

Téma: Heterocyklické sloučeniny

Úkol: Připravte benzimidazol reakcí o-fenylendiaminu s kyselinou mravenčí.

Postup:

1. Do kelímku navažte postupně 0,11 g o-fenylendiaminu a 0,05 g kyseliny mravenčí, obě komponenty řádně promíchejte.
2. Kelímek překryjte hodinovým sklíčkem a uložte do mikrovlnné trouby cca 2cm od středu rotujícího talíře.
3. Na mikrovlnné troubě nastaví příslušné parametry (střední výkon, doba ohřevu 1 min.) a zařízení uveďte do provozu.
4. Po ukončení reakce se kelímek s reakční směsí (často ještě horký) vyjměte z mikrovlnné trouby a uložte po dobu cca 5 minut do chladničky.
5. Do ochlazené reakční směsi přidejte cca 2 cm³ octanu ethylnatého a řádně promíchejte.
6. Vzorek reakční směsi, rozpuštěné v octanu ethylnatém naneste na tenkou vrstvu silikagelu s luminiscenčním indikátorem společně se standardem (o-fenylendiamin).
7. Tenkou vrstvu vyvíjejte v chromatografické komoře octanem ethylnatým jako elučním činidlem.
8. Detekci chromatogramu proveďte v komoře pomocí UV záření vlnové délky 252 nm.

Otázky a úkoly:

Napište rovnici přípravy benzimidazolu reakcí o-fenylendiaminu s kyselinou mravenčí. Charakterizujte dílčí reakce, které se uplatňují při syntéze benzimidazolu. Zdůvodněte urychlení reakcí působením mikrovlnného záření.

Téma: Reakce přírodních látek

Úkol: Proveďte acetylaci glukosy reakcí s acelanhydridem

Postup:

1. Do baňky 250 cm³ předložte 5g octanu sodného a 50 cm³ acetanhydridu a zahřívejte směs topným hnízdem.
2. Za občasného promíchávání přidávejte do baňky zpětným chladičem 10 g glukosy
3. Reakční směs zahřívejte cca 1 hod.
4. Po ukončení zahřívání nalijte reakční směs do kádinky 500 cm³ naplněné do poloviny studenou vodou
5. Produkt se vylučuje v pevné fázi, následně jej odfiltrujte na Büchnerově nálevce.
6. Produkt překrystalujte z 60% vodného roztoku ethanolu, vysušte a zvažte.
7. Vypočtete výtěžek reakce.
8. Změřte teplotu tání produktu a jeho měrnou otáčivost, naměřené hodnoty porovnejte s

9. *Otázky a úkoly:*

Vysvětlete změnu ve fyzikálních vlastnostech rozpustnosti u glukózy a pentaacetylglukózy.

Do jaké kategorie základních typů organických sloučenin je možné zařadit pentaacetylglukózu?

Téma: Fotochemické reakce

Úkol: Proveďte izomerizaci azobenzenu s využitím UV záření

Postup:

1. Ve zkumavce rozpustíte cca 0,1 g azobenzenu ve 2 cm³ toluenu.
2. Na tenkou vrstvu silikagelu naneste mikrokapilárou roztok azobenzenu v toluenu.
3. Na tenkou vrstvu silikagelu naneste mikrokapilárou roztok azobenzenu v toluenu a vzorek na startu chromatogramu ozařujte cca 2 min. pod UV lampou.
4. Obě tenké vrstvy vložte do chromatografické komory a vyvíjejte toluenem jako elučním činidlem.
5. Na obou chromatogramech měkkou tužkou obkreslete viditelné skvrny.
6. Proveďte vyhodnocení chromatogramu.

Otázky a úkoly:

Proveďte posouzení průběhu izomerizace azobenzenu, včetně chromatografického chování obou izomerů.

Navrhněte mechanismus izomerizace azobenzenu.

Pokuste se objasnit rozdíl v barevnosti obou izomerů azobenzenu.

Téma: Mechanizmy organických reakcí

Úkol: Rozhodněte, zda triazenový přesmyk má intramolekulární nebo intermolekulární charakter

Postup:

- 1) Do zkumavky umístěné ve zkumavkovém držáku předložte cca 3 cm³ 5% roztoku hydroxidu sodného.
- 2) Na stěnu při ústí zkumavky lžičkou naneste několik krystalků difenyltriazenu, na které naneste opatrně kapku konc. kyseliny chlorovodíkové.
- 3) Krystalky s kyselinou chlorovodíkovou opatrně převrstvěte roztokem hydroxidu sodného ze dna zkumavky-
- 4) Zkumavku vložte asi na 3 - 5 min. do vroucí vodní lázně.
- 5) Obsah zkumavky opatrně neutralizujte 5% roztokem hydroxidu sodného.
- 6) Obsah zkumavky vytřepete do cca 2 cm³ toluenu.

- 7) Toluenový roztok naneste společně se standardem (1 - fenylazo - 2 -naftol) na tenkovrstvu silikagelu.
- 8) Tenkou vrstvou vložte do chromatografické komory a vyvíjejte toluenem.
- 9) Požadovaný produkt tvoří skvrnu červené barvy, která je identická se standardem.
- 10) Vypočítejte retardační faktor 1-fenylazo - 2 naftolu a porovnejte s údajem z literatury.

Otázky a úkoly:

Jakým způsobem jednoduše prokážete přeměnu difenyltriazenu na 4 - aminoazobenzen, navrhněte postup důkazu.
Má benzidinový přesmyk intermolekulární nebo intramolekulární charakter?

Téma: Vliv struktury reaktantu - nitrace fenolu

Úkol: Proved'te nitraci fenolu a charakterizujte vliv struktury fenolu na průběh reakce s kyselinou dusičnou

Postup:

- 1/ V kádince 250 cm³ rozpusťte 1 g fenolu v 25 cm³ destilované vody.
- 2/ Do jiné kádinky 250 cm³ odměřte 25 cm³ destilované vody a přidejte 5 cm³ konc. kyseliny dusičné, promíchejte.
- 3/ Kádinku s roztokem fenolu vložte do temperační kádinky 450 cm³ (zčásti naplněné vodou), která je umístěna na elektromagnetické míchačce.
- 4/ Do kádinky s roztokem fenolu vhod'te míchadlo a zapněte pozvolně míchání.
- 5/ Obsah reakční kádinky ohřejte na 45 °C, na spirálovém vařiči a na tutéž teplotu předehejte zředěnou kyselinu dusičnou.
- 6/ Za míchání přidejte k vodnému roztoku fenolu zředěnou kyselinu dusičnou.
- 7/ Po 1 a 10 min odeberte mikrokapilárami vzorky reakční směsi a naneste je 3 cm od spodního okraje na tenkou vrstvu silikagelu
- 8/ Jednotlivé tenké vrstvy vložte do chromatografické komory a vyvíjejte toluenem jako elučním činidlem.
- 9/ Po ukončení chromatografického procesu proved'te detekci tenkých vrstev okouřením amoniakem, objeví se žluté skvrny nitrofenolů (provádějte v digestoři).

10/ Po okouření tenkých vrstev oxidy dusíku, připravenými rozkladem pevného dusitanu

sodného konc. kyselinou chlorovodíkovou a parami amoniaku ve velké kádince 800 cm³ (pracujte v digestoři), objeví se šedozelené skvrny nezreagovaného fenolu.

Otázky a úkoly:

Jaké produkty můžete očekávat při nitraci anilinu a kyseliny benzoové.

Přímou nitraci fenolu nevzniká 2,4,6 -trinitrofenol (kyselina pikrová), vysvětlete.

Navrhněte možné produkty reakce 1 -naftolu a 2-naftolu s kyselinou dusičnou.

Z literatury doplňte hodnoty R_F fenolu a nitrofenolů

Sloučenina	R _F
fenol	
2 -nitrofenol	
4 -nitrofenol	
2,4 -dinitrofenol	
2,6 -dinitrofenol	
2,4,6 -trinitrofenol	