Návody na laboratorní cvičení z předmětu Chemie organická (ACA03E)

ZÁKLADY BEZPEČNOSTI PRÁCE V CHEMICKÉ LABORATOŘI

Před zahájením práce jsou všichni studenti povinni seznámit se s bezpečnostními a požárními předpisy vyvěšenými v laboratoři a dodržovat je. Každý, kdo v laboratoři pracuje, musí postupovat tak, aby neohrozil sebe ani své kolegy. Nejdůležitější zásady bezpečné práce v laboratoři jsou uvedeny v normě ČSN 01 8003 (Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích).

V chemické laboratoři je povoleno vykonávat pouze práce, které jsou náplní laboratorních cvičení, a studenti jsou tak povinni řídit se pokyny vyučujícího a vykonávat pouze takové úlohy, které jsou schváleny nebo nařízeny vyučujícím.

Studentům je umožněn vstup do laboratoře pouze ve vhodné pracovní obuvi, příp. pracovním plášti. Student musí mít své osobní ochranné pomůcky (brýle, rukavice).

Každý student je na začátku semestru proškolen v bezpečnosti práce v laboratoři, což stvrdí vyučujícímu podpisem na příslušném formuláři, který je následně uložen k archivaci. Každý student pracuje pouze na zadaných úkolech a na cvičení přijde teoreticky připraven.

Student neprodleně nahlásí vyučujícímu veškeré zjištěné závady a je povinen ho informovat o jakémkoliv zranění či nehodě.

V laboratoři je zakázáno jíst, pít a kouřit. Je zakázáno přenášet či jinak manipulovat s vybavením laboratoře a přístroji a z laboratoře vynášet chemikálie či pomůcky. Při práci s analytickými přístroji a ostatními pomůckami je nutné dodržovat pokyny výrobce nebo vyučujícího.

Při práci s těkavými látkami, rozpouštědly či s látkami, u kterých je riziko úniku škodlivin do ovzduší, je nutné pracovat v digestoři s účinným odsáváním a spuštěnými ochrannými skly.

Žíraviny a jedy zásadně nepipetujeme ústy, stejně tak jako se žádná chemikálie neochutnává. Pokud jsou tyto látky v pevném stavu, pak musí být nabírány lopatkami, laboratorními lžičkami či kopistmi z odolných materiálů, které s těmito látkami nereagují.

Rozpouštěním nebo ředěním žíravin se uvolňuje teplo, a proto musí být rozpouštěny po částech nebo za stálého míchání a chlazení. Pokud dojde k rozlití kyseliny, je nutno ji ihned spláchnout vodou, případně neutralizovat sodou a opláchnout, v případě rozlití zásady ji ihned spláchne vodou. Při ředění kyselin se vždy přilévá kyselina do vody.

Zapálené hořáky kahanů není povoleno ponechat bez dozoru. Prošlehne-li plamen dovnitř kahanu (kahan „hoří uvnitř“), nebo „ulétne-li“ plamen (ucházel by plyn), je třeba okamžitě uzavřít přívod plynu a kahan seřídit.

K utajenému varu, ke kterému může dojít při zahřívání kapalin, je nutné předejít použitím

varných kamínků. Při zahřívání se musí ústí nádob (zkumavky, baňky) udržovat odvráceně od sebe a dalších pracovníků.

Do laboratorních výlevek se nesmějí vylévat rozpouštědla, která se nemísí s vodou, jedy, výbušné látky nebo látky uvolňující jedovaté či dráždivé plyny a kyseliny a hydroxidy s vysokou oxidací. Tyto látky se shromažďují do předem určených a označených nádob. Kyseliny a hydroxidy je možno vylévat do odpadu pouze po dostatečném naředění. Odpad pevného charakteru se třídí na skleněný a neskleněný a pak se vyhazuje do odpadkových košů na něj určených.

Před odchodem z laboratoře studenti uvedou svoje pracovní místo do původního stavu, elektrické přístroje vypnou ze sítě, řádně si umyjí ruce a přesvědčí se, zda jsou uzavřeny přívody plynu a vody a vypnuty elektrické přístroje; pracovní místo je pak předáno vedoucímu cvičení.

Stanovení destilační křivky směsi kapalin.

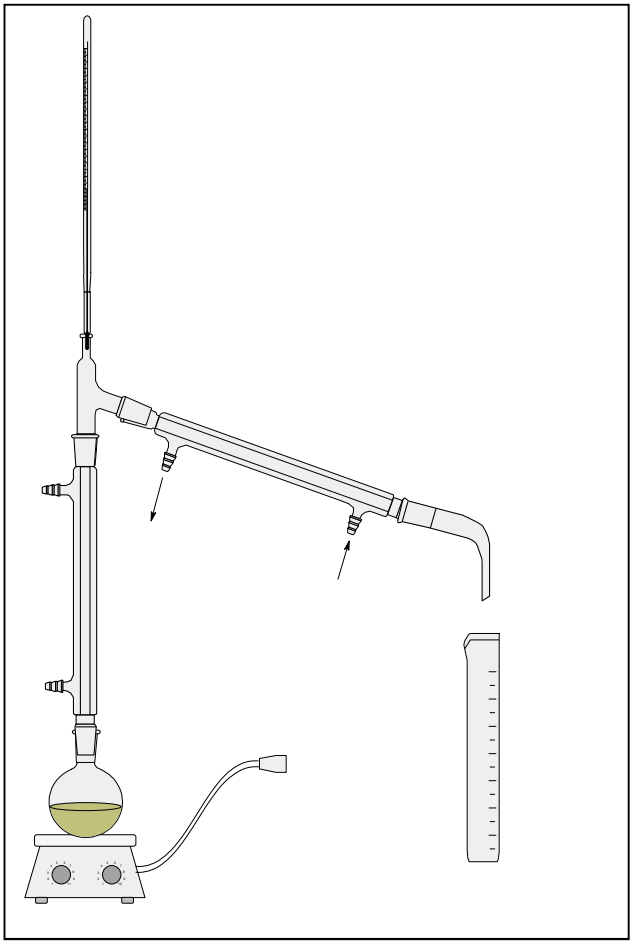
Úvodem

Z přírodních surovin jsou v průběhu výroby ethanolu (někdy i jiných rozpouštědel) získávány různé roztoky těchto látek (směsi s vodou), které obsahují větší či menši procentický podíl vody. Běžné zkvašené cukerné roztoky obsahují 7 - 14 % ethanolu, technické, promývací kapaliny, použité při čištění některých chemických produktů mají obsah rozpouštědel odlišný, vyšší i nižší.

Úkol

Vaším úkolem je zjistit počáteční koncentraci rozpouštědla ve vzorku, pokusit se stanovit jeho teplotu varu, vydestilovat ho co největší množství a stanovit výtěžek této čistící operace.

Postup



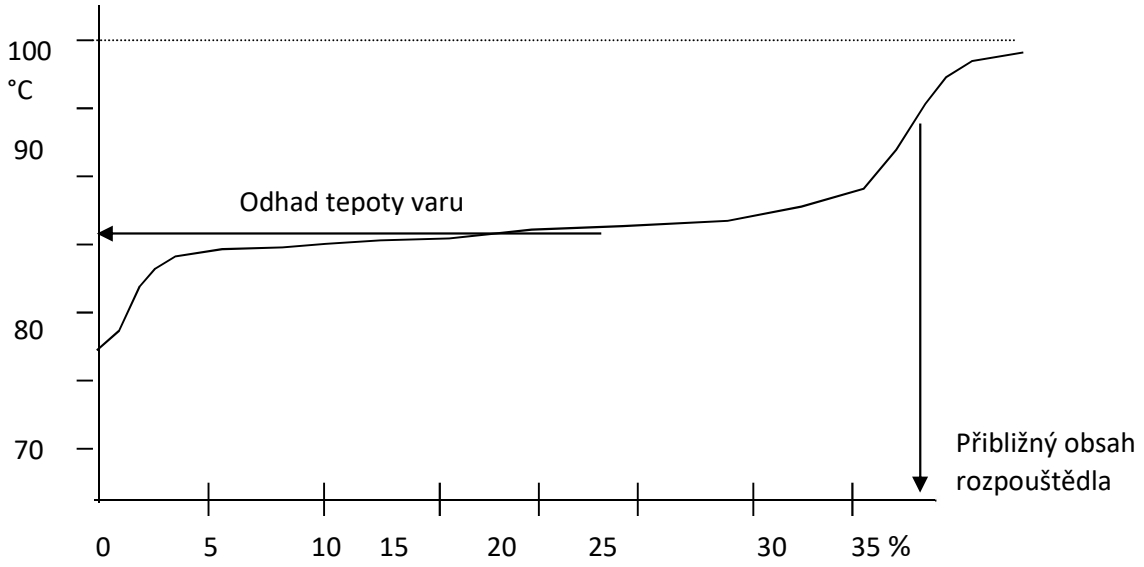
Do 500 ml zábrusové baňky odměřte přesně 300 ml vzorku. Přidejte varný kamínek a baňku po upevnění do vzdušné lázně (asi 0,5 cm nad síťku) opatřete destilačním nástavcem v podobě krátkého Liebigova chladiče. Teprve na ten připojte chladič sestupný, chlazený vodou a opatřený teploměrem. Části aparatury se podle možnosti a vybavení laboratoře budou možná měnit, sledujte instruktáž. Po zapojení vody a pečlivé kontrole aparatury zapalte kahan a začněte zahřívat. Bedlivě sledujte teploměr a zaznamenejte jeho údaj v okamžiku, kdy první kapka skápne do destilační předlohy (odm. Válec). Dále zaznamenávejte teplotu na teploměru po nadestilování každých 15 ml (5 % původního vzorku). Údaje sestavte do tabulky a sestrojte graf. Z grafu pak odvoďte (interpolujte) procentický obsah rozpouštědla ve vzorku. Destilujte tak, aby rychlost destilace nepřekročila 2-3 kapky za sekundu.

Jakmile se teplota na teploměru ustálí na cca 100° C (nebo na hodnotě blízké tomuto údaji), nadestilujte nanejvýš dalších 45 ml (15 % vzorku) a destilaci ukončete.Po ukončeni práce aparaturu rozeberte a destilační zbytek vylijte.

Úkoly

- Ze zaznamenaných údajů teploty a objemu destilátu sestrojte graf.
- Z grafu odhadněte teplotu varu a přibližný obsah rozpouštědla

Ukázka grafu



Příprava jodoformu.

Úvodem

Jodoform, nazývaný též **trijodmethan**, je organická žlutá krystalická látka, která se hojně používá v lékařství jako desinfekce. Její vzorec je CHI_3. Vzniká například reakcí ethanolu s jódem v přítomnosti zásady. Má antiseptické (dezinfekční) vlastnosti.

Princip

Jodoform lze připravit stejně jako ostatní haloformy reakcí halogenu s látkou, která má koncovou CH3CO- nebo CH3CH(OH)- skupinu v alkalickém prostředí. Reakce probíhá podle rovnice :

$CH3\ CH2\ OH + 4\ I2 + 6\ Na2CO3 + H2O \rightarrow 5\ NaI + CHI_3 + HCOONa + 6\ NaHCO3$

Úkol

Připravte jodoform reakcí ethanolu s jodem v prostředí uhličitanu sodného.

Postup

Do 250 ml kuželové baňky předložte 10 g uhličitanu sodného v 50 ml vody. Přidejte 10 ml ethanolu a zahřejte na vodní lázni na teplotu 70 - 80 °C. Za stálého míchání přidejte postupně 5 g jódu. Po vymizení hnědé barvy baňku ochlaďte. Vykrystalizovaný jodoform odsajte na Büchnerově nálevce.

Příprava esterů – esterifikace.

Úvod
Estery jsou organické sloučeniny, ve kterých je -OH skupina karboxylové kyseliny nahrazena organickým zbytkem vzniklým z alkoholu po odštěpení vodíku z OH skupiny. Na estery se dá pohlížet také jako na alkoholy, ve kterých je vodík nahrazen acylovou skupinou. Z názvoslovného hlediska se používá ještě jiné formální odvození, náhrada atomu vodíku karboxylové skupiny uhlovodíkovým zbytkem.

Nejčastějšími estery jsou estery karboxylových kyselin. Mohou ale být odvozeny i od anorganických kyselin.

Esterifikace:
Estery jsou funkční deriváty karboxylových kyselin. Připravují se reakcí karboxylových kyselin s alkoholy nebo fenoly. K přípravě esterů je vhodné použít vyšší alifatické kyseliny nebo aromatické kyseliny, aby vznikly produkty s charakteristickými vůněmi.

Při esterifikaci za určitou dobu nastane rovnovážný dynamický stav, kdy je reakční rychlost v obou směrech stejná. Aby reakce probíhala ve prospěch esterů, musí se porušit rovnovážný stav např. tak, že se vzniklý ester nebo voda odstraňuje. Má-li ester nižší bod varu, pak se prostě oddestiluje. Pro urychlení reakce se přidávají katalyzátory, například koncentrovaná kyselina sírová, nebo se do směsi alkoholu a kyseliny zavádí chlorovodík. Přidá-li se koncentrovaná kyselina sírová ve větším množství, převezme ještě další úkol, totiž váže vznikající vodu, a tím se výrazně ovlivní průběh reakce ve prospěch esterů.

Úkol
Připravte estery dle pokynů vyučujícího

Postup
Příprava 3-methylbutyl-acetátu
Do Erlenmayerovy baňky se 4 ml koncentrované kyseliny sírové přidávejte opatrně po dávkách 4 ml 3-methylbutan-1-olu. Pak přidejte 5 ml ledové octové kyseliny a slabě zahřejte, až cítíte vůni esteru po zralých hruškách nebo banánech. Po vlití obsahu baňky do kádinky s vodou olejové kapky esteru zůstávají na povrchu.

Příprava ethyl-benzoátu z benzoové k. a ethanolu
Ve zkumavce zahřívejte 0,5 g kyseliny benzoové se 2 ml ethanolu a 2 kapkami konc. kyseliny sírové. Ucítíte charakteristickou vůni ethylesteru kyseliny benzoové.

Ethylester kyseliny mravenčí (ethyl-formiát) – z ethanolu a mravenčí k. – rumová vůně – užívá se
jako umělé rumové aroma.

Butyl-acetát a isobutyl-acetát – z butanolu a z octové k., voní silně po ovoci .
Pentyl-acetát a isopentyl-acetát – z pentanolu a z octové k. – zředěné estery voní po hruškách a ovoci.

Methylester kyseliny máselné – z methanolu a máselné k., připomíná vůni renety.
Ethylester kyseliny máselné – z ethanolu a máselné k., má charakteristickou vůni ananasů.
Pentyl-butyrát a isopentyl - butyrát – z pentanolu a máselné k., voní po hruškách.
Methyl- benzoát a ethyl-benzoát – z ethanolu a benzoové k., voní po balzámu.
Pentyl-benzoát a isopentyl-benzoát – voní po jeteli a ambře.
Ethyl-salicylát – připomíná vůní silici libavkovou.
Pentyl-salicylát - voní silně až nepříjemně po orchidejích.

Zmýdelnění esterů
Ve zkumavce rozmíchejte několik kapek ethyl-acetátu s vodou a rozdělte připravenou směs do dvou zkumavek. Do první zkumavky dejte několik kapek nasyceného roztoku hydroxidu sodného a do druhé zkumavky dejte stejné množství konc. kyseliny sírové. Zkumavky zazátkujte a třepejte. Podle vymizení vůně určete, ve které zkumavce proběhne zmýdelnění rychleji.

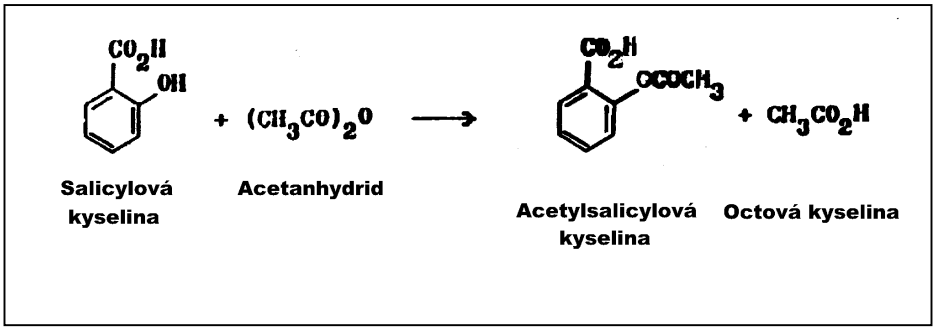
Acetylsalicylová kyselina – aspirin

Úvod

Acetylsalicylová kyselina (lat. acidum acetylsalicylicum) je aromatická karboxylová kyselina, derivát salicylové kyseliny. Za normální teploty je to bílá krystalická látka, mírně rozpustná ve vodě na slabě kyselý roztok. Používá se k léčbě bolesti (analgetikum), proti horečce (antipyretikum) a potlačuje zánět (antiflogistikum). Byla první látkou z takzvaných nesteroidních antiflogistik. Snižuje agregaci (shlukování) krevních destiček, čehož se rovněž využívá k léčbě (antiagregans). Je nejstarším synteticky připraveným léčivem, běžně používaným např. pod obchodními názvy Aspirin, Acylpyrin, Anopyrin aj.

Princip:

Hydroxyl fenolických látek se snadno esterifikuje účinkem anhydridů kyselin. Příkladem této reakce je přípravo acetylsalicylové kyseliny (běžná jako léčivo Acylpirin, aspirin).



Chemikálie:

acetanhydrid

salicylová kyselina

kyselina fosforečná

Úkol

Připravte acetylsalicylovou kyselinu reakcí salicylové kyseliny a anhydridu octové kyseliny

Postup

Ve 100 ml baňce smíchejte 4 g salicylové kyseliny s 10 ml acetanhydridu, přidejte 10 kapek kyseliny fosforečné a směs zahřívejte pod zpětným chladičem na vroucí vodní lázni 1/2 hodiny. Potom odstraňte lázeň a přidejte chladičem 4 ml vody, čímž se nadbytek acetanhydridu rozloží a reakčním teplem začne obsah baňky vřít. Jakmile je rozklad ukončen, přidejte 4O ml vody, přelejte do kuželové baňky a ochlaďte tekoucí vodou. Krystalisaci reakční směsi podporujte třením tyčinky o stěnu baňky. Potom přidejte ještě 25 ml vody, vyloučeny produkt odsajte a usušte na vzduchu. Vypočtěte výtěžek reakce!

Důkaz kvality acetylsalicylové k.

Princip:

Důkaz kvality kyseliny acetylsalicylové se zakládá na specifické reakci fenolického hydroxidu s chloridem železitým. Zatím co surovina, kyselina salicylová, poskytuje positivní reakci svým volným hydroxylem, produkt, kyselina acetylsalicylová reakci neposkytuje.

Postup

Do zkumavky vneste salicylovou k. v množství, odpovídajícím cca třem zápalkovým hlavičkám. Do druhé zkumavky vneste přibližně stejné množství vašeho produktu. Do obou zkumavek vlijte asi 1/2 objemu vody a obě suspenze intenzivně třepte několik sekund. Pak do obou zkumavek přidejte po 3-5 kapkách roztoku chloridu železitého. Porovnejte zbarvení a předveďte vyučujícímu. V případě silně znečištěného produktu stanovte ještě jeho bod tání.

Do protokolu napište rovnici reakce salicylové k. s chloridem železitým.

Rostlinná barviva - chromatografické dělení na tenké vrstvě.

Úvod

Rostliny obsahují mnoho různých látek schopných absorbovat záření ve viditelné oblasti spektra elektromagnetické sluneční radiace. Souborně se tyto látky označují jako barviva či pigmenty, protože působí zbarvení rostlin. Chemicky i funkčně jsou barviva velmi různorodá. Jejich společným a charakteristickým rysem je větší počet konjugovaných dvojných vazeb v molekule. Chemicky tyto látky patří nejčastěji do skupiny cyklických nebo lineárních tetrapyrolů, karotenoidů a flavonoidů, často se vážou s proteiny, s cukry nebo s ionty kovů.

Princip

Zelené,resp. žlutě, oranžově zbarvené části rostlin mohou obsahovat různá množství karotenoidních a pyrrolových barviv, která se dají separovat adsorpční chromatografií na tenké vrstvě. Barviva se extrahují směsí polárního rozpouštědla - acetonu a dělí se na tenké vrstvě silikagelu. Výběrem vhodné vyvíjecí soustavy lze rozdělit jednotlivá barviva karotenoidního charakteru a oddělit je od barviv pyrrolových. Barevné skvrny jednotlivých barviv se mohou eluovat do ethanolu a identifikovat proměřením absorpčních spekter.

Úkol

Separujte rostlinná barviva a pokuste se je na základe R_f určit

Postup

Asi 5 g zelených listů (jakékoliv rostliny) nařezaných nožem z nerezové oceli rozetřete ve třecí misce s trochou mořského písku. Směs před rozetřením navlhčete důkladně 2x acetonem (cca 10 ml a podruhé 10 ml). Homogenát potom převeďte do zábrusové Erlenmayerovy baňky o obsahu 250-300 ml, přidejte 25 ml petroletheru a po uzavření zátkou třepejte po dobu asi 10 minut. Dávejte při tom pozor na oheň! Pracujete s nebezpečnou hořlavinou.

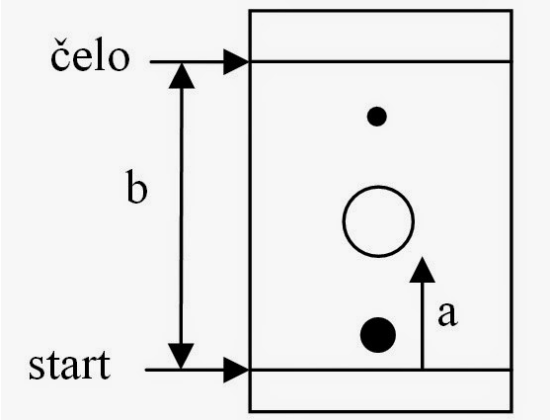
Poté dolijte baňku destilovanou vodou tak, aby hladina dosahovala asi 1 cm pod hrdlo. Ponechte cca 10-15 minut. Po rozpuštění acetonu ve vodě získáte jako horní vrstvu petroletherový extrakt rostlinných barviv, který je nutno oddělit v dělící nálevce (postup bude předveden vyučujícím).

Do vyvíjecí komory (kádinky) nalijte cca 0,5 cm na výšku vyvíjecí soustavy petrolether - benzen - ethanol (10:10:1) a komoru zakryjte Petriho miskou. Na proužek desky Silufol, odstřižený tak, aby se celý vešel do vyvíjecí komory, si vyznačte asi l, 5 cm od dolního okraje (start) měkkou tužkou a na něj naneste mikropipetou resp. kapilárou dvakrát 3-5 kapek petroletherového extraktu barviv. Proužek vložte do chromatografické komory, zakryjte ji Petriho miskou a ponechte vyvíjecí soustavu vzlínat. Jakmile se čelo rozpouštědla přiblíží na vzdálenost asi 2 cm od horního okraje proužku Silufolu, vyjměte jej z chromatografické komory

a obyčejnou tužkou ihned označte místo, kam až došlo čelo rozpouštědla (čelo). Poté zakreslete jemně (!) do povrchu proužku obrysy jednotlivých skvrn barviv. Zakreslete jejich středy a změřte vzdálenosti v mm, které středy jednotlivých látek urazily od startu a rovněž zaznamenejte vzdálenost, kterou urazilo čelo rozpouštědla od startu.

Vypočítejte R_f hodnoty jednotlivých látek.

$R_f = a / b$



Barvivo	**retenční faktor**
all-trans-beta-karoten	1,00
lutein	0,15
feofytin	0,47
violaxantin	0,07
chlorofyl A	0,35
neoxantin	0,00
chlorofyl B	0,25