

**Téma: Oxidace a redukce**

**Úkol: Proved'te redukci nitrobenzenu na anilin železem v kyselém prostředí**

**Postup:**

- 1) Do zkumavky umístěné ve zkumavkovém držáku předložte jednu malou lžičku železných pilin, ke které přidejte cca 4 cm<sup>3</sup> vody a nakonec 2 cm<sup>3</sup> konc. kyseliny chl o vodíkové a obsah zkumavky protřepete.
- 2) Následně do zkumavky přidejte jednu kapku nitrobenzenu a průběžně protřepávejte.
- 3) Zkumavku vložte asi na 3 - 5 min. do vroucí vodní lázně.
- 4) Obsah zkumavky opatrně neutralizujte 5% roztokem hydroxidu sodného na univerzální pH papírek.
- 5) Obsah zkumavky vytřepete s 2 cm<sup>3</sup> toluenu.
- 6) Toluenový roztok naneste společně se standardy (nitrobenzen, anilin) na tenkou vrstvu silikagelu.
- 7) Tenkou vrstvu vložte do chromatografické komory a vyvíjejte toluenem.
- 8) Detekci proved'te pod UV lampou při vlnové délce 252 nm a proved'te vyhodnocení průběhu reakce.

**Otázky a úkoly:**

Napište reakci redukce nitrobenzenu

Popište podstatu přeměny nitrobenzenu na anilin.

Uved'te jiné typy redukčních činidel, používaných při redukci nitrobenzenu.

**Téma: Elektrofilní aromatická substituce**

**Úkol: Z výchozích látek - anilinu a 2 - naftolu připravte 1 - fenylazo -2 - naftol**

**Postup:**

1/V kádince 250 cm opatrně smíchejte 2,5 g anilinu, 8 cm konc. kyseliny chlorovodíkové a 8 cm vody, kádinku vložte do porcelánové misky a obložte ledem až teplota roztoku dosáhne cca 5° C.

2/ Do směsi v kádince postupně přidávejte za míchání roztok 2 g dusitanu sodného v 10 cm vody, vzniká benzendiazonium-chlorid, teplota směsi by neměla překročit 10° C (v případě, že tato situace nastane, je třeba ke snížení teploty přidat do reakční směsi kousky ledu).

3/ Průběh reakce kontrolujte univerzálním pH papírkem ajodidoškrobovým papírkem. Reakce je ukončena, je-li pH papírek stále červený a jodidoškrobový papírek ztmavne.

4/ Do kádinky 250 cm předložte 23 cm 10 % roztoku hydroxidu sodného a rozpust'te v něm 3,9 g 2-naftolu.

5/ Roztok 2- naftolu umístěte do porcelánové misky a obložte ledem, teplota roztoku by měla

dosahovat maximálně 5°C .

6/ Do roztoku 2- naftolu přidávejte po malých dávkách za míchání ochlazený roztok benzendiazonium-chloridu. Z reakční směsi se postupně vylučuje červený produkt (1-fenylazo-2- naftol).

7/ Dávkování diazoniové soli kontrolujte pomocí univerzálního pH papírku (musí být modrý) a papírku s alkalickým 2-naftolem). Teplota by neměla přestoupit hranici 10 C, jinak je třeba přidat do reakční směsi led.

8/ Kádinku s produktem po ukončení reakce ponechte cca 10 min. v ledové lázni.

9/ Vyloučený produkt oddělte filtrací na Büchnerově nálevce a látku na filtru několikrát promyjte vodou.

10/ Produkt vysušte filtračním papírem a posléze při nízké teplotě v sušárně, vypočtete výtěžek reakce.

11/ Malé množství produktu rozpustíte v toluenu, naneste na tenkou vrstvu silikagelu a vyvíjejte v chromatografické komoře toluenem společně se standardy (1-fenylazo-2-naftol, 2- naftol), po detekci nitrózními plyny a amoniakem vyhodnoťte kvalitu produktu.

### ***Otázky a úkoly:***

Napište reakci anilinu a 2 - naftolu

Uveďte, z jakého důvodu se reakce diazoniové soli s naftolem provádí v alkalickém prostředí.

Popište a vysvětlete průběh interakce diazoniového kationtu s 2-naftolem z hlediska umístění kladného náboje v diazoniovém kationtu.

### ***Téma: Nukleofilní alifatická substituce***

#### ***Úkol: Připravte bromethan reakcí ethanolu s bromovodíkem***

##### **Postup:**

- 1/ Sestavte destilační aparaturu (baňka 500 cm<sup>3</sup>).
- 2/ Do destilační baňky předložte 100 cm ethanolu, za míchání a chlazení **opatrně** přidávejte po částech 100 cm<sup>3</sup> konc. kyseliny sírové.
- 3/ Po ochlazení do baňky přidejte 75 cm a 90g práškového bromidu draselného.
- 4/ Obsah destilační baňky opatrně zahřívejte.
- 5/ Destilát jímejte v Erlenmeyerově baňce naplněné vodou s ledem, baňku chlaďte ledem také zevně.
- 6/ Bromethan, který tvoří v předloze olejovitou vrstvu oddělte pomocí dělicí nálevky a změřte jeho objem.
- 7/ Produkt nalijte do kádinky a přidávejte po malých dávkách za míchání bezvodý chlorid vápenatý (pokud se tvoří hrudky).
- 8/ Chlorid vápenatý odfiltrujte na skládaném filtru.
- 9/ Změřte objem vysušeného bromethanu a vypočítejte výtěžek reakce.
- 10/ Změřte index lomu bromethanu a porovnejte naměřenou hodnotu s tabelárním údajem, využijte indexu lomu k posouzení kvality produktu reakce.

##### Otázky a úkoly:

Napište reakci přípravy bromethanu

Rozhodněte, která z uvedených látek bude snáze reagovat s bromovodíkem: butan-1-ol, 2-methylpropan-2-ol.

Reakce alkoholu s halogenvodíkem je označována jako autokatalytická, vysvětlete.

### ***Téma: Adičně - eliminační reakce***

#### ***Úkol: Proved'te reakci anilinu s benzaldehydem***

##### **Postup:**

- 1) Do Erlenmayerovy baňky 250 cm předložte 10,5 g benzaldehydu a přidávejte za intenzivního třepání po částech 9,3 g anilinu, obsah baňky se musí mírně zahřívat.
- 2) Obsah baňky dále protřepávejte, až dojde k jeho zchladnutí, za míchání přidávejte kousky ledu, až se začne vylučovat pevná látka, baňku ponechte cca 15 min. stát.
- 3) Pevnou látku oddělte filtrací za vakua na Büchnerově nálevce a vysušte mezi filtračními

papíry.

- 4) Produkt zvažte a vypočítejte výtěžek reakce.
- 5) Stanovte teplotu tání produktu a porovnejte experimentální hodnotu s hodnotou, uvedenou v tabulkách, vyjádřete se ke kvalitě produktu.

Otázky a úkoly:

Napište reakci anilinu s benzaldehydem a popište mechanismus této adičně - eliminační reakce. Uvedené reakce se využívá ve funkční organické analýze, uveďte k jakému účelu.