70 °C**. Hned přidáme **0,03 mol** glukosy a zahříváme pod zpětným chladičem za stálého míchání po dobu 1 hodiny. Teplotu reakční směsi udržujeme na **100 °C**. Z počátku je reakce velmi exotermická, a proto je třeba pečlivě sledovat teplotu a včas zabránit přehřátí reakční směsi. Poté směs nalijeme na ledovou tříšť tvořenou **100 g** ledu a **50 g** vody a látku necháme vykristalovat. Po rozpuštění ledu surový produkt odsajeme, promyjeme **25 ml** vody a důkladně zbavíme vody. Rekrystalujeme ze **100 ml** cca **60 %** ethanolu s použitím aktivního uhlí a po důkladném odsátí sušíme ve vakuové sušárně. Stanovíme výtěžek a teplotu tání.

Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M_r	T_t [°C]	T_v [°C]	ρ^{20} [g/cm ³]	n_D^{20}	m [g]	V[cm ³]
octan sodný								
acetanhydrid								
glukosa								
produkt			131-132					

Úloha 18:	1,2,3,4,6-Penta-<i>O</i>-acetyl-β-D-glukopyranosa
Příjmení a jméno:	List :2/2

Mechanismus (schéma) reakce:

Výpočty:

Pozorování:

Závěr:

