

INFORMACE PRO STUDENTY

Laboratorní cvičení z organické chemie začíná dle rozvrhu v týdnu od 21.9.2009.

Všechny neúčasti je potřeba mít omluvené v ISu. Náhrada cvičení (pro neúčast ze zdravotních důvodů) bude možná po domluvě i během semestru, náhrada cvičení z důvodu nepřipravenosti bude možná pouze v posledním týdnu semestru. Pokud přijde student do laboratoře třikrát nepřipraven, nebude mu už umožněno absolvovat další úlohy a bude si muset předmět zapsat opakovaně.

V prvním týdnu proběhne jednak školení bezpečnosti (**účast na školení bezpečnosti je pro všechny posluchače povinná**), bude podána informace o organizaci laboratorního cvičení a **bude již zahájena práce v laboratoři úlohou číslo 13** (návod k laboratorní úloze naleznete na následujících třech stranách). Nachystejte se na první laboratorní cvičení, a to tak, že si vyplníte tabulku fyzikálně chemických vlastností látek, se kterými budete pracovat, napíšete mechanismus reakce (diazotace a kopulace, je potřeba pracovat s literaturou), uvedete výpočty navážek výchozích látek a výpočet teoretického výtěžku produktu.

Kromě toho si pečlivě prostudujte Laboratorní řád a materiály v souborech Jak pracovat v laboratoři z organické chemie a Pokyny k teoretické přípravě (vše ve studijních materiálech předmětu).

Na první cvičení je nezbytně nutné si vzít již laboratorní plášť a přezůvky, ochranné brýle jsou součástí každého laboratorního stolu a není nutné si brát vlastní. Doporučujeme si vzít jednorázové ochranné rukavice.

V ISu na stránkách předmětu ve složce studijní materiály a souboru Návody a protokoly najdete v PDF návody ke stažení, ke všem úlohám, které se v laboratoři z organické chemie vyučují, a to pro všechny obory (chemické a biologické). Tyto návody slouží současně i jako protokoly, takže každý student si vytiskne návod k příslušné úloze, doma si udělá přípravu na cvičení a v průběhu laboratorního cvičení doplní část *pozorování a závěr* a po skončení cvičení protokol odevzdá vedoucímu cvičení.

Kdo by si chtěl již předem návody vytisknout, upozorňuji, že není nutné tisknout celý soubor, ale pouze úlohy, které se budou v daném semestru vyučovat.

V souboru Návody a obrázky aparatur potom najdete úlohy, které jsou aktivní a které se budou vyučovat, ostatní jsou „zamknuté“ a nelze s nimi pracovat. Zde si potom můžete prohlédnout i obrázky aparatur, které budete sestavovat a se kterými je nutné se před vstupem do cvičení důkladně seznámit, jakož i s laboratorní technikou. **Na první cvičení k úloze číslo 13 se seznámte s principem TLC chromatografie na Silufolu a s principem a aparaturou k přečišťování krystalických látek rekrystalizací.** Skripta s laboratorní technikou lze zakoupit za cenu 80,- Kč v pavilonu A10 místnost 115 u Dr. Janků v těchto termínech:

Úterý 15.9. 9-12 hod.

Pátek 18.9. 9-12 hod.

nebo přímo ve cvičení v týdnu od 21.9.2009

Pro ty, kteří by si chtěli již teď návody s protokoly vytisknout uvádím níže seznam úloh, které budete ve cvičení provádět.

Seznam úloh:

C3060

1a, 5, 6a, 7, 8a, 8b, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16, 18

C3070

5, 7, 10, 11, 12, 13

Těším se na osobní setkání s Vámi a přeji krásný zbytek prázdnin
S pozdravem Slávka Janků

Úloha 13:		2-Hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzen			
Příjmení a jméno:					List :1/3
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 občasných 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 občasných 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					

DOPLNIT TABULKU A UVÉST MECHANISMUS REAKCE

Mechanismus (schéma) reakce:

Úloha 13:	2-Hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzen
Příjmení a jméno:	List :2/3

Výpočty:

**VÝPOČET NAVÁŽEK JEDNOTLIVÝCH VÝCHOZÍCH LÁTEK A VÝPOČET
TEORETICKÉHO VÝTĚŽKU PRODUKTU**

ZODPOVĚDĚT OTÁZKY

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 :3/3

Pozorování:

Závěr: