

Seznam úloh předmětu:

## **C3070 Organická chemie - laboratorní cvičení molekulární biologie**

- 3) **Nitrace fenolu**
- 5) **Ethylenacetal ethylesteru 3-oxobutanové kyseliny**
- 10) **Kyselina benzoová**
- 11) **Kyselina anthranilová**
- 12) **Ethyl-acetát**
- 13) **2-Hydroxy-5-methyl-2'-nitroazobenzen**

## Pokyny k vypracování

Student **před** vstupem do laboratorního cvičení:

- pečlivě prostuduje návod úlohy.
- vyhledá v literatuře reakce v úloze se vyskytující, případně si prostuduje jejich možné mechanismy. Schémata či mechanismy pak uvede v laboratorním listu v sekci *Mechanismus (schéma) reakce*.
- se seznámí s teoretickými aspekty metod laboratorní techniky související s úlohou.
- vyplní tabulku s *Fyzikálně chemickými vlastnostmi* (vyplňují se pouze ta políčka, které mají přímou souvislost s úlohou) a vypočítá navážky výchozích látek. Výpočet teoretického výtěžku student uvede v sekci *Výpočty*.
- vyplní tabulku *Vlastnosti rozpouštědel*, kterou bude mít na každé laboratorní cvičení
- připraví si odpovědi na otázky ze sekce *K úvaze*. Na tyto otázky musí být schopen poskytnout odpověď v případě, že bude dotázán vyučujícím.

Student **v průběhu** laboratorního cvičení:

- vyplní sekci *Pozorování*. V této části bude převážně uvádět odchylky v postupu od návodu a pozorované změny (zabarvení reakční směsi, vývoj plynu apod.), množství a fyzikálně-chemickou charakteristiku získaných produktů (teplota tání, index lomu, destilační rozpětí, množství apod.).
- ke konci cvičení student zhodnotí svou práci zápisem do části *Závěr*. Uvede zde dosažené výtěžky připravovaných látek včetně jejich fyzikálně-chemických charakteristik a zdůvodní odchylky od teoretických (tabelovaných) hodnot.

Student odevzdá vyplněný laboratorní list svému vyučujícímu **před odchodem** ze cvičení. V opačném případě mu úloha nebude uznána.

Student odevzdá laboratorní list vyučujícímu i v případě, že z časových důvodů **nestihne dokončit úlohu** (akceptovatelným důvodem je pouze nedokonalé vysušení produktů). V tomto případě zůstane nevyplněna část *Závěr*, kterou student dokončí v následujícím cvičení po doměření příslušných fyzikálních charakteristik.

## Vlastnosti rozpouštědel

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



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

**Postup:**

**! Práce v digestoři !! Práce v rukavicích !**

Do trojhrdlé baňky obsahu **250 ml** opatřené mechanickým míchadlem, přikapávací nálevkou a teploměrem umístíme **0,26 mol 40 %** kyseliny dusičné a za intenzivního míchání a chlazení ledem velmi pomalu přikapeme **0,11 mol** fenolu zkapalněného cca **2 ml** vody. Teplota reakční směsi 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 a překrystalujeme z **50 %** ethanolu za použití adsorbentu. Ke zbytku v destilační baňce přidáme aktivní uhlí, povaříme a zfiltrujeme. Po ochlazení vykryštaluje z filtrátu p-nitrofenol, který odsajeme a promyjeme studenou vodou. p-Nitrofenol rekrystalujeme z **2 %** kyseliny chlorovodíkové s přísadkou aktivního uhlí. Stanovíme teploty tání a výtěžek obou nitrofenolů.

**Fyzikálně chemické vlastnosti:**

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M <sub>r</sub>	T <sub>t</sub> [°C]	T <sub>v</sub> [°C]	ρ <sup>20</sup> [g/cm <sup>3</sup> ]	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	m [g]	V [cm <sup>3</sup> ]
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 se 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?

<b>Úloha 3:</b>	<b>Nitrace fenolu</b>
<b>Příjmení a jméno:</b>	<b>List :2/2</b>

**Mechanismus (schéma) reakce:**

**Výpočty:**

**Pozorování:**

---

**Závěr:**

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

### 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 promyjeme **35 ml 10 %** vodného roztoku hydroxidu sodného, **dvakrát 50 ml** vody a vysušíme bezvodým uhličitanem draselným. Po filtraci odpaříme na rotační vakuové odparce toluen a surový produkt vakuově predestilujeme. Stanovíme výtěžek a změříme index lomu.

### Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M <sub>r</sub>	T <sub>t</sub> [°C]	T <sub>v</sub> [°C]	ρ <sup>20</sup> [g/cm <sup>3</sup> ]	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	m [g]	V[cm <sup>3</sup> ]
acetocetan ethylnatý								
ethylenglykol								
produkt				72 - 82 (8 torr)		1.1.1436		

### 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?

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

**Mechanismus (schéma) reakce:**

**Výpočty:**

**Pozorování:**

---

**Závěr:**



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

### Postup:

#### A) FENYLMAGNESIUMBROMID

Přípravu fenylmagnesiumbromidu uskutečníme v baňce o objemu **250 ml** opatřené zpětným chladičem a míchadlem poháněným elektromagnetickou míchačkou. Celá aparatura je opatřena chlorkalciovými uzávěry. Do baňky umístíme **0,05 mol** hořčkových hoblin, **13 ml** suchého etheru a zrnko jodu. Přidáme asi **1/20** z celkového množství **0,05 mol** brombenzenu (nemíchat!). Začátek reakce poznáme podle vzniku slabého zákalu a zahřívání reakční směsi. Po zahájení reakce přidáváme za míchání roztok zbylého brombenzenu v **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. Směs protřepeme dvakrát s **13 ml** etheru v dělicí nálevce a etherickou vrstvu oddělíme. Po promytí dvakrát **13 ml** vody protřepeme etherickou vrstvu dvakrát **50 ml 5 %** vodného roztoku hydroxidu sodného. Spojené vodné alkalické extrakty povaříme krátce s aktivním uhlím, zfiltrujeme a ochlazený filtrát okyselíme koncentrovanou kyselinou chlorovodíkovou. Vyloučenou kyselinu benzoovou odsajeme, dokonale promyjeme vodou a vysušíme při **50 °C**. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání.

### Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M <sub>r</sub>	T <sub>t</sub> [°C]	T <sub>v</sub> [°C]	ρ <sup>20</sup> [g/cm <sup>3</sup> ]	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	m [g]	V[cm <sup>3</sup> ]
brombenzen								
hořčík								
oxid uhličitý								
kyselina benzoová								

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

### **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 započatím 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?

### **Mechanismus (schéma) reakce:**

### **Výpočty:**

<b>Úloha 10:</b>	<b>Kyselina benzoová</b>
<b>Příjmení a jméno:</b>	<b>List :3/3</b>

**Pozorování:**

---

**Závěr:**



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

### Postup:

**! Práce v digestoři !**

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 přikapeme **3,6 ml** bromu a 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 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 rozdrčeného v predehřáté 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]	$\rho^{20}$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$n_D^{20}$	m [g]	V[cm <sup>3</sup> ]
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?

<b>Úloha 11:</b>	<b>Kyselina anthranilová</b>
<b>Příjmení a jméno:</b>	<b>List :2/2</b>

**Mechanismus (schéma) reakce:**

**Výpočty:**

**Pozorování:**

---

**Závěr:**

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

### 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 prostou destilaci. Lázeň vyhřejeme kahanem na **140 °C**. Z dělicí nálevky, jejíž konec zasahuje pod hladinu kapaliny v baňce, potom přes Claisenův nástavec přidáme jednorázově **5 ml** esterifikační směsi složené z **0,9 mol** ethanolu a **1 mol** kyseliny octové. Zbytek 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.. 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, stanovíme výtěžek a změříme index lomu.

### Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	$M_r$	$T_t$ [°C]	$T_v$ [°C]	$\rho^{20}$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$n_D^{20}$	m [g]	V[cm <sup>3</sup> ]
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 vdestilování vzniklého esteru z reakční směsi?

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

**Mechanismus (schéma) reakce:**

**Výpočty:**

**Pozorování:**

---

**Závěr:**



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

### 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 zahřejeme a 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 najednou za míchání přilijeme roztok **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**. Během filtrace je nutné filtrát **neustále intenzivně míchat**. Teplotu diazoniové soli udržujeme stále v rozmezí **0 až 5 °C** tak, že do roztoku přidáváme kousky ledu. 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. Vytěžecí soustava je tvořena směsí **ethyl-acetát - hexan** v poměru **1 : 5**. Stanovíme výtěžek a změříme teplotu tání.

### Fyzikálně chemické vlastnosti:

Látka		Fyzikální vlastnosti					Navážky	
Název	Vzorec	M <sub>r</sub>	T <sub>t</sub> [°C]	T <sub>v</sub> [°C]	ρ <sup>20</sup> [g/cm <sup>3</sup> ]	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	m [g]	V[cm <sup>3</sup> ]
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**?

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

**Mechanismus (schéma) reakce:**

**Výpočty:**

**Pozorování:**

---

**Závěr:**