

Szerves kémia laboratóriumi gyakorlatok

**SAPIENTIA ERDÉLYI MAGYAR TUDOMÁNYEGYETEM
MŰSZAKI ÉS TÁRSADALOMTUDOMÁNYI KAR
ÉLELMISZER-TUDOMÁNYI TANSZÉK**

SZERVES KÉMIA LABORATÓRIUMI GYAKORLATOK

I. ÉVES HALLGATÓK SZÁMÁRA

MIKLÓS EDINA

2013

TARTALOMJEGYZÉK

TARTALOMJEGYZÉK	2
LABORATÓRIUMI RENDSZABÁLYOK	3
GYAKORLATOK	4
1. A CIKLOHEXANOL DEHIDRATÁLÁSA	4
2. A BUTIRALDEHID ELŐÁLLÍTÁSA	9
3. AZ ANILINSZULFÁT ELŐÁLLÍTÁSA	12
4. AZ ANILINSZULFÁT DIAZOTÁLÁSA.....	16
5. METILNARANCS KÉSZÍTÉSE	18
6. A METIL-(2-NAFTIL)-ÉTER ELŐÁLLÍTÁSA	21
7. AZ ACETIL-KLORID ELŐÁLLÍTÁSA	24
8. AZ ASZPIRIN ELŐÁLLÍTÁSA.....	26
9. METIL-SZALICILÁT ELŐÁLLÍTÁSA	30
10. A SZALICILSÁV-AMID ELŐÁLLÍTÁSA	34
11. AZ ACETANILID ELŐÁLLÍTÁSA	37
12. PARA-BRÓM-ACETANILID ELŐÁLLÍTÁSA	40
13. PARA-BRÓM-ANILIN ELŐÁLLÍTÁSA	42
14. A FENOL NITRÁLÁSA.....	45
Az orto- és para-nitrofenol szétválasztása vizgőzdesztillációval.....	48
Az orto- és para-nitrofenol szétválasztása oszlopkromatográfiás módszerrel	50
15. ILLÓLAJOK IZOLÁLÁSA FŰSZEREKBŐL	52
16. D-LIMONÉN IZOLÁLÁSA NARANCS VAGY CITROM HÉJÁBÓL.....	55
17. A KOFFEIN IZOLÁLÁSA TEÁBÓL	58
18. SZAPPAN KÉSZÍTÉSE.....	61
A TERMÉKEK MINŐSÉGÉNEK VIZSGÁLATA	64
VÉKONYRÉTEG KROMATOGRÁFIA (VRK)	64
OSZLOPKROMATOGRÁFIA	66
OLVADÁSPONT MEGHATÁROZÁS	67
A LABORATÓRIUMBAN HASZNÁLT ESZKÖZÖK ROMÁN NYELVŰ MEGFELELŐI	69
BIBLIOGRÁFIA	70

A LEGFONTOSABB LABORATÓRIUMI RENDSZABÁLYOK

A laboratóriumi munka során begombolt köpeny viselése kötelező, a hosszú hajat megfelelő módon össze kell kötni. A laboratóriumban tilos a dohányzás, az étkezés és a telefonálás. A laboratóriumi asztalon csak a szükséges eszközöket és a füzetet tartjuk.

A gyakorlatot csak akkor lehet elkezdeni, ha tudjuk az elvégzendő munka legfontosabb lépéseit, ismerjük a felhasználandó vegyszerek tulajdonságait és káros hatásait. Minden hallgató ismerje a tűzoltó felszerelések helyét és használatát, az elsősegélynyújtó doboz helyét.

Minden vegyszert mérgezőnek kell tekinteni és felcímkézett, zárt edényben kell tárolni. Kézzel semmilyen vegyszerhez ne nyúljunk, használjunk vegyszeres kanalat, folyadékoknál pipettát. Különösen veszélyes anyagok esetén használjunk gumikesztyűt. Veszélyes reakciónál használjunk védőszemüveget is. Használat előtt minden üvegeszközt át kell vizsgálni, nincs-e rajta törés, repedés. A gázégő használata előtt győződjünk meg a csatlakozások szorosságáról, a gumicső állapotáról. A gázégőt, a hűtővizet és a vízsugárszivattyú csapját használat után rögtön elzárjuk. Működő berendezéseket nem hagyunk őrizetlenül.

Anyalúgok, vegyszermaradékok összegyűjtésekor mindig a gyakorlatvezető utasításai szerint járunk el. A laboratóriumi asztal végein található lefolyókat anyagkiöntésre nem használjuk.

Tilos a laboratóriumban engedély nélküli kísérleteket végezni, eszközöket, vegyszereket a laboratóriumból kivinni.

A laboratóriumi munka után minden eszközt elmosunk, az üvegedényeket a szárító szekrénybe tesszük, a laboratóriumi asztalt letakarítjuk. Minden sérülést és balesetet azonnal jelentsünk a gyakorlatvezetőnek!

GYAKORLATOK

1. A CIKLOHEXANOL DEHIDRATÁLÁSA

A gyakorlat célja

A ciklohexén laboratóriumi előállítása ciklohexanolból, egy alkén előállítása, a hidroxil csoport eltávolításával.

Reakciótípus: eliminációs reakció (E1)

Az alkoholok dehidratálása

A dehidratálás vízelvonást jelent valamely vegyületből, katalizátorok segítségével történik.

Alkoholok dehidratálása esetében használt katalizátorok lehetnek:

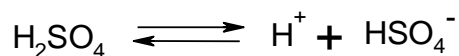
- kénsav vagy foszforsav 100-200°C hőmérsékleten
- alumínium-oxid 300-400°C hőmérsékleten

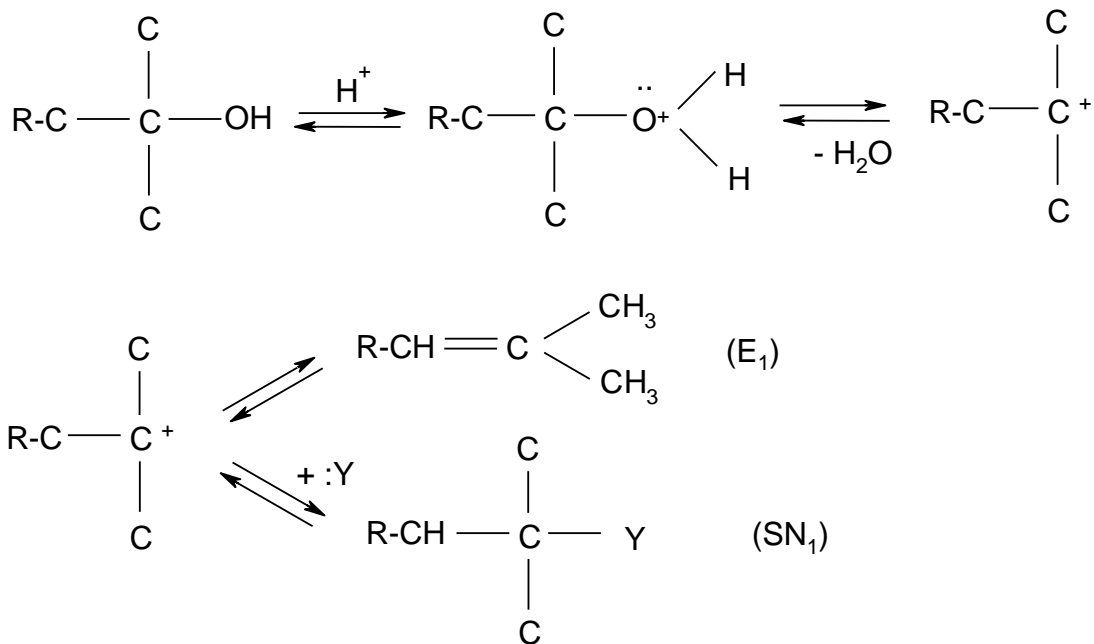
A reakció megfordítható, megfelelő körülmények között alkénekből, alkoholok állíthatók elő.

A kénsav vagy foszforsav szerepe elsősorban az, hogy az alkohol OH⁻ csoportját protonálva oxoniumionná alakítja ki, amelyből vízkilépéssel könnyen képződik karbénium-ion. Az alkoholból protonálás nélkül karbéniumion csak igen nehezen alakul ki az OH⁻ csoport ún. rossz távozó csoport jellege miatt, ugyanakkor az OH₂ csoport már jobb távozó csoport (leaving group).

Primer alkoholok esetén az SN2 mechanizmus dominál, míg terciér alkoholokra az SN1 reakció jellemző. Minél gyengébb bázis a nukleofil reagens, annál kevésbé képes hidrogéniont leszakítani a karbocationról, ezért az SN1 reakció kerül előtérbe. A nukleofil reagens koncentrációjának csökkentése az eliminációt segíti elő. Előnyös az elimináció szempontjából a hőmérséklet emelése is, mert elősegíti a C-H kötés hasadását.

A nehezebben dehidratálható primer alkoholok bimolekuláris eliminációs mechanizmussal (E₂) veszítenek vizet kénsav hatására. A protonált alkoholból vagy a HSO₄⁻ anion, vagy egy másik alkohol molekula szakítja le a β-helyzetű hidrogént proton formájában.

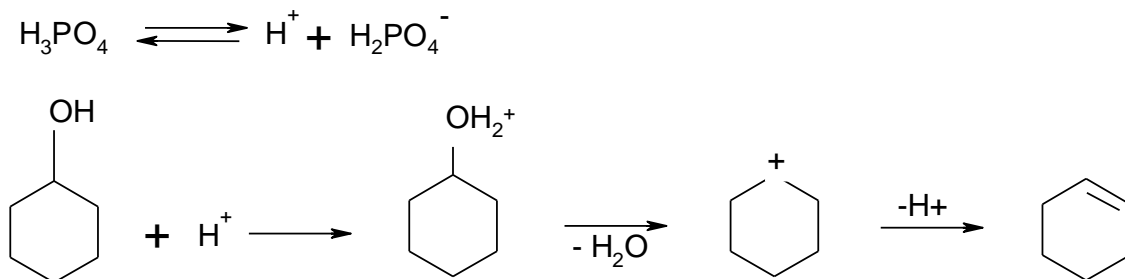




Az E1 reakció termékét, az alként kidesztilláljuk a reakcióelegyből és ezáltal kivonjuk az egyensúlyból, akkor az alkohol jó termeléssel alkénné alakítható át. A desztillációhoz szükséges magasabb hőmérséklet szintén az eliminációnak kedvez. A hőmérsékletet úgy kell beállítani, hogy csak a ciklohexén és a víz desztillálódjon ki a rendszerből. A reakció elején ügyelni kell arra, hogy a hőmérséklet lassan emelkedjen és a desztilláció csak akkor induljon meg, amikor már kellő mennyiségű ciklohexén képződött, ellenkező esetben ugyanis a ciklohexanol is eltávozhat a lombikból.

A reakcióegyenlet

Mechanizmus



Műveletek

- hevítés, desztilláció, extrakció, szárítás.

Szükséges eszközök

- 25 cm³-es gömblombik
- olajfürdő, mágneses melegítő
- Vigreux-oszloppal ellátott desztillációs berendezés (választópipa, hőmérő, Liebig hűtő, szedőpipa, szedőedény)

Bemért anyagok

- 0,1 mol (10,4 cm³) ciklohexanol ($\rho = 0,962 \text{ g/cm}^3$)
- 0,085 mol (5 cm³) orto-foszforsav, 85%-os ($\rho = 1,685 \text{ g/cm}^3$)
- 2 cm³ 10%-os nátrium-karbonát oldat
- vízmentes magnézium-szulfát

Eljárás

Egy 25 cm³ gömblombikba 0,1 mol (10,4 cm³) ciklohexanolt mérünk óvatosan és 0,085 mol (5 cm³) 85%-os foszforsavat csepegtetünk hozzá.

A reakcióelegybe forrkövet teszünk, Vigreux-oszloppal ellátott desztillációs berendezést szerelünk a lombikra és olajfürdőn óvatosan 10 percig hevítjük a reakcióelegyet, ügyelve arra, hogy a desztilláció még ne induljon meg. Ezután a reakcióelegy hőmérsékletét megemelve a keletkező alacsonyabb forráspontú terméket kidesztilláljuk úgy, hogy a desztillációs hőmérséklet ne haladja meg a 100°C-ot.

A savnyomok eltávolítására egy rázótlcsérben 2 cm³ 10%-os nátrium-karbonát oldatot adunk a desztillátumhoz, alaposan összerázzuk a kétfázisú rendszert. Elválasztás után a szerves fázist 10-15 percig kis Erlenmeyer lombikban vízmentes magnézium-szulfáton szárítjuk.

Munkavédelmi megjegyzések

A *foszforsav* bőrre cseppenve sebet mar. Ha a tömény sav a bőrre jutott, mossuk le vízzel, majd nátrium-hidrogén-karbonáttal semlegesítsük a bőr felszínét.

A *ciklohexén* gyúlékony, emellett mérgező is, kerüljük belélegzését és ne engedjük, hogy a labor légterébe kerüljön.

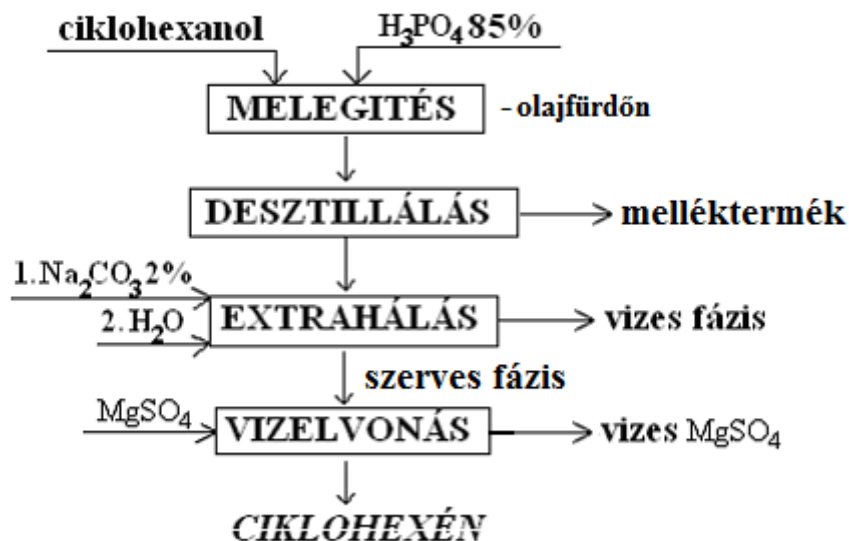
Ellenőrizzük, hogy az *olajfürdő* nem tartalmaz-e vizet. Bizonyosodjunk meg desztillációs berendezésünk feszültségmentes szereléséről, mert az olajfürdő hevítésére használt gázláng töréskor vagy szivárgás esetén az elillanó ciklohexén - gőzöket meggyújthatja.

A ciklohexén tulajdonságai

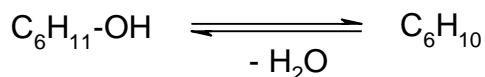
- színtelen folyadék, gyúlékony, mérgező

- vízben nehezen oldódik, éterben, alkoholban oldódik
- forráspontja 83°C, olvadáspontja -104°C
- relatív sűrűség: 0,81 g/cm³

Folyamatábra



Számítások



$$M = 6 \times 12 + 11 \times 1 + 1 \times 16 + 1 \times 1 = 100 \text{ g/mol } \text{C}_6\text{H}_{11}\text{-OH}$$

$$M = 6 \times 12 + 10 \times 1 = 82 \text{ g/mol } \text{C}_6\text{H}_{10}$$

$$M = 2 \times 1 + 16 = 18 \text{ g/mol } \text{H}_2\text{O}$$

$$\nu = 0,1 \text{ mol } \text{C}_6\text{H}_{11}\text{-OH}$$

$$\nu = \frac{m}{M}, m = \nu \times M, m = 0,1 \times 100 = 10 \text{ g } \text{C}_6\text{H}_{11}\text{-OH}$$

$$\rho = 0,962 \text{ g/cm}^3 \text{ C}_6\text{H}_{11}\text{-OH}, \rho - \text{sűrűség [g/cm}^3], \rho = \frac{m}{V},$$

$$V = \frac{m}{\rho}, V = \frac{10}{0,962} = 10,4 \text{ cm}^3 \text{ C}_6\text{H}_{11}\text{-OH}$$

$$100 \text{ g } \text{C}_6\text{H}_{11}\text{-OH} \dots \dots \dots 82 \text{ g } \text{C}_6\text{H}_{10}$$

$$10 \text{ g } \text{C}_6\text{H}_{11}\text{-OH} \dots \dots \dots m_{\text{elméleti}} \Rightarrow m_{\text{elméleti}} = 8,2 \text{ g } \text{C}_6\text{H}_{10}$$

$V_{\text{gyakorlati}} = 6,17 \text{ cm}^3$ -a kapott termék általunk mért térfogata

$$\rho = 0,81 \text{ g/cm}^3 \text{ C}_6\text{H}_{10},$$

$$m = \rho \times V, \quad m = 0,81 \times 6,17 = 5 \text{ g}, \quad m_{\text{gyakorlati}} = 5,0 \text{ g C}_6\text{H}_{10}$$

$$\eta = \frac{m_{\text{gyakorlati}}}{m_{\text{elméleti}}} \times 100 \quad \eta = \frac{5,0}{8,2} \times 100 = 61\% \quad - \text{ hozammal dolgoztunk}$$

Megnevezés	moltömeg [g/mol]	konc. [%]	sűrűség [g/cm ³]	térfogat [cm ³]	tömeg [g]	mólok száma [mol]	mólarány
Bemért anyagok							
ciklohexanol	100	-	0,962	10,40	10,00	0,10	1
orto-foszforsav	98	85	1,685	5,00	8,42	0,085	0,85
nátrium-karbonát	106	10		2,00	0,20	-	-
magnézium-szulfát	120+7·18	-	2,650	-	5	-	-
Keletkezett termékek							
Ciklohexén	82	-	0,81	10,12	8,20	0,10	1
Víz	18	-	1,000	180,00	180,00	10,00	-

$$\nu = \frac{m}{M}, \quad \nu - \text{mólok száma, [mol]}, \quad \text{mólarány} = \frac{\nu_{\text{anyag}}}{\nu_{\text{kiindulásanyag}}}$$

Kérdések, feladatok

A foszforsav szerepe a reakcióban!

A Vigreux oszlop fontossága!

Miért fontos a hőmérséklet szabályozása?

A Na₂CO₃-tal való kirázás jelentősége?

Mi a magnézium-szulfát szerepe?

A ciklohexén hozamának kiszámolása!

2. A BUTIRALDEHID ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

A butiraldehid (butanal) laboratóriumi előállítása, n-butanol oxidálásával, enyhe körülmények között.

Reakciótípus: oxidálás

Alkoholok oxidálása

Egy vegyület akkor oxidálódik, ha nő a vegyületet alkotó atomok oxidációs foka, az oxidációs fok növelhető:

- nő a molekulában lévő oxigén atomok száma
- csökken a molekulában lévő hidrogén atomok száma
- csökken az elektronok száma

Az oxidálószer olyan anyag, amely egy másikat oxidál oly módon, hogy elektronokat vesz át az oxidálandó anyagtól.

A reakcióegyenlet

- Krómvegyületekkel ($K_2Cr_2O_7$, $Na_2Cr_2O_7$) az elsőrendű alkoholokból aldehidek (továbbá karbonsavak), a másodrendű alkoholokból ketonok keletkeznek oxidálással.

Permanganáttal ($KMnO_4$) elsőrendű alkoholok karbonsavakká, másodrendű alkoholok ketonokká oxidálhatók.

Elsőrendű alkoholok vizes és szerves oldószeres közegben egyaránt oxidálhatók, vizes közegben nehéz egységes terméket kapni, amennyiben aldehidetszeretnének előállítani. Homogén terméket csak úgy nyerhető, ha az aldehidet képződésekor kidesztilláljuk a reakcióelegyből.

Mechanizmus

Műveletek

- forralás, desztilláció, szárítás

Szükséges eszközök

- 250 cm³-es kétnyakú gömblombik, csepegtetőtölcsér
- Vigreux oszlop, desztilláló készülék, elektromos melegítő

A frakcionálófeltét alkalmazása a reakció során azt a célt szolgálja, hogy a képződött butiraldehidet elválaszthassuk a forrásban levő butanoltól.

Bemért anyagok

- 0,28 mol (27,2 cm³) n-butanol (d=0,81 g/cm³)l
- 0,09 mol (26,4 g) kálium-bikromát
- 0,42 mol (22 cm³) kénsav, 98 %-os (d=1,87 g/cm³)
- vízmentes magnézium-szulfát

Eljárás

Egy kétnyakú gömblombikba bemérünk 0,28 mol (27,2 cm³) n-butanolt, majd forrkövet teszünk bele. A lombik oldalsó nyakára csepegtetőtölcsért, a középsőre frakcionálófeltétet (Vigreux oszlop) illesztünk. Az oszlop tetejére hőmérővel ellátott desztillálópipát, arra leszálló hűtőt szerelünk, oldalszáras szedőlombikkal.

A csepegtetőtölcsérbe töltjük az oxidálószer oldatát, amely a következőképpen készül: 0,09 mol (26,4 g) kálium-bikromátot feloldunk 165 cm³ vízben és az oldathoz keverés közben hozzáadunk 0,42 mol (22 cm³) tömény kénsavat. A butanolt szabad lánggal óvatosan forrásig melegítjük úgy, hogy a gőzök már a oszlop alján kondenzálódjanak.

A forrásban lévő butanolhoz ezután kb. 15 perc alatt hozzácsepegtetjük az oxidálószer, ügyelve arra, hogy az oszlop tetején a hőmérséklet mindvégig 75°C és 85°C között maradjon. (Ha a reakcióelegyet túl erélyesen melegítjük, akkor az igen heves forrásba jön és a frakcionálófeltét nem képes a távozó nagy mennyiségű gőzt kellően szétválasztani. Ennek következtében a szedőben összegyűlt terméket butanol szennyezi.) A becsepegtetés befejezése után a kis lánggal való melegítést még kb. 15 percen át folytatjuk és a már meglevő párlathoz szedjük a 90°C alatt átdestilláló folyadékot.

A szedőben összegyűlt butiraldehidet választótölcsérben elválasztjuk a jelenlevő kevés (1-2 cm³) víztől és legalább 1 órán át kb. 2,5 g vízmentes magnézium-szulfáton szárítjuk.

Munkavédelmi megjegyzések

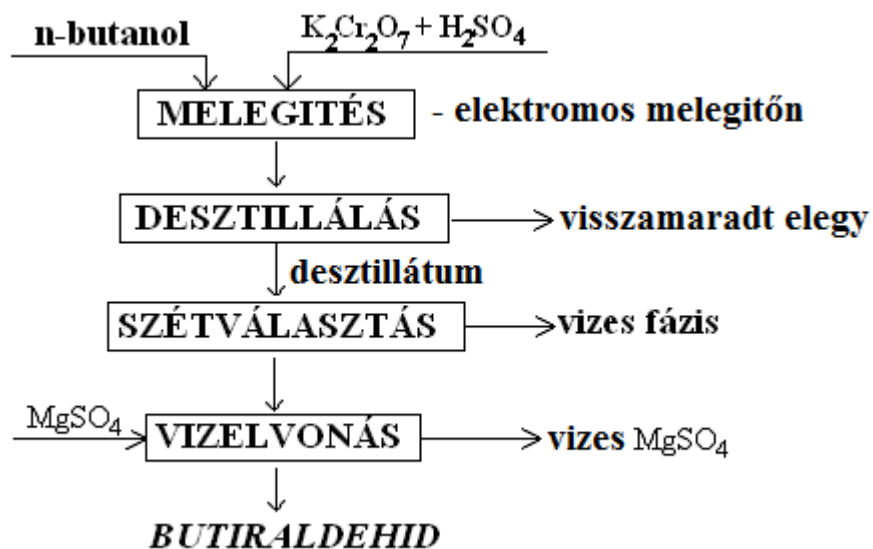
A *butiraldehid* az egészségre káros, ezért a reakciót jól működő vegyifülkében hajtsuk végre. Az oxidálószer vizes-kénsavas oldatának elkészítésekor használjunk védőszemöveget és védőkesztyűt.

A butiraldehid tulajdonságai

- színtelen, szúrós szagú, illékony folyadék
- olvadáspontja -99°C, forráspontja 75,7°C
- vízben kevésbé oldódik, alkohollal, éterrel elegyedik

- relatív sűrűség: 0,817 g/cm³

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

A primer, szekunder és terciér alkoholok oxidálása!

Milyen oxidálószereket alkalmaznak a szerves kémiában?

Miért fontos a hőmérséklet szabályozása?

Mi határozza meg a termék hozamát?

Mi történhet a butiraldehiddel a reakció körülményei között?

A butiraldehid hozamának kiszámolása!

3. AZ ANILINSZULFÁT ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

A szulfanilsav laboratóriumi előállítása, szulfonálással.

Reakciótípus: szulfonálás, elektrofil szubsztitúció (SE)

Aromás vegyületek szulfonálása

Az aromás vegyületek szulfonálása mind maguknál az alapszénhidrogéneknél, mind a helyettesített származékaiknál legfontosabb és leggyakrabban használt eljárás a kénsavval vagy oleummal vagy a klórszulfonsavval végrehajtható direkt, közvetlen szulfonálás. Az aromás gyűrű szénatomjához kapcsolódó hidrogén helyébe $-\text{SO}_3\text{H}$ csoport kerül, ill. $-\text{SO}_2\text{Cl}$ csoport és közben víz lép ki. A keletkező szulfonsavak erősen savanyúak. A szulfonálás tipikus elektrofil reakció. Az $-\text{SO}_3\text{H}$ csoport mint kation kapcsolódik a gyűrű szénatomjához.

Az elsőrendű szubsztituensek *orto*- és *para*- helyzetbe irányítják a szulfoncsoportot, és általában megkönnyítik a magba való bejutását. Kivételt képeznek a halogének, amelyek megnehezítik a szulfonálást.

A benzolhomologok (pl. toluol, xilolok) vagy a kondenzált gyűrűs aromás szénhidrogének is (pl. naftalin) könnyebben szulfonálhatók mint a benzol. Az I. rendű szubsztituensek közül a fenolos hidroxilcsoport könnyíti meg a szulfonálást. Gyengébb hatást mutatnak az alkoxi-, amino-, acilamino- csoportok, még gyengébb az alkilcsoport hatása, de mindezeknél a primer szubsztituenseket tartalmazó származékoknál tömény kénsavval végrehajtható a szulfonálás (a halogénezett benzolszármazékok kivételével).

A másodrendű szubsztituensek *meta* helyzetbe irányítják a szulfoncsoportot és megnehezítik a szulfonálást.

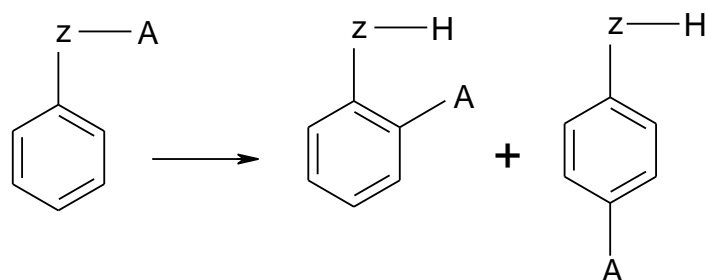
A szulfonált aromás vegyületekben levő szulfoncsoport, mint II. rendű szubsztituens, *meta* helyzetbe irányít, de igen megnehezíti a következő szulfoncsoport bejutását. A benzol további szulfonálásához nagyobb kéntrioxid-tartalmú oleumra és magasabb hőfokra van szükség ($200-250^\circ\text{C}$). A szulfonálást megnehezítik kvalitatív hatás szempontjából az alábbi sorrend szerint a következő csoportok: halogének, karboxil-, karbonit-, a már a magban levő szulfo-, és különösen a nitrocsoport pl. a dinitroszármazékok nem szulfonálhatók.

Erélyes szulfonálási módszer, a nehezen szulfonálható aromás vegyületeknél a 30%-nál magasabb kéntrioxid tartalmú oleomot kell használnunk, amely megköti a reakcióban levő vizet, de éppen ezért egyre

inkább fenáll az oxidáció veszélye, „elszenesedik” a szulfonálendő anyag, különösen a 60% kéntrioxid tartalmú oleum használatánál áll fenn a veszély. Az aromás vegyületek közvetlen szulfonálását befolyásoló tényezők közül elsősorban a szulfonálószer töménységét, mennyiségét, fölöslegét, az adagolást, a hőfokot és az időtartamot kell szabályozni, de gyakorlati szempontból igen fontos a szulfonálási reakciónál az erőteljes keverés biztosítása, túlmelegedés következtében káros mellékreakciók léphetnek fel.

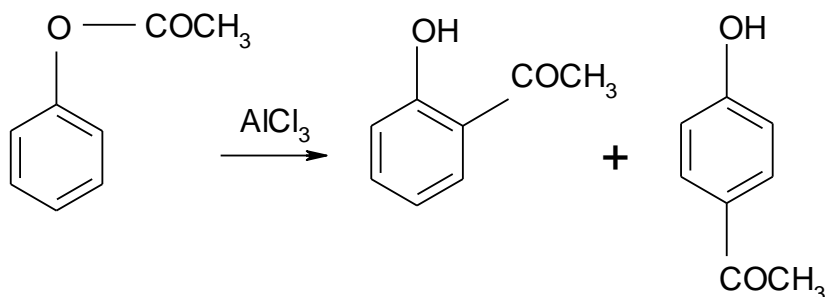
Átrendeződések az aromás gyűrűn

Számos reakcióban, egy A csoport vándorol egy Z heteroatomos szubsztituenstől és kapcsolódik direkt az orto vagy para pozíciójába az aromás gyűrűnek.

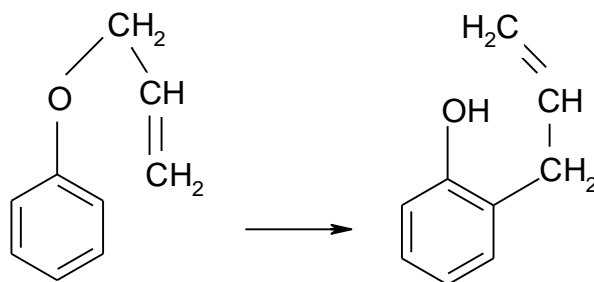


Megközelítőleg az összes reakció savak által katalizált, tehát az A támadásának az aromás gyűrűre elektrofil szubsztitúciós reakció jellege van. A fenolikus vegyületek reakcióik befoglalják a **Fries átrendeződést**, mely tulajdonképpen egy Friedel-Crafts belső átrendeződés és a **Claisen átrendeződést**, mint periciklikus reakciót.

Fries átrendeződés



Claisen átrendeződés



A szulfanilsav előállítása egy tulajdonképpeni átrendeződés. Kísérletileg bebizonyították hogy a fenilszulfámsav (anilin szulfát), amely az anilin kénsavban való feloldásakor keletkezik relatív alacsony hőmérsékleten, 100⁰C-on egy keveréket eredményez amely 15% orto- és 85% paraszulfanilsavat eredményez. A hőmérsékletet 180-200⁰C –ra emelve kizárólag a termodinamikailag stabilabb termék keletkezik, a paraszulfanilsav.

A reakcióegyenlet

Műveletek

- hevítés, hűtés, kristályosítás, vákuumszűrés

Szükséges eszközök

- Berzelius pohár, üvegbot, óraüveg

Bemért anyagok

- 0,05 mol (5 cm³) anilin (d=1,02 g/cm³)
- 0,14 mol (7,5 cm³) kénsav, 98%-os (d=1,87 g/cm³)
- kb. 10 cm³ KOH vagy NaOH 10%-os oldat

Eljárás

Egy 100 ml-es Berzelius pohárba töltünk 0,05 mol (5 cm³) anilint, amelyhez lassan, erélyes keverés, rázogatós közben 0,14 mol (7,5 cm³) 98%-os kénsavat adagolunk (elszívófülke alatt dolgozunk).

A keletkezett anilinszulfátot, homokfürdőben 180-190⁰C-on tartjuk (a hőmérőt a pohárba helyezzük), addig, amíg a reakció végbemegy (20-30 perc). A reakció befejeződött, ha egy kis kivett próba, 10 %-os NaOH-al,

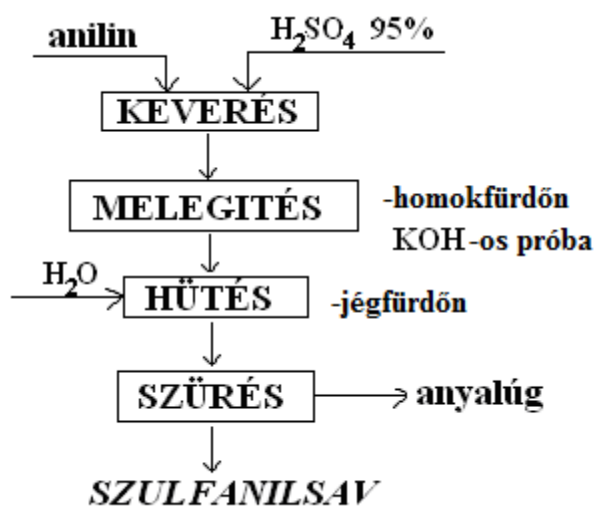
vagy KOH-al tisztán oldódik. Ha anilin van még jelen, akkor olajcseppecskék, illetve emulzió keletkezik.

Ha a reakció végbement, kissé hűlni hagyjuk az elegyet, majd még melegen kb. 50 cm³ vízhez, (40-50°C-os) öntjük, kevergetés közben. A szulfanilsav 20°C-on kikristályosodik. Egy jégfürdőben végzett hűtés után, a keletkezett szulfanilsavat leszűrjük és megmérjük.

Munkavédelmi megjegyzések

Az *anilin* párolgása következtében 20°C-on a levegő veszélyes szennyeződése meglehetősen lassan alakul ki, permetezve azonban sokkal gyorsabban. Gyenge bázis, hevesen reagál erős oxidáló szerekkel, tűz és robbanás veszélyt okozva. Az anyag bejuthat a szervezetbe belélegzéssel, a bőrön keresztül, lenyeléssel és gőzként is. Irritálja a szemet, hatása lehet a vére, okozhat metahemoglobin képződést.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Hogyan tudjuk a kristályosítást elősegíteni?

Az anyagmérleg elkészítése!

A szulfanilsav hozamának kiszámolása!

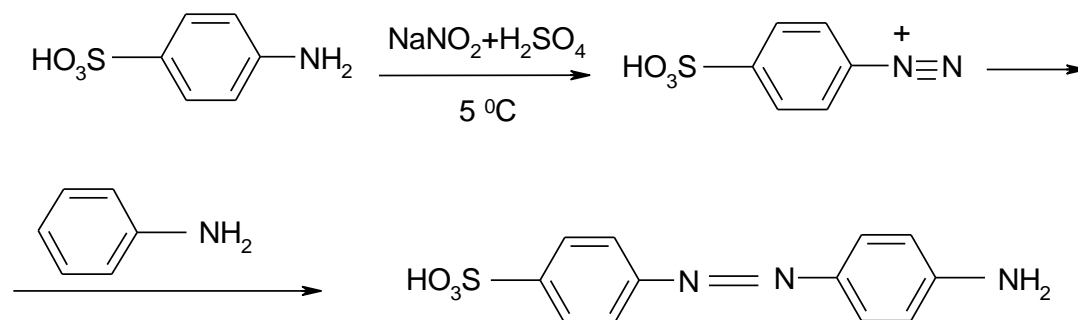
4. AZ ANILINSZULFÁT DIAZOTÁLÁSA

A gyakorlat célja

A szulfanilsav diazotálása, majd csatolása anilinnel; egy színezék előállítása.

Reakciótípus: azokapcsolás

A reakcióegyenlet



Műveletek

- hűtés, kristályosítás, vákuumszűrés

Szükséges eszközök

- Berzelius pohár, üvegbot, óraüveg

Bemért anyagok

- 0,05 mol (5 cm³) anilin, d=1,02 g/cm³)
- 0,06 mol (3,35 cm³) H₂SO₄, 98%-os (d=1,87 g/cm³)
- 0,06 mol (4,3 g) NaNO₂

Eljárás

A szulfanilsav kristályokat, szűrőpapírral együtt feloldjuk kb. 100 cm³ meleg vízben. Rátöltjük a 0,06 mol (3,35 cm³) 98%-os kénsavat és hűtjük jégfürdőben 5°C-ra.

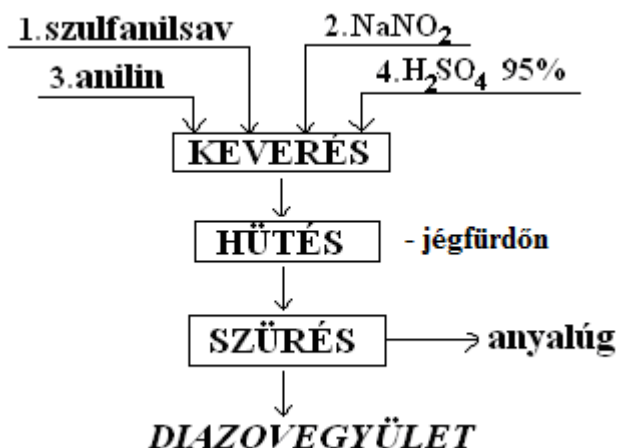
0,06 mol (4,3 g) nátrium-nitritet mérünk ki és lassan kavargatás közben adagoljuk hozzá, minél kisebb mennyiségben (kb. 10 perc). Lassan belecsepegtetjük az 0,05 mol (5 cm³) anilint, jégfürdőben tartva még 10 percet kavargatjuk. Vákuumszűrőn leszűrjük a kapott színezéket és megmérjük.

Munkavédelmi megjegyzések

Az *anilin* párolgása következtében 20°C-on a levegő veszélyes szennyeződése meglehetősen lassan alakul ki, permetezve azonban sokkal gyorsabban. Gyenge bázis, hevesen reagál erős oxidáló szerekkel, tűz és robbanás veszélyt okozva. Az anyag bejuthat a szervezetbe belélegzéssel, a bőrön keresztül, lenyeléssel és gőzként is. Irritálja a szemet, hatása lehet a vére, okozhat methaemoglobin képződést.

A *salétromossav* instabil vegyület, könnyen bomlik vízre és nitrogén-oxidokra. A diazovegyület csak 5°C alatt stabil, vigyázzunk a pohár szélén nem száradhat meg, mert robbanékony. Vigyáznunk kell a hőmérsékletre, 5°C alatt kell tartanunk, a poharat végig hűtjük jéggel.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Miért szükséges a hűtés a diazotálás során?

Az anyagmérleg elkészítése!

A diazovegyület hozamának kiszámolása!

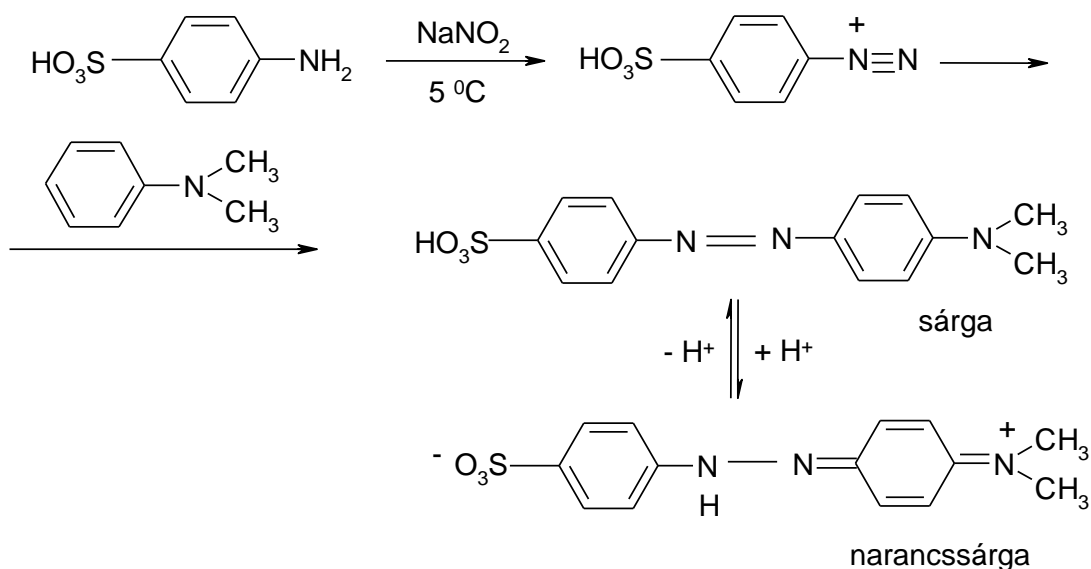
5. METILNARANCS KÉSZÍTÉSE

A gyakorlat célja

A diazotált szulfanilsav csatolása dimetil-anilinnel, egy sav-bázis indikátorként használt színezék előállítására.

Reakciótípus: azokapcsolás

A reakcióegyenlet



Műveletek

- keverés, hűtés, kristályosítás

Szükséges eszközök

- kémcső, Berzelius pohár, üvegbott
- Büchner szűrő, Erlenmeyer edény

Bemért anyagok

- 0,0055 mol (0,7 cm³) dimetil-anilin (d = 0,956 g/cm³)
- 0,0087 mol (0,5 cm³) vizmentes ecetsav (d=1,0497 g/cm³)
- 0,02 mol (0,8 g) nátrium-hidroxid

Eljárás

Egy kémcsőben 0,0055 mol ($0,7 \text{ cm}^3$) dimetil-anilint és 0,0087 mol ($0,5 \text{ cm}^3$) vízmentes ecetsavat elegyítsünk és az oldatot erőteljes keverés közben az előzőleg elkészített jégen hűtött diazóniumsó-szuszpenzióhoz öntjük. Néhány perc múlva a metilnarancs vörös, savban stabil formájának kiválása kezdődik meg. A reakcióelegyet további 10 percig hűtjük, ez idő alatt a reakció teljessé válik. A nátriumsó kinyeréséhez a reakcióelegyet 0,02 mol ($0,8 \text{ g}$) nátrium-hidroxid 8 cm^3 vízzel készült oldatával lúgosítjuk. A nátriumsó narancsvörös kristályok formájában válik ki, amit szűrni fogunk majd vízből átkristályosítjuk.

A kivált vörösesbarna kristályokat szűréskor hideg 10%-os nátrium-klorid oldattal mossuk. A színezék nátrium-sója kb. 40 cm^3 forró vízből átkristályosítható. A színezék lassan szűrődik, mivel eltömi a szűrőpapír pórusait, ezért csökkentett vákuumot használjunk és a szuszpenziót óvatosan kevergessük a szűrőn, majd a keletkezett színezéket megmérjük.

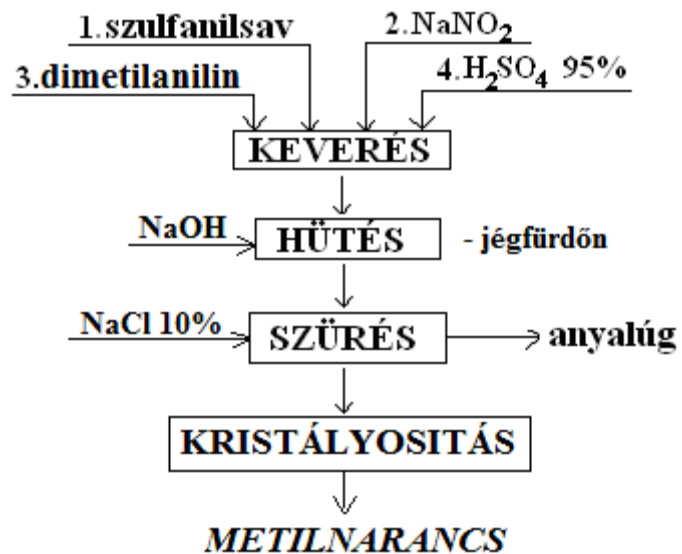
Azofestés metilnarancssal

Az azofestést gyapjú és selyem festésére használják, nem alkalmas pamutanyagok festésére. Színező kádként használjunk 400 cm^3 -es berzelius poharat és kisebb textildarabokat (gyapjú, pamut, selyem és szövetszövetdarabokat vagy fonalakat). Feloldunk $0,1 \text{ g}$ metilnarancsot 100 cm^3 forró vízben és az oldatot megsavanyítjuk pár csepp tömény kénsavval. A forró festékoldatba 5 percre beletesszük a textildarabokat, majd alaposan kimossuk és megszárazítjuk.

Munkavédelmi megjegyzések

Óvatosan dolgozzunk a *N,N*-dimetil anilin-nel, mert belélegezve, bőrrel érintkezve és lenyelve mérgező. Maradandó egészségkárosodást okozhat. Ha bőrre kerül bő vízzel azonnal mossuk le.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

A metilnarancs hozamának kiszámolása!

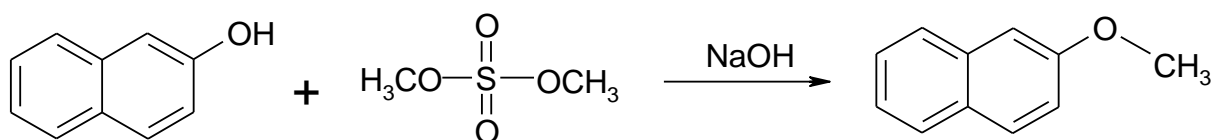
6. A METIL-(2-NAFTIL)-ÉTER ELŐÁLLÍTÁSA

A reakció célja

A metil-(2-naftil)-éter laboratóriumi előállítása 2-naftolból, alkilezéssel.

Reakciótípus: O-alkilezés, éter előállítása

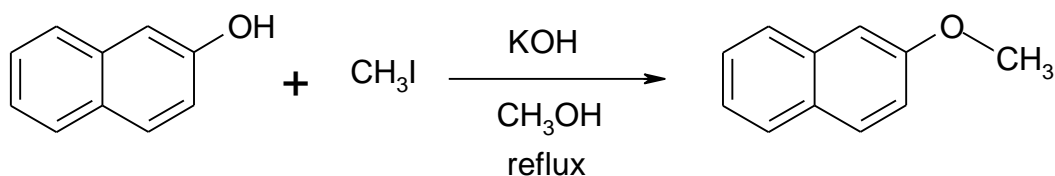
A reakcióegyenlet



Az alkoholok nagyon gyenge savak, ezért nagyon erős bázist (pl. Na) kell használni az alkoholát (R-O⁻) előállításához. A fenol jóval savasabb, mint az alkohol, ezért a fenolát (Ar-O⁻), már vizes nátrium-hidroxid oldattal is keletkezik.

Az oxigén kisebb nukleofilitása miatt az alkoholok nem reagálnak alkil-halogenidekkel. Az alkil-halogenidek rosszul oldódnak a vizes fázisban, így a szubsztitúciós reakció sebessége vizes nátrium-hidroxid oldatban nagyon kicsi. Ezért a vizes nátrium-hidroxid oldatban végbemenő metilezési reakciókban általában dimetil-szulfátot alkalmaznak alkilezőszerként.

Más előállítás



Szükséges eszközök

- 100 cm³-es gömblombik, Büchner tölcser, redős szűrő
- vízfürdő, elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,02 mol (3 g) 2-naftol
- 0,028 mol (1,125 g) nátrium-hidroxid

- 0,02 mol (2 cm^3) dimetil-szulfát ($d=1,38 \text{ g/cm}^3$)
- kb. 15 cm^3 etil-alkohol

Műveletek

- melegítés, szűrés, hűtés, kristályosítás

Eljárás

Mérjük be gömblombikba 0,02 mol (3 g) 2-naftolt és oldjuk fel 0,028 mol (1,125 g) nátrium-hidroxid 14 cm^3 vízzel készült oldatába. Elszívó fülke alatt adjunk hozzá 0,02 mol (2 cm^3) dimetil-szulfátot, három egyenlő részletben, rázogatós közben. A dimetil-szulfát hozzáadása után a lombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és az elegyet forró vízfürdőn melegítjük 40 percen át. A melegítés során a lombikot rázogatójuk.

A forró reakcióelegyet redős szűrőn leszűrjük, majd lehűlés után jeges vízzel hűtjük. A kivált kristályokat leszűrjük és vízzel mossuk. A szűrőn alaposan leszívjuk, majd az anyagot ismét gömblombikba tesszük és kb. 15 cm^3 etil-alkoholból átkristályosítjuk. A kristályokat szétnyomkodjuk, szűrjük, kevés hideg etil-alkohollal mossuk, majd megszáritjuk és megmérjük.

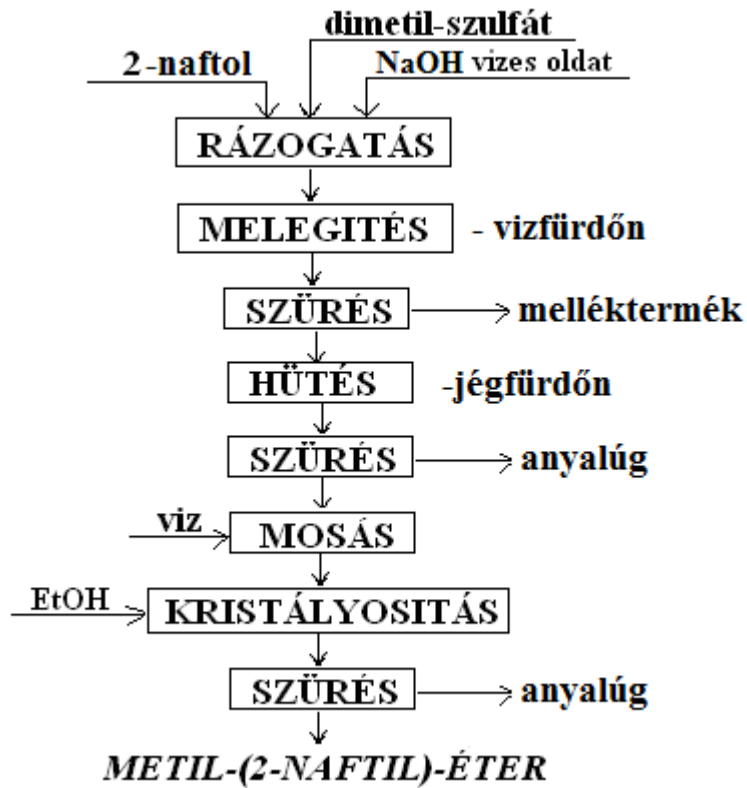
Munkavédelmi megjegyzések

A *dimetil-szulfát* erős mérgező és bőrön keresztül is felszívódhat. Ha bőrre kerül, híg ammónium-hidroxid oldattal kell lemosni.

A *nátrium-hidroxid* káros hatása függ a koncentrációtól, töményebb oldata gyulladást, égési sebeket okoz. Tömény lúg okozta sérülés esetén a sérült helyet bő vízzel mossuk le, a szemet meleg vízzel öblítsük. A szemre nagyon kell vigyázni, használjunk védőszemüveget. Lenyelés esetén tejet vagy napraforgóolajat igyunk.

A **metil-(2-naftil)-éter** (nerolin) kristályos, szilárd anyag, fp. 274°C , op. 74°C .

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Irjuk fel az éterek előállítását!

A metil-(2-naftil)-éter hozamának kiszámolása!

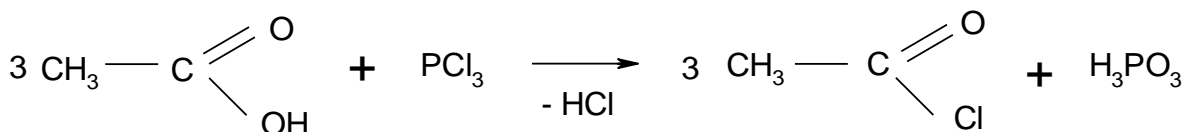
7. AZ ACETIL-KLORID ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

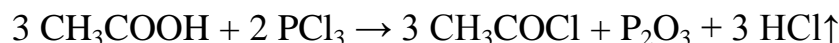
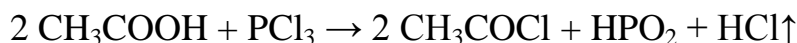
Az ecetsavklorid laboratóriumi előállítása, az ecetsavban található hidroxilcsoport kicserélése halogénre.

Reakciótípus: OH csoport cseréje halogénre, nukleofil szubsztitúció (SN)

A reakcióegyenlet



Mellékreakciók



Műveletek

- hűtés, melegítés, desztillálás

Szükséges eszközök

- 100 cm³-es gömblombik, desztilláló készülék
- elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,752 mol (43 cm³) vizmentes ecetsav (jégecet) (d=1,05 g/cm³)
- 0,25 mol (23cm³) foszfortriklorid (d=1,57 g/cm³)

Eljárás

Gömblombikba 0,752 mol (43 cm³) vizmentes ecetsavat öntünk (a lombikot a desztilláló készülékhez csatlakoztatjuk). Ezután a jégecethez jégfürdön, hűtés közben hozzácsepegtetünk 0,25 mol (23 cm³) foszfortrikloridot. A reakcióelegyet ezután 40-50°C-on melegítjük addig, amíg a kezdetben erős sósav-fejlődés alább nem hagy. Ekkor a melegítés előtt a homogén folyadék két rétegre válik szét.

Az így kapott felső folyadékréteget képező acetilkloridot ledesztilláljuk, úgy, hogy a hőmérsékletet kb. 100°C-ra emeljük, majd a

kapott terméket lemérjük. A desztilláló-lombikban szirup szerűségű foszforosav marad vissza.

Munkavédelmi megjegyzések

A *foszfor-triklorid* szúrós szagú folyadék, bemérését végezzük fülke alatt, használjunk kesztyűt! A *vizmentes ecetsav* és a termékként képződő *acetyl-klorid* maró hatású folyadékok, ezért ezekkel a vegyületekkel bánjunk óvatosan! Az acetyl-kloridot tároljuk teljesen száraz edényben, és ügyeljünk arra, hogy nedvességgel ne érintkezzék, mert ilyen esetben a képződő sósav gáz kilöki az edény dugóját!

A *vizmentes ecetsav* a bőrre kerülve viszonylag lassan, de észrevétlenül annak felületét marja. Kerüljük lecseppenését, munkaasztalunkat és eszközeinket tartsuk tisztán!

Folyamatábra

Kérdések, feladatok

Melyek az acilezőszerek fajtái és mely vegyületek acilezhetőek?
Milyen vegyületek készíthetők acilezés útján?
Az acetyl-klorid hozamának kiszámolása!

8. AZ ASZPIRIN ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

Az aszpirin laboratóriumi előállítása szalicilsavból, acilezéssel.

Reakciótípus: acilezés

Acilezési reakció

Acilezésen a molekula egy hidrogénatomjának acilcsoportra való kicserélését értjük. Az acilezés típusai: O-acilezés (észteresítés), C-acilezés, N-acilezés (amid keletkezik). Tercier aminok természetesen nem acilezhetők, ezért acilezési reakciókban számos esetben (pl. sav-kloridokkal való acilezésnél) savmegkötőként alkalmazzuk őket.

C-acilezés: ez a lépés mindig szén-szén kötés kiépülésével jár. Tipikus példák a C-H savak acilezése, Claisen kondenzáció, az aromás szénhidrogének acilezése (Friedel-Crafts acilezés).

Biológiai rendszerekben nagy jelentősége van az **S-acilezésnek**. Az acilezés mechanizmusa szerint megkülönböztetünk nukleofil szubsztitúciót (az acilezőszer karbonil-szénatomján), vagy az aromás szénhidrogéne végbemenő elektrofil szubsztitúciót.

Az észterek előállítása

Direkt észteresítéssel - karbonsavakból és alkoholokból (primer és szekunder alkoholok, pl. tercier alkoholoknál és fenoloknál nem működik!) Egyensúly eltolása - komponensek koncentrációinak változtatása, termékek (észter vagy víz) eltávolítása, sav katalizátor, (H_2SO_4) jelenlétében.

Acilezőszerek lehetnek sav-kloridok (acetyl-klorid, benzoil-klorid) és savanhidridek (ecetsavanhidrid, ftálsavanhidrid).

Ha az aszpirin szintézisére direkt észteresítést használnánk, a lassú reakció, valamint termodinamikai okok miatt minimális észtert kapnánk az észteresítési folyamat végén. Ezért acilezőszert, ecetsavanhidridet használunk a szintézishez.

Mivel a szalicilsav fenolos hidroxilcsoportja nem kellő mértékben nukleofil, az ecetsavanhidrid katalizátorok nélkül csak lassan reagálna a szalicilsavval. Ha erős savat adunk a reakcióelegyhez, az ecetsavanhidrid reaktivitása megnövekszik (az ecetsav jobb távozó csoport, mint az acetátió), ezáltal megnő a reakciósebesség.

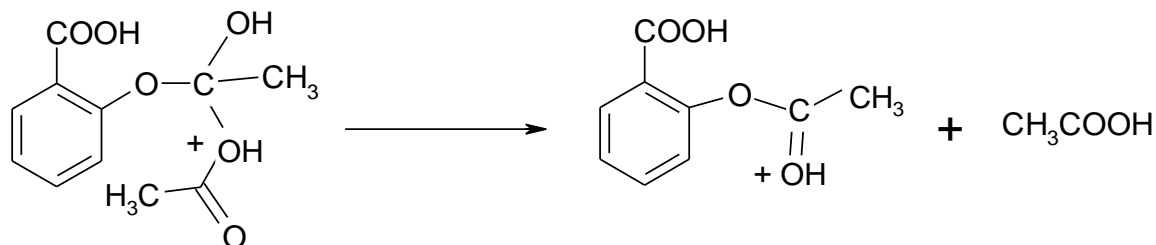
A reakció során mellékreakcióként polimerizáció is végbemeget (ezért nem szabad a melegítést $60^\circ C$ felett végezni). A 2-acetoxibenzoésav

nátriumsója vízben oldódik, a képződő polimer azonban nem képez vízben oldható sóit nátrium-hidrogén-karbonáttal és ez által, elválasztható a terméktől. A szilárd anyagot ezért telített NaHCO_3 oldatban oldjuk, az oldatot szűrjük és ennek során a fel nem oldódott polimer a szűrőn marad. A nátriumsót tartalmazó vizes oldathoz sósavat adva az aszpirin felszabadítható.

A reakcióegyenlet

Mechanizmus

ecetsavanhidrid



Műveletek

- keverés, melegítés, átkristályosítás, vákuumszűrés

Szükséges eszközök

- 50 cm³-es gömblombik
- visszafolyós hűtő
- 250 cm³-es Erlenmeyer-lombik
- Büchner-tölcsér, elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,03 mol (5 g) szalicilsav
- 0,1 mol (9,2 cm³) ecetsavanhidrid ($d = 1,08 \text{ g/cm}^3$)
- 0,12 mol (7 cm³) vízmentes ecetsav ($d = 1,05 \text{ g/cm}^3$)
- 5 csepp kénsav, 98 %-os ($d = 1,87 \text{ g/cm}^3$)
- 25 g jég

Eljárás

Egy 50 cm³-es gömblombikba tegyünk 0,03 mol (5 g) szalicilsavhoz 0,1 mol (9,2 cm³) ecetsavanhidridet, 0,12 mol (7 cm³) vízmentes ecetsavat és 5 csepp koncentrált kénsavat. Az adagolás közben forgassuk a lombikot,

hogy a tartalma jól összekeveredjen. Időnként keverve 40 percig melegítjük 150°C-on (amíg a reakcióelegy egy kicsit besárgul) elektromos melegítőn.

Hagyjuk egy kissé lehűlni, majd egy 250 cm³-es Erlenmeyer-lombikban kevergetés közben 25 g jég és 50 cm³ víz keverékére öntjük. (Bizonyos esetekben a kristályosodás nem indul meg és az aszpirin olajként válik le. Ekkor helyezzük jeges vizes fürdőbe a lombikot, és üvegbottal kapargassuk az olajat, valamint a lombik falát a kristályosodás megindításának elősegítésére. A kristályosodás rendszerint néhány percen belül elindul).

Amint a jég elolvadt, a kristályokat Büchner-tölcsérré töltjük, és vákuum segítségével leszűrjük. A szűrőn kevés jéghideg vízzel szuszpendáljuk (amikor a kénsavnyomok távolítónak el).

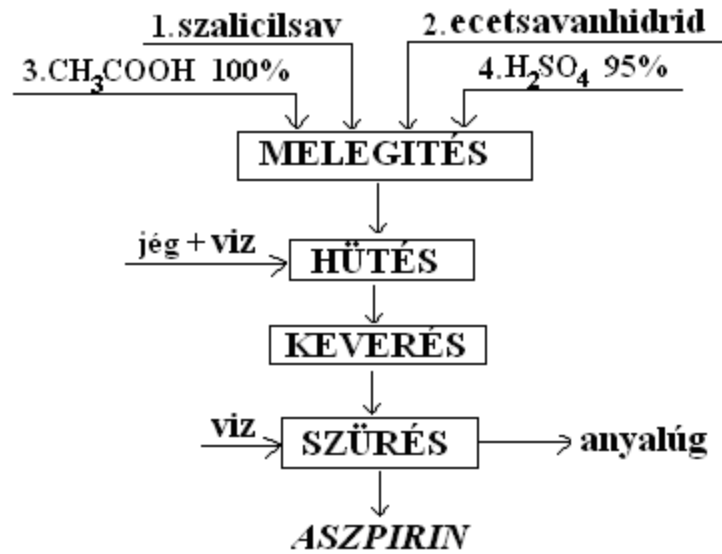
Még egyszer a szűrőpapír tartalmát 10 cm³ ecetsav és 50 cm³ víz keverékébe átmoszuk (50-60°C-ra melegített, rövid hő-sokk), alaposan leszívattuk újra, végül szűrőpapíron szárítjuk. A víz nem a legalkalmasabb oldószer az aszpirin átkristályosítására, mert a melegítés során hidrolízis mehet végbe és a képződő 2-hidroxibenzoészav szennyezheti a terméket. Ecetsav hozzáadásával vissza lehet szorítani a hidrolízist. Szűrés után a kristályokat alaposan át kell mosni hideg vízzel az ecetsav teljes eltávolítása érdekében, majd a kapott terméket megmérjük.

Munkavédelmi megjegyzések

A *kénsav* a bőrre cseppenve súlyos, nehezen gyógyuló sebet mar. Elszívófülke alatt dolgozzunk és használjunk kesztyűt! Ha a bőrre jutott, azonnal mossuk le bő vízzel, majd nátrium-hidrogén-karbonáttal semlegesítsük.

Az *ecetsav* a bőrre kerülve viszonylag lassan, de észrevétlenül annak felületét marja. Kerüljük lecseppenését, munkaasztalunkat és eszközeinket tartsuk tisztán!

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

- A katalizátorok szerepe!
- A CaCl₂-os cső jelentősége!
- A visszafolyós hűtő szerepe!
- Az aszpirin hozamának kiszámolása!

9. METIL-SZALICILÁT ELŐÁLLÍTÁSA

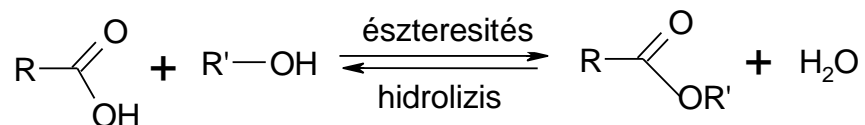
A gyakorlat célja

A metil-szalicilát (szalicilsav metil észter) laboratóriumi előállítása, a szalicilsav karboxil csoportjának észteresítése erős sav katalizátor segítségével.

Reakciótípus: észteresítés

Észteresítés

Direkt észteresítésen észterek közvetlenül savból és alkoholból való előállítását értjük. A reakció során a viszkizásadással egyidőben kapcsolódik egymáshoz a két molekula. A közvetlen észteresítésnél savkatalízisre van szükség ahhoz, hogy a reakció megfelelő sebességgel menjen végbe. A sav hatására az észter karbonilcsoportja protonálódik, és ez által eléggé elektrofillá válik, ahhoz, hogy már egy alkohollal is reagálni tudjon.



Egy egyensúlyra vezető reakciónak két ellentétes irányban lejátszódó, megfordítható folyamat, meggyorsítható a reakció a katalizátorok segítségével.

Az egyensúlyt minél nagyobb mennyiségű észter képződése irányába kétféleképpen tolhatjuk el:

- az egyik reagenst (sav vagy alkohol) fölöslegben alkalmazzuk
- a reakcióelegyből folyamatosan eltávolítjuk az egyik reakcióterméket (észter vagy víz)

A gyakorlatban főleg a második módszert alkalmazzák: desztillációval eltávolítják a rendszerből az alacsonyabb forráspontú terméket. A metil-szalicilát előállításánál viszont a metanolt használjuk feleslegben, mert olcsóbb komponens, az oldószer szerepét is betölti és alacsony forráspontja miatt desztillációval könnyen eltávolítható.

A reakcióegyenlet

Műveletek

- melegítés, forralás, extrakció, szárítás

Szükséges eszközök

- 100 cm³-es gömblombik, visszafolyós hűtő, választótölcsér
- elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,07 mol (10,0 g) szalicilsav
- 0,61 mol (25 cm³) metanol (d=0,79 g/cm³)
- 0,19 mol (10 cm³) kénsav, 98%-os (d=1,87 g/cm³)
- 25+25 cm³ diklórmetán (d=1,42 g/cm³)
- 10+10 cm³ NaHCO₃, 1M-os oldat
- szárított magnézium-szulfát

Eljárás

Egy 100 cm³-es gömblombikba 0,07 mol (10,0 g) szalicilsavat és 0,61 mol (25 cm³) metanolt mérünk be. A szalicilsav nagy részét óvatos rázogatóssal feloldjuk, majd kevergetés közben apró részletekben 0,19 mol (10 cm³) tömény kénsavat adunk a reakcióelegyhez. Fehér csapadék képződhet, ami azonban melegítéskor feloldódik.

A kénsav beadagolása után forrkövet adunk az elegyhez és egy órán át forraljuk elektromos melegítővel, időnként meg-megrázogatva. Ezután szobahőmérsékletre hűtjük és a lombik tartalmát választótölcsérbe öntjük, a szerves fázist (felső) elválasztjuk. A kénsavas-vizes fázist 20 cm³ vízzel hígítjuk és kétszer 25 cm³ diklór-metánnal extraháljuk. A diklór-metán sűrűsége nagyobb, mint a kénsavas-metanolos oldaté, ezért a szerves fázis alul foglal helyet.

Az egyesített szerves fázisokat kétszer 10 cm³ telített nátrium-hidrogén-karbonát oldattal mossuk. Ez a lépés az elreagálatlan szalicilsav és kénsav eltávolítására szolgál. A karbonsavak oldódnak nátrium-bikarbonát oldatban, míg a fenolok nem, így a termék sem. Az egyes bikarbonátadagokkal addig mossuk a szerves fázist, amíg gázfejlődést tapasztalunk, majd fél órán át magnézium-szulfáton szárítjuk, utána lemérjük.

Munkavédelmi megjegyzések

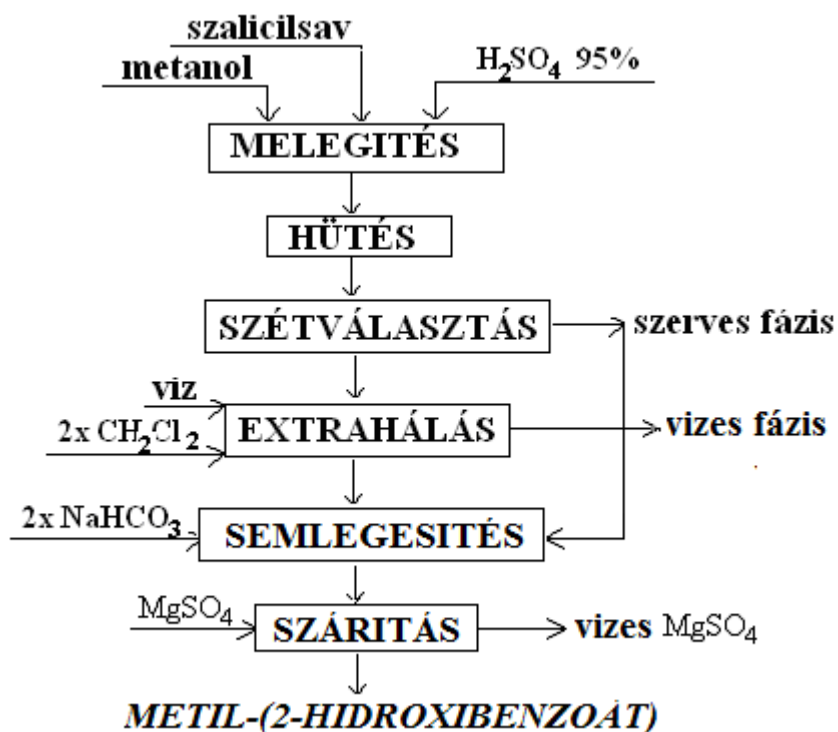
A *kénsav* a bőrre cseppenve súlyos, nehezen gyógyuló sebet mar. Használjunk gumikesztyűt és védőszemüveget a vele való munkához.

A *metanol* könnyen illó, mérgező és gyúlékony oldószer. Kerüljük belélegzését és bőrre kerülését.

A mosás közben gázfejlődés tapasztalható. Vigyázzunk, hogy a rázótolcsérben ne alakuljon ki túlnyomás. Ezt gyakori levegőztetéssel előzhetjük meg.

A **metil-szalicilát (metil-(2-hidroxi)-benzoát)** növényi illóolajokban fordul elő, a gaultheriaolaj fő alkotórésze. Szabadon vagy glikozidjai alakjában több növényben megtalálható. Illatszerek készítésére szolgál és gyógyászati célokra is alkalmazzák, reumaellenes bedörzsölő szerként. A szalicilsavhoz hasonló fájdalomcsökkentő és lázcsillapító hatással rendelkezik, ami azzal kapcsolatos, hogy az emésztőrendszerben hidrolizál és szalicilsavvá alakul. Újabban a pimelinsav gyártására is felhasználják, a műanyagipar viszont a szuperpoliamidok gyártására használja.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Hogyan toljuk el a reakciót az észter-képződés irányába?

Mi a forró szerepe?

Az extrahálás jelentősége!

Miért szükséges a NaHCO₃-os mosás?

A metilszalicilát hozamának kiszámolása!

10. A SZALICILSAV-AMID ELŐÁLLÍTÁSA

A reakció célja

A szalicilsav-amid laboratóriumi előállítása metil-szalicilátból, acilezéssel.

Ebben a gyakorlatban a metil-szalicilátnak azt az előnyös tulajdonságát használjuk ki, hogy az ammónia oldatban részlegesen oldódik, így a reakció szerves oldószer használata nélkül végbemegy.

A metil-szalicilát az aktivált származékokhoz (anhidridek, savkloridok) képest nagyon lassan reagál az ammóniával, az amid képződése viszonylag lassan megy végbe, ezért a jó termelés eléréséhez hosszabb reakcióidő szükséges.

Reakciótípus: acilezés, amidálás

A reakcióegyenlet

Szükséges eszközök

- 100 cm³-es gömblombik
- vízfürdő, elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,04 mol (6,1 g) metil-szalicilát ($d=1,18 \text{ g/cm}^3$)
- 2,64 mol (50 cm³) ammónia oldat, 25%-os ($d=0,91 \text{ g/cm}^3$)
- sósav, 37%-os ($d=1,180 \text{ g/cm}^3$)

Műveletek

- keverés, forralás, szűrés, kristályosítás

Eljárás

0,04 mol (6,1 g) metil-szaliciláthoz 2,64 mol (50 cm³) 25%-os ammónia oldatot adunk és szobahőmérsékleten 90 percet erőteljes kevertetjük, majd forrkövet adunk a reakcióelegyhez (A kezdetben kétfázisú rendszerből a keverés hatására az alsó metil-szalicilát fázis lassan eltűnik.) és egy óráig elektromos melegítőn forraljuk. (Ezzel a lépéssel a feleslegben lévő ammónia nagy részét is eltávolítjuk.) Ezután szobahőmérsékletre hűtjük és az oldat pH-ját 37%-os sósav oldattal semlegesre állítjuk. A csapadékot

szűréssel izoláljuk és még nedvesen vízből átkristályosítjuk, majd megmérjük.

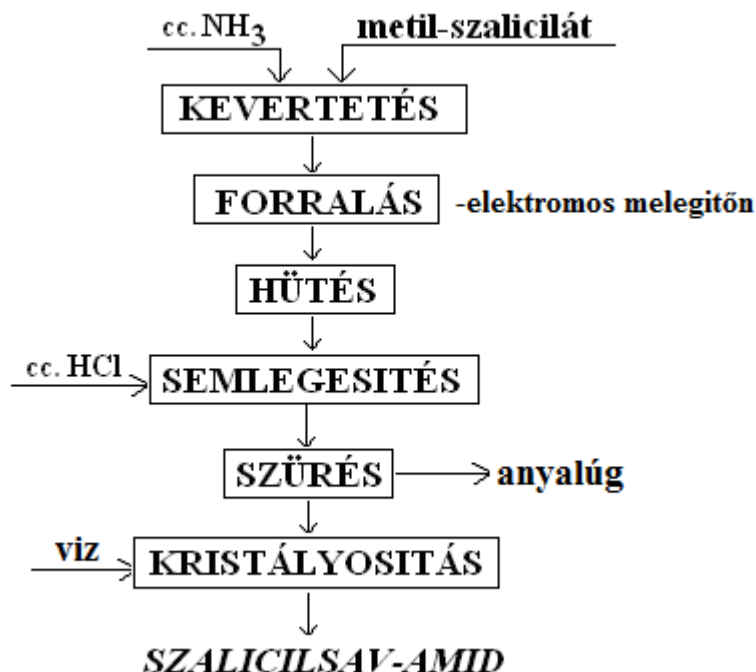
Munkavédelmi megjegyzések

A *sósav* nagyobb töménységben égéshez hasonló sérülést okoz a bőrön, a nyálkahártyákon, gőze a kötőhártyákat és felső légutakat irritálja.

Az *ammónia* ingerlő hatású, kisebb koncentrációban tüsszentést, köhögést, könnyezést, nagyobb koncentrációban súlyos gyulladást okoz az orrban, garatban, légcsőben, gégében. Mindkét vegyszerrel óvatosan, az elszívófülke alatt dolgozzunk, vigyázzunk ne lélegezzük be!

A *szalicilsav-amid* napjainkban is használatos lázcsillapítóknak, fájdalomcsillapítóknak és reumaellenes szerekben, gombaölőként pedig kenőcsökben. Fehér, kristályos vegyület, op. 142°C , fp. $181,5^{\circ}\text{C}$, sűrűsége $1,175\text{ g/cm}^3$.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

A szalicilsav-amid hozamának kiszámolása!

Az anyagmérleg elkészítése!

11. AZ ACETANILID ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

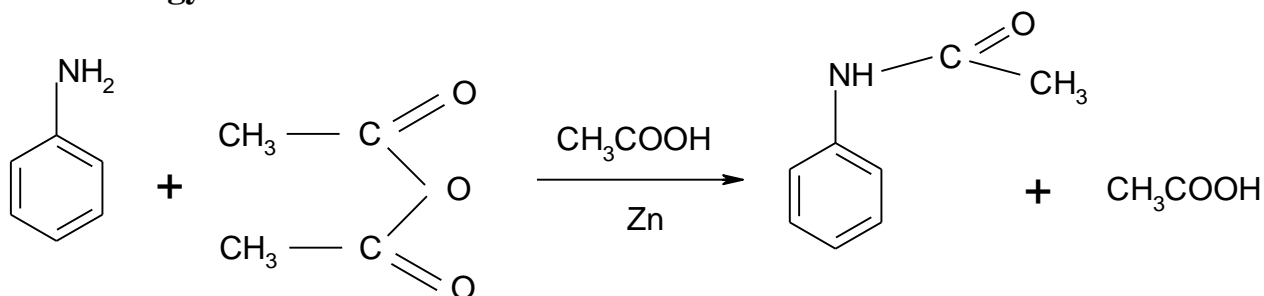
Az acetanilid laboratóriumi előállítása anilinnél, acilezéssel.

Reakciótípus: N-acilezés

N-acilezési reakció

Acilezésen a molekula egy H atomjának acilcsoportra való kicserélését értjük. Az aminok acilezését ecetsavval is végbe lehet hajtani, az ecetsav azonban sőt képez az aminnal és ezt csak hosszabb melegítéssel lehet elbontani, ezért a reaktívabb ecetsav-anhidridet használjuk. Ezt a reakciót vizes közegben végezzük, az ecetsav-anhidrid reagál ugyan a vízzel, de ez a reakció nagyon lassú, így nem okoz problémát. Az aminok azonban vízben rosszul oldódnak, ezért még kétfázisú rendszer is kialakulhat.

A reakcióegyenlet



Műveletek

- forralás, keverés, vákuumszűrés, átkristályosítás.

Szükséges eszközök

- 50 cm³-es gömblombik
- visszafolyós hűtő
- 250 cm³-es Erlenmeyer-lombik
- Büchner-tölcsér, elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,1 mol (9,6 cm³) anilin (d = 1,02 g/cm³)
- 0,105 mol (10 cm³) ecetsavanhidrid (d = 1,08 g/cm³)
- 0,175 mol (10 cm³) ecetsav, 96%-os (d = 1,05 g/cm³)
- 0,0015 mol (0,1 g) cinkpor

Eljárás

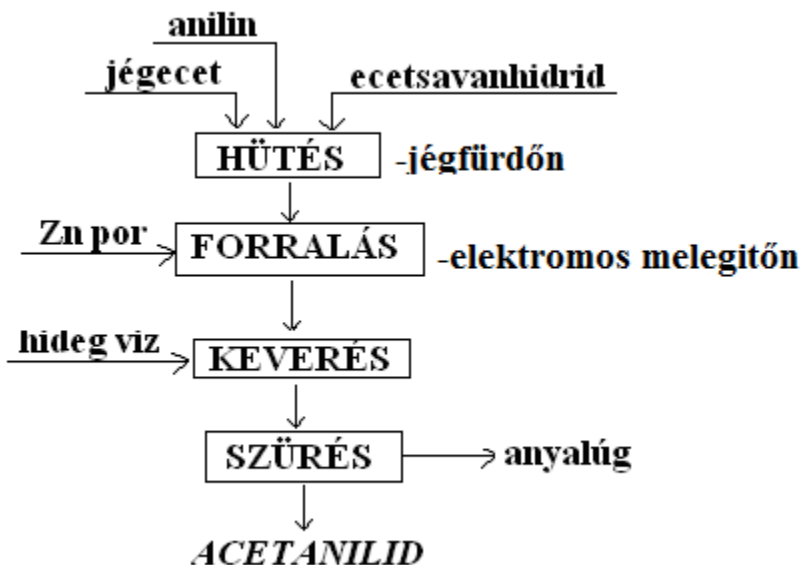
Gömblobbikba 0,105 mol (10 cm^3) ecetsavanhidridet és 0,175 mol (10 cm^3) konc. ecetsavat öntünk, majd az elegyhez jeges-vizes hűtés közben 0,1 mol ($9,6 \text{ cm}^3$) anilint adagolunk kis részletekben (ügyelve arra, hogy a reakcióelegy ne melegedjék fel erősen).

Ezután a reakcióelegyet kb. 0,0015 g cinkpor és forrkő jelenlétében visszafolyós hűtővel ellátott gömblobbikban fél órán át enyhén forraljuk elektromos melegítőn. A reakcióidő elteltével a még meleg oldatot (vékony sugárban), erős keverés közben, pohárban levő 250 cm^3 hideg vízbe öntjük. Teljes lehűlés után a kristályos terméket leszűrjük. Az előállított acetanilid tisztítható átkristályosítással, ez a folyamat viszonylag könnyen végrehajtható vízből (100 cm^3 víz $0,56 \text{ g}$ acetanilidet old szobahőmérsékleten, míg 80°C -on $3,5\text{g}$ -ot old). Az acetanilid ecetsav és víz 1:2 arányú elegyéből is átkristályosítható, ilyenkor azonban a kristályokat alaposan át kell mosni vízzel az ecetsav eltávolítása céljából.

Munkavédelmi megjegyzések

Az *ecetsav* a bőrre kerülve viszonylag lassan, de észrevétlenül annak felületét marja. Kerüljük lecseppenését, munkaasztalunkat és eszközeinket tartsuk tisztán!

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Az acilezés fogalma, típusai és mechanizmusa!

Az acilezés gyakorlati jelentősége, felhasználása szerves kémiai szintézisekben!

Az acetanilid hozamának kiszámolása!

Az anyagmérleg elkészítése!

Az acetilezett aromás aminok enyhe fejfájáscsökkentő és lázcsökkentő hatásúak. Számos recept nélküli gyógyszer tartalmaz ilyen vegyületeket (pl. fenacetin), az acetanilid volt az első, amelyet ilyen célra használtak, *Antifebrin* néven forgalmazták régen.

Az **acetanilid** vagy N-fenilacetamid fehér, kristályos vegyület, op. 113-115°C, fp. 304°C, sűrűsége 1,219 g/cm³. Vízen kismértékben, forró vízben jobban oldódik, vizes oldata semleges kémhatású.

12. PARA-BRÓM-ACETANILID ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

A para-bróm-acetanilid laboratóriumi előállítása acetanilidből, brómozással.

Reakciótípus: brómozás, elektrofil szubsztitúció

Aromás vegyületek brómozása

Az aromás vegyületek brómozásánál a kiindulási vegyületet ecetsavban oldják és ehhez az oldathoz csepegtetik a brómot. A brómozási reakciókban azonban nem magát a brómot alkalmazzák, mert a brómmal végezett munka veszélyes, ezért szívesebben használják a bróm oldatát. A reakció után, a reakcióelegy feldolgozásánál a reagálatlan brómot el kell távolítani. A bróm eltávolítására NaHSO_3 vizes oldatát szokták használni, amellyel a brómot bromiddá redukálják.

A reakcióegyenlet

Műveletek

- hűtés, vákuumszűrés, szárítás, átkristályosítás

Szükséges eszközök

- 50 cm³-es Erlenmeyer-lombik
- 25 cm³-es választótölcsér, visszafolyós hűtő
- 250 cm³-es gömblombik, elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,05 mol (6,76 g) acetanilid
- 0,438 mol (25 cm³) + 0,263 mol (15 cm³) vizmentes ecetsav ($d=1,05 \text{ g/cm}^3$)
- 0,005 mol (2,65 cm³) bróm ($d=3,1 \text{ g/cm}^3$)
- 0,009 mol (1 g) nátrium-hidrogén-szulfid

Eljárás

50 cm³-es Erlenmeyer lombikban 0,05 mol (6,76 g) acetanilidet feloldunk 0,438 mol (25 cm³) vizmentes ecetsavban. Ehhez az oldathoz hűtés (jégfürdőn) és rázogatózás közben csepegtető tölcserből 0,005 mol (2,65 cm³) bróm és 0,263 mol (15 cm³) jégcet oldatát csepegtetjük. A reakcióelegyet 30 percen át szobahőmérsékleten állni hagyjuk. A reakció

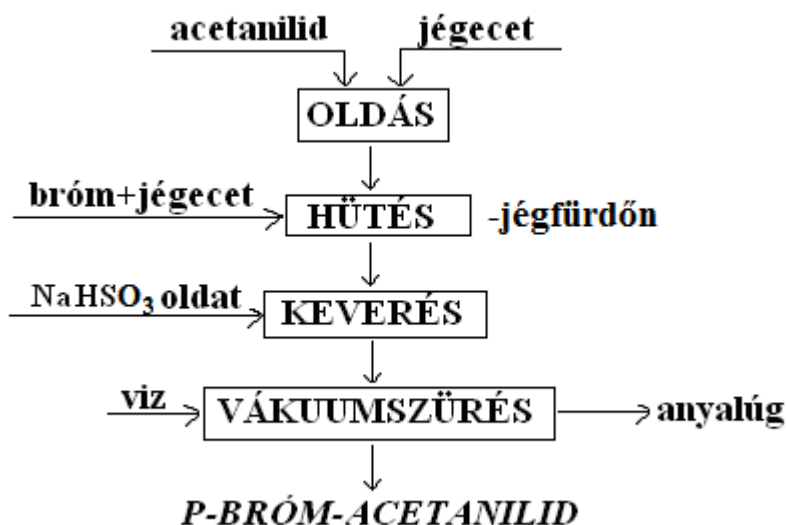
befejeztével az oldatot keverés közben 0,009 mol (1 g) nátrium-hidrogén-szulfidot tartalmazó 200 cm³ vizes oldatba öntjük.

A kivált szilárd terméket vákuumszűrőn leszűrjük, kétszer 25 cm³ desztillált vízzel a szűrőn mossuk, majd a levegőn megszáritjuk.

Munkavédelmi megjegyzések

A *brómmal* végzett munka nagy elővigyázatosságot igényel, ezért a bróm oldatot fülkében kell elkészíteni. A bróm gőzök mérgezőek, folyékony állapotban a bőrre jutva súlyos sebeket okoz. Ha bróm kerül a bőrre, akkor azt száraz ruhával gyorsan fel kell itatni, majd bő vízzel lemosni, azután a bőrfelületet töröljük le alkoholos vagy glicerines vattával.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Írjuk fel az aromás vegyületek halogénezésének mechanizmusát!

Írjuk fel a reakció körülmények és a katalizátorok hatása a halogénezési reakciók termékeloszlására!

A p-bróm-acetanilid hozamának kiszámolása!

13. PARA-BRÓM-ANILIN ELŐÁLLÍTÁSA

A gyakorlat célja

A para-bróm-anilin laboratóriumi előállítása para-bróm-acetanilidből, az amid savas hidrolízisével és a védőcsoport eltávolítása.

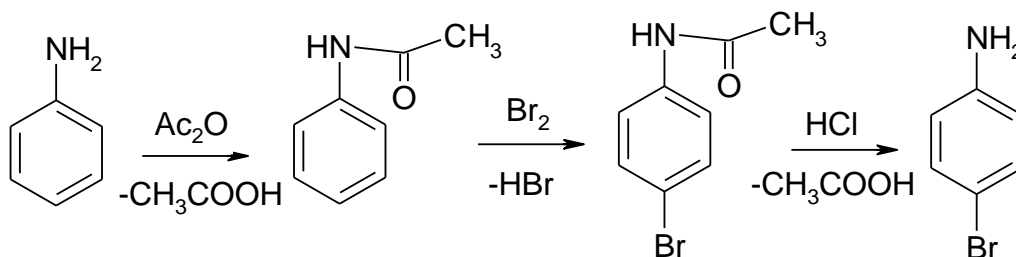
Reakciótípus: hidrolízis

Aromás aminok brómozása

Az amidok nitrogénje nem bázikus, ezért az aromás aminokat a brómozás előtt célszerű amiddá alakítani, az acetyl csoport nagyon alkalmas erre a célra. Az acetyl csoport ennél a reakciónál a védőcsoport szerepét tölti be, megakadályozza a nitrogént abban, hogy a reakció során nukleofil reakciópartnerként viselkedjen, a reakció végén pedig könnyen eltávolítható. Az N-acetyl származékok azért is alkalmasak védőcsoportnak, mert eltávolításuk egyszerű, eltávolításukat az amid savas hidrolízisével szokták végrehajtani.

Mivel az amidok a legkevésbé reaktív karbonsavszármazékok, ezért hidrolízisük is csak erélyes körülmények között megy végbe, emiatt kell a hidrolízisnél az amidokat tömény sósavoldattal forralni.

A reakcióegyenlet



Műveletek

- melegítés, bepárlás, keverés, vákuumszűrés, szárítás, átkristályosítás

Szükséges eszközök

- 100 cm³-es gömblombik
- visszafolyós hűtő, desztilláló feltét
- Büchner-tölcsér, szívópalack
- elektromos melegítő

Bemért anyagok

- 0,02 mol (4,28 g) p-bróm-acetanilid
- 0,194 mol (6 cm³), sósav, 35%-os (d=1,180 g/cm³)
- nátrium-hidroxid, 5%-os oldat (d=1,06 g/cm³)

Eljárás

Egy 100 cm³-es csiszolatos gömblombikba 0,02 mol (4,28 g) p-bróm-acetanilidhez 10 cm³ desztillált vizet és 0,194 mol (6 cm³) tömény sósavat töltünk. A lombikot visszafolyós hűtővel ellátva a reakcióelegyet melegítjük, egészen addig, amíg tiszta oldatot nem kapunk és az oldatból kivett néhány cseppnyi minta hígítva már nem zavarosodik meg. *(A p-bróm-acetanilid vízben nagyon rosszul oldódik, ezért ha elreagálatlanul van jelen a hideg víz hatására zavarosodás alakjában kiválik.)*

A reakcióelegyhez 30 cm³ desztillált vizet adunk és a hűtőt desztillációra szereljük át. A lombikba friss forrkövet teszünk és az oldatot kb. felére pároljuk be. A lombikban maradt betöményített oldatot egy 250 cm³-es Berzelius pohárba 25 cm³ jeges vízre öntjük, majd hűtés és kevergetés közben apránként adagolt 5%-os nátrium-hidroxid oldattal a reakcióelegy pH-ját 8-ra lúgosítjuk.

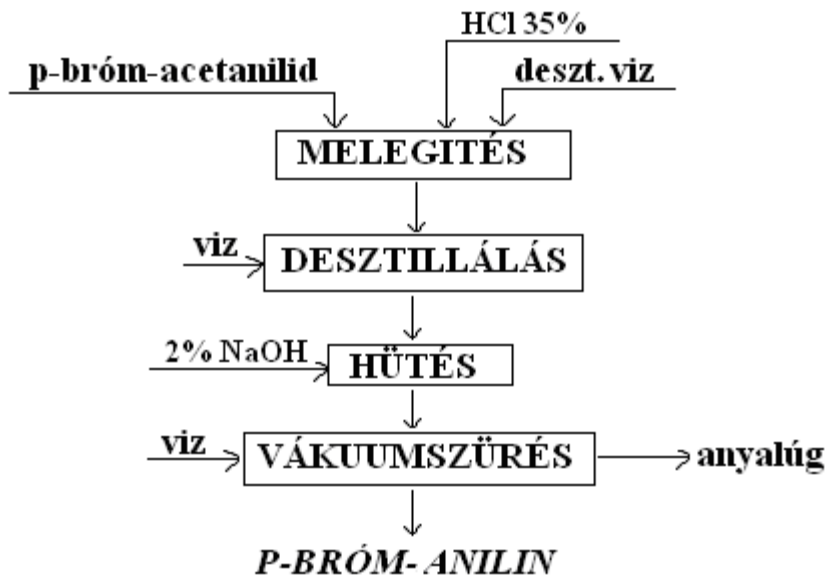
A p-bróm-anilin fehér csapadék alakjában kiválik, egy fél órás jeges vizes hűtés után vákuumszűrőn leszűrjük. A szűrőn még hideg vízzel mossuk majd levegőn szárítjuk.

Munkavédelmi megjegyzések

A *tömény sósavval* csak szemüvegben és gumikesztyűben dolgozzunk! A sav bemérését is fülke alatt végezzük!

A *vizes nátrium-hidroxiddal* végzett munka során kerüljük a lúg kicseppenését, mert a ruhánkat kilyukasztja!

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

Írjuk fel a savszármazékok hidrolízisének mechanizmusát savas és lúgos körülmények között!

Magyarázzuk meg a védőcsoportok alkalmazását a szerves kémiai szintézisekben!

A p-bróm-anilin hozamának kiszámolása!

14. A FENOL NITRÁLÁSA

A gyakorlat célja

Az orto- és para-nitrofenol laboratóriumi előállítás, majd szétválasztásuk vízgőz-desztillációval és oszlopkromatográfiás módszerrel.

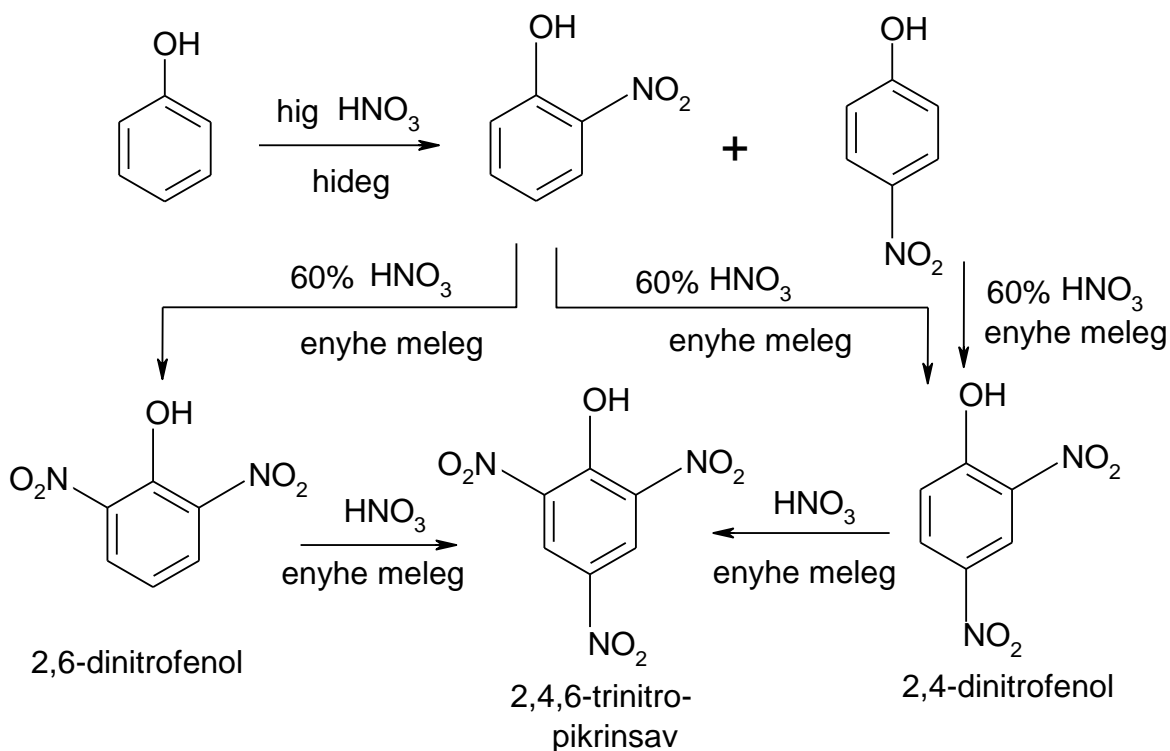
Reakciótípus: nitrálás, elektrofil szubsztitúció (SE)

A fenol nitrálása

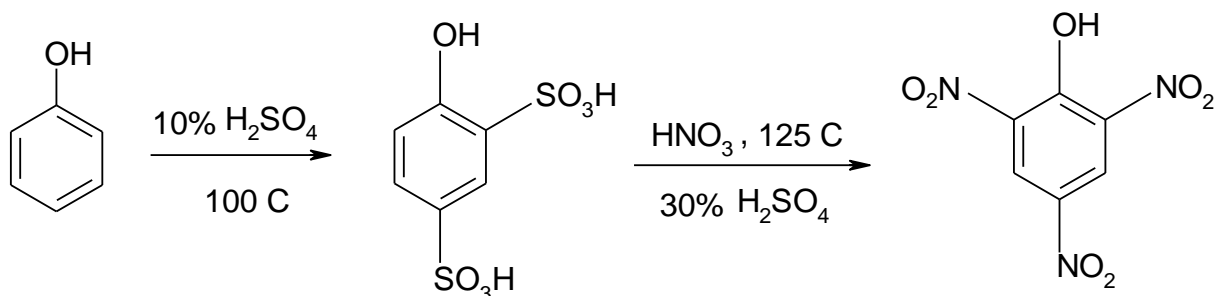
A fenol jellemző kémiai tulajdonságait az aromás kötésű OH^- csoport szabja meg. Az OH^- csoport jelentős mértékben megnöveli az aromás gyűrű reakciókészségét elektrofil szubsztitúciós reakciókban. A fenol típusú vegyületek határozottan savas jellegűek, általában gyenge savak.

A fenol nitrálása könnyen lejátszódó folyamat, az OH^- csoport erősen aktiválja az aromás gyűrűt. Mivel az OH^- csoport egyúttal oxidatív behatásokkal szemben is érzékennyé teszi az aromás vegyületet, ezért kettőnél több NO_2 csoportot tartalmazó fenolokat csak kerülő úton illetve kétszakaszos nitrálással készíthetünk.

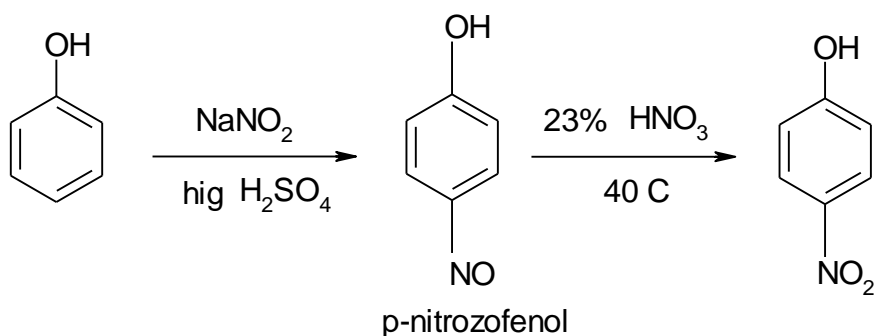
A fenol már hideg, híg salétromsav hatására is mononitrofenollá nitrálódik. Ilyenkor főleg 2-nitrofenol (orto) és 4-nitrofenol (para) keletkezik, s minél alacsonyabb a hőmérséklet, annál nagyobb hányadban képződik a para izomer. Továbbmenő nitrálásnál 2,4- és 2,6-dinitrofenol keletkezik.



A kitermelés rossz, a gyakorlatban másként állítják elő.

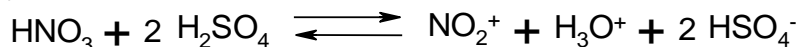


A tiszta 4-nitrofenol úgy készíthető, hogy a fenol savas közegben először 4-nitrozófenollá nitrozáljuk.

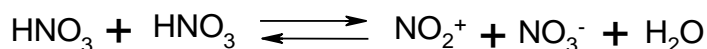


Feltételezhető, hogy a nitrálás a nitrozáláson keresztül megy végbe, ez részben igaz, mert a nitrálásnál para termék keletkezik. Ha a nitráló elegyhez salétromos-savat adagolunk megnő a para mennyisége.

Nitráló elegy:



A HNO_3 autoprotónálása:



Erélyes nitráló behatás (pl. nitráló elegy, tömény vagy füstölgő salétromsav alkalmazása) esetén a fenol jellegű vegyület oxidatív bomlást szenved. A nitrofenolok közül néhánynak nagy gyakorlati jelentősége van.

A reakcióegyenlet

Mechanizmus:

Műveletek

- kevertetés, semlegesítés, vízgőz-desztilláció, szűrés

Szükséges eszközök

- 250 cm³-es Erlenmeyer-lombik
- 500 cm³-es gömblombik, desztillációs berendezés
- Büchner szűrő

Bemért anyagok

- 0,04 mol (3,18 g, 3 cm³) fenol (d=1,06g/cm³)
- 0,22 mol (11 cm³) HNO_3 , 40%-os (d=1,245 g/cm³)
- kb. 5 g CaCO_3
- kb. 250 cm³ HCl , 2%-os (d=1,01g/cm³)

Eljárás

Egy 250 cm³-es Erlenmeyer lombikba mérjük 0,04 mol (3,18 g, 3 cm³) fenolt (melegítjük, hogy folyékony legyen), majd 0,22 mol (11 cm³) 40%-os salétromsavat állandó kevertetés közben, szobahőmérsékleten még 30 percet kevertetjük. Rátöltünk 100 cm³ hideg vizet, majd semlegesítjük kb.

5 g kalcium-karbonáttal, a salétromsav többletet, megtartva a pH=7,00 közeget.

Amikor már nem tapasztalható szén-dioxid fejlődés (kb. 20 perc után) vízgőz-desztilláció által szétválasztjuk a reakciókeverékből az orto és para származékokat. Az orto-nitrofenol vízgőzzel illékony, jégen kristályosítjuk. A lombikban maradt para-nitrofenolt tartalmazó elegyet jégen hűtjük, leszűrjük, majd melegítjük kb. 250 cm³ 2%-os sósavat hozzáadva és Büchner-szűrőn leszűrjük.

Munkavédelmi megjegyzések

A *fenol* erősen maró tulajdonságú anyag, a bőrre jutva súlyos ártalmakat okoz. Alacsony olvadáspontú, desztillálható, színtelen kristályos vegyület. Jellegzetes szaga van, a levegőn állva oxidáció folytán némi bomlást szenved, ezért rózsaszínű lesz. Vízben hidegen gyengén oldódik, 65°C fölött viszont korlátlanul egyedik vízzel.

A *salétromsav* kis mennyisége bőrre kerülve azt sárgára festi (xantoprotein reakció), nagyobb mennyisége maró hatású. Ha a sav a bőrre jutott, azonnal mossuk le bő vízzel, majd nátrium-hidrogén-karbonáttal semlegesítsük a bőr felszínét. A nitrálás során felszabaduló nitrózus gázok nagyon mérgezőek, kerüljük belélegzésüket.

A *para-nitrofenol* szövetfesték, a bőrről nehezen mosható le.

Az orto- és para-nitrofenol szétválasztása vízgőzdesztillációval

A vízgőz-desztilláció vízzel nem, vagy korlátozottan elegyedő és nem reagáló, 100°C körül 5-10 Hgmm gőznyomást elérő folyadékok (szilárd anyag) tisztítására vagy szétválasztására alkalmas eljárás.

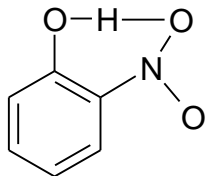
Azon az elven alapszik, hogy két egymással nem elegyedő folyadék felett a gőznyomást a két komponens gőznyomásának összege adja meg, függetlenül a kérdéses komponensek folyadékfázisú koncentrációjától. Az ilyen elegy gőznyomása alacsonyabb hőmérsékleten lesz egyenlő a külső nyomással, ennek következtében az ilyen elegyek forráspontja alacsonyabb, mint a legalacsonyabb forráspontú elegyalkotó komponens forráspontja. Mivel a vízgőz-desztillációnál az egyik elegyalkotó komponens a víz, a desztilláció általában 100°C-nál alacsonyabb hőmérsékleten végezhető, így alkalmas magas forráspontú anyagok kíméletes desztillációjára.

A vízgőz-desztilláció megoldható külső gőzforrás alkalmazásával, amikor egy gőzfejlesztő kazánból vezetünk gőzt a desztillálandó anyagot tartalmazó melegített lombikba. Kisebb anyagmennyiség esetén a

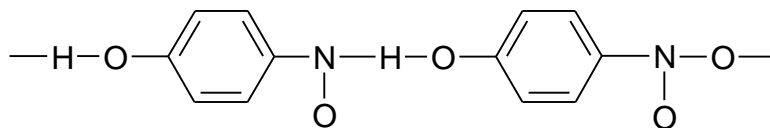
desztillálható anyagot tartalmazó lombikba vizet öntünk, és melegítéssel a lombikban képezzük a gőzt, szükség szerint pótolva a fogyó vizet.

A fenol enyhe nitrálásánál egymás mellett képződő orto- és para-nitrofenol könnyen elválasztható egymástól, mert az orto-nitrofenol vízgőzzel illó, míg a para-nitrofenol nem. Az orto-nitrofenol tehát a molekulásúlyának megfelelő illékonyságú anyag, a para-nitrofenol illékonysága a molekulák asszociáltsága miatt lényegesen kisebb.

A két nitrofenol illékonyságában mutatkozó különbség arra vezethető vissza, hogy az orto-nitrofenolban az OH⁻ csoport és a NO₂ csoport egyik oxigén atomja között intramolekuláris gyűrűs H kötés alakul ki, a para-nitrofenolban viszont a H kötés a molekulák között intermolekulárisan jön létre, ami a molekulák asszociációjához, vagyis az effektív molekulásúly növekedéséhez vezet.

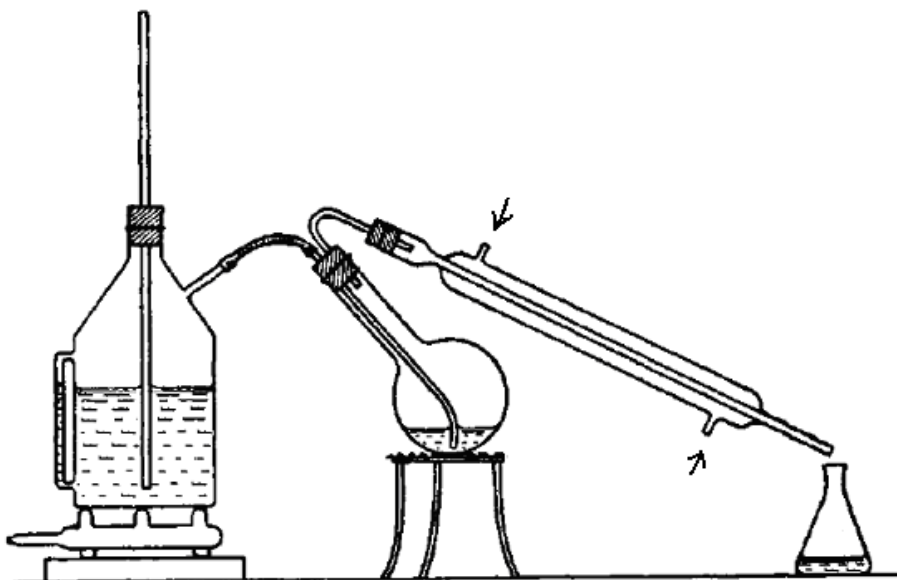


intermolekuláris H kötés

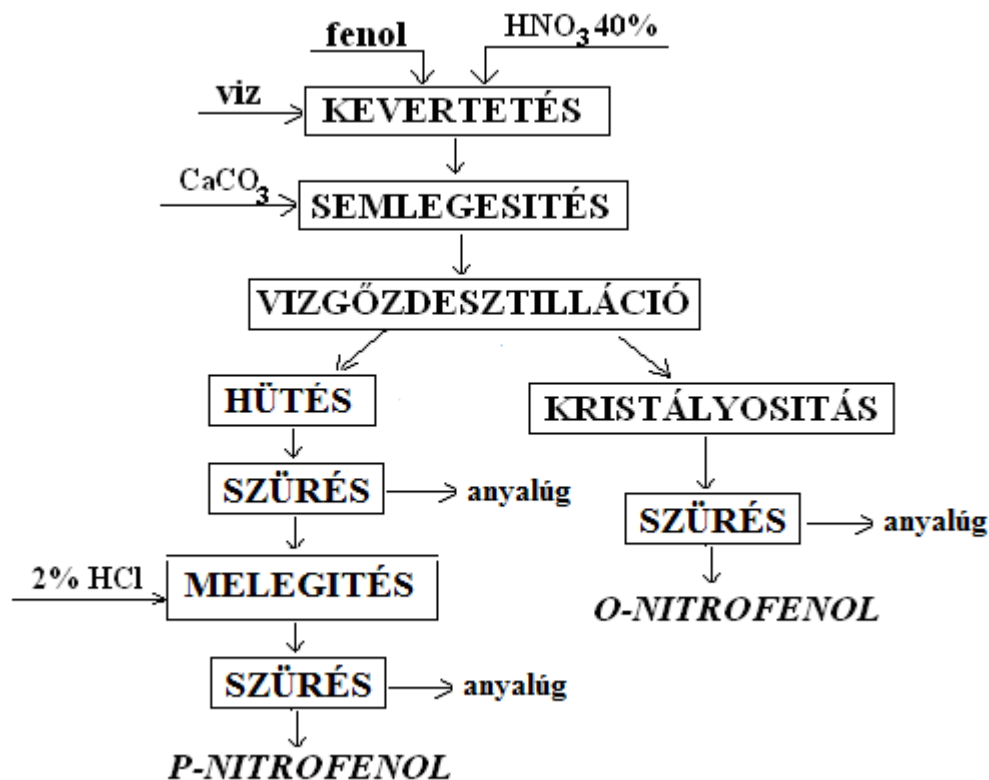


intermolekuláris H kötés

A berendezés rajza



Folyamatábra



Az orto- és para-nitrofenol szétválasztása oszlopkromatográfias módszerrel

Az oszlopkromatográfia a nem illékony szerves vegyületek szétválasztásának általánosan alkalmazott módszere. Az oszlopkromatográfia végrehajtásához kromatográfias oszlopot kell készíteni. A szilikagél az egyik gyakran alkalmazott adszorbens. Ha az oszlopra anyagkeveréket viszünk fel, majd oldószerrel mossuk, a komponenseket tartalmazó oldószer lefelé halad az oszlopon és elég hosszú oszlop esetében a komponensek teljesen elválnak egymástól. Színes anyagok szétválasztása esetén a folyamat jól követhető és könnyen meg lehet állapítani, mikor kell a szedőedényeket cserélni.

Száraz Erlenmeyer-lombikban kb. 7g szilikagélből 15 ml diklórmetánnal szuszpenziót készítünk, amelyet az oszlopba töltünk, a korábban az oszlop alján elhelyezett vattadarabkára. Ügyeljünk arra, hogy az oszloptöltet felülete vízszintes legyen és a töltetben repedések, légbuborékok ne keletkezzenek! Az oszlopot mossuk át 5-10 cm³ diklórmetánnal, majd a

szilikagél leülepedése után a tetejére újra vattadarabot helyezünk, végül az oszlopot 10 cm^3 diklórmétánnal ismét öblítsük át. Az adszorbensre öntsünk 3 cm^3 -t a 2- és 4-nitrofenol keverékének 2%-os diklórmétános oldatából. A kromatográfiás elválasztást kezdetben a diklórmétán folyamatos adagolásával végezzük úgy, hogy az oszlopról lecsepegő oldószer mennyiségét megfelelő ütemben pótoljuk.

A lecsepegő oldatot az első élénksárga folyadékcsepp megjelenésétől kezdve kémcsőbe gyűjtjük. A 2-nitrofenol teljes mennyiségének összegyűjtése után az oldószer polaritását megnöveljük és a 4-nitrofenol eluálását a továbbiakban etil-acetát és diklórmétán 1:1 arányú elegyével végezzük. Az egyes frakciók tisztaságát vékonyréteg-kromatográfiával ellenőrizzük, futtatószerként diklórmétánt alkalmazva.

Kérdések, feladatok

A OH^- csoport irányító hatása?

A semlegesítési reakció jelentősége?

Hogyan választható el az orto és para keverék?

A vízgőz-desztilláció lényege!

A folyadékoszlop-kromatográfia lényege!

Az orto- és para-nitrofenol hozamának kiszámolása!

15. ILLÓOLAJOK IZOLÁLÁSA FŰSZEREKBŐL

Az illóolajokat főleg kellemes illatuk és aromájuk miatt használják a parfümökben, füstölőkben és ételek ízesítésére, néhányuknak gombaölő hatása is van, másokat a gyógyászatban alkalmazzák. Az illóolajok bármely növényi részben előfordulhatnak, de leggyakrabban a magvakban vagy a virágokban koncentrálnak.

Illékonyságuk miatt vízgőz-desztillációval izolálhatók. A jellegzetes illatért vagy zamatért felelős illóolaj-komponensek között alkoholok, észterek, szénhidrogének és oxo-vegyületek találhatók, ezek általában terpének, terpenoid származékok.

A növényekből izolált illóolajat alkothatja egy főkomponensként jelen levő vegyület, amelyet viszonylag tisztán kapunk egyszerű műveletek után. Más illóolajok számos komponensből állnak, amelyből a számunkra értékes anyag kis koncentrációban van jelen, ez a helyzet általában a fűszereknél és illatanyagoknál is.

Műveletek

- vízgőz-desztilláció, extrakció, szárítás, szűrés, bepárlás

Szükséges eszközök

- 500 cm³-es, 125 cm³-es gömblombik
- desztilláló berendezés, választótölcsér
- Bunsen-égő, rotációs bepárló

Bemért anyagok

- kb. 15 g őrölt fűszer
- 0,17 mol (10 g) nátrium-klorid
- diklór-metán ($d=1,42 \text{ g/cm}^3$)
- szárított magnézium-szulfát

Eljárás

Egy 500 cm³-es gömblombikba 15 g őrölt fűszert és 150 cm³ vizet teszünk. A lombikot desztilláló berendezéshez iktatjuk, majd melegíteni kezdjük nyílt lánggal. Az oldalszáras szedőlombikot jégfürdővel hűtjük. A lombikot úgy melegítjük, hogy a desztilláció lassú és egyenletes legyen. Közben a desztilláló lombikba időnként vizet adunk, hogy a folyadék szintje ne változzon a desztilláció során. Kb. 100 cm³ desztillátumot gyűjtünk és 0,17 mol (10 g) nátrium-kloridot adunk hozzá. A vizes desztillátumot 250 cm³-es választótölcsérbe öntjük és extraháljuk diklór-metánnal.

A szerves fázist vízmentes magnézium-szulfáton szárítjuk (akár egy napig is lehet hagyni). A szárítószeret szűrővel eltávolítjuk, kevés tiszta oldószerrel átmoszuk és az egyesített diklór-metános oldatot 125 cm³-es gömblombikba öntjük. Csökkentett nyomáson bepároljuk, az olajos maradék tartalmazza a kívánt olajat, amelyet megtisztíthatunk vagy szétválaszthatunk komponenseire, pl. kromatográfiával, desztillációval.

A következő fűszernövényeket használhatjuk a gyakorlatban:

Fűszernövény	főkomponens neve	főkomponens fp. °C	futtató elegy	R _f (szín)
Köménymag	köményaldehid d-limonén d-karvon	235	b) kénsavas vanilin	0,75 (piros-lila) 0,55 (zöld) 0,9 (vörösbarna)
Ánizs	anetol	234	a) kénsavas vanilin	0,7 (vörös-rózsaszín)
Szegfűszeg	eugenol	252	b) kénsavas vanilin	0,65 (világosbarna)
Borsmenta	l-mentol	216	b) kénsavas vanilin	0,4 (ibolyakék)

Futtatóelegyek készítése:

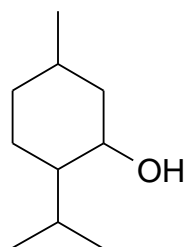
a) benzol : kloroform = 2,5 : 7,5

b) benzol : etil-acetát = 9,5 : 0,5

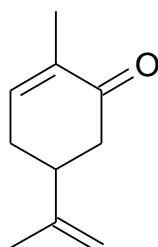
A kénsavas vanilin előhívó készítése (3%): 3 g vanilint oldunk 2 cm³ tömény kénsavban és 96%-os etanollal 100 cm³-re egészítjük ki. A vékonyréteg-lapot lepermetezzük a reagenssel és 10 percig 120°C-on (szárítószekrényben) tartjuk a lapot.

Az illóolaj színei jellegzetes színekkel jelennek meg.

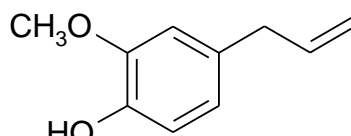
Az illóolajokat alkotó komponensek között találunk monoterpéneket (pl. karvon, limonén, mentol) és aromás vegyületeket is (pl. az eugenol egy allilbenzol).



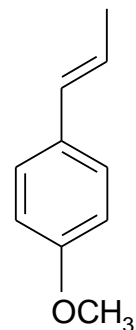
mentol



karvon



eugenol

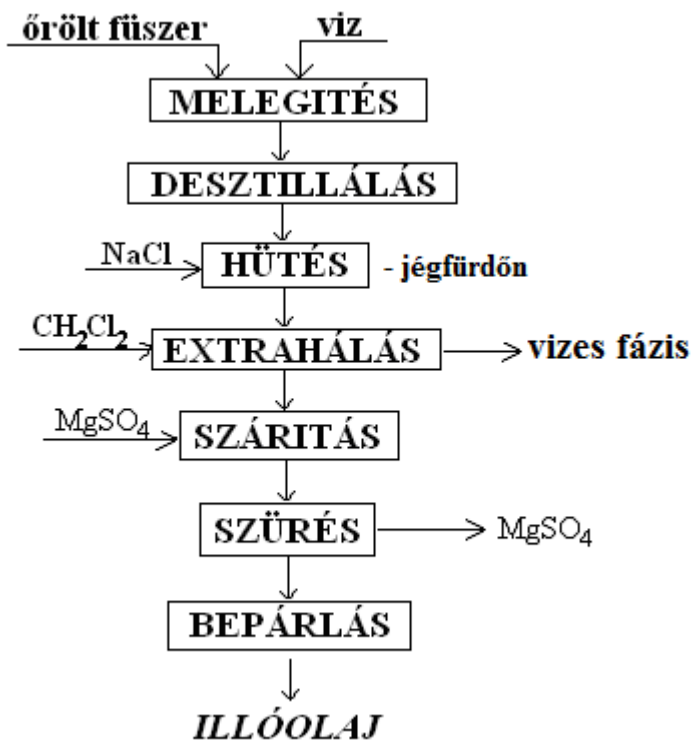


anetol

Munkavédelmi megjegyzések

A diklór-metán illékony, gőzei az egészségre ártalmasak. Mérgező, használjunk gumikesztyűt, vigyázzunk gőzeit ne szívjuk be!

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

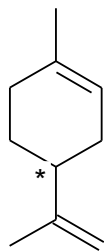
Az illóolaj hozamának kiszámolása!

16. D-LIMONÉN IZOLÁLÁSA NARANCS VAGY CITROM HÉJÁBÓL

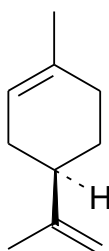
A növényekből izolált illóolajat alkothatja egy főkomponensként jelen levő vegyület, amelyet viszonylag tisztán kapunk egyszerű műveletek után, néha viszont nehezen lehet ezeket a komponenseket egységes, tökéletesen tiszta állapotban elkülöníteni.

Limonén (1.8-p-mentadien) a legelterjedtebb és legfontosabb monoterpen ($C_{10}H_{16}$), a természetben megtalálható, illetve illóolajokból elkülöníthető mentadien. Egy asszimetrikus C-atomot tartalmaz, ezért d- és l-módosulatban léphet fel. A természetben nemcsak a két optikailag aktív módosulat található meg, hanem a racém alak is, amelyet dipentennek (d,l-limonen) neveznek.

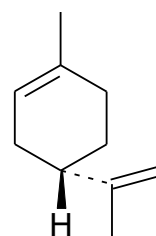
A limonen a citromhéj, narancshéj, kömény, kapor, zeller és sok más növény illóolajának alkotórésze. A citromhéj illóolaja főleg d-limonénből áll (90%). Az l-limonen a fenyőtoboz illóolajának, az orosz fodormentaolajnak egyik jellegzetes alkotórésze, a dl-limonen a citromfű-, a kámforolajban és sok más illóolajban megtalálható. Melegen készült terpentinelajok is számottevő mennyiségű dipentent tartalmaznak, (ennek megjelenése itt részben a limonen hő hatására bekövetkező racemizálódására vezethető vissza).



limonen



d-limonen



l-limonen

Műveletek

- vízgőz-desztilláció, extrakció
- szárítás, szűrés, bepárlás

Szükséges eszközök

- 100 cm³-es, 500 cm³-es gömblombik,
- desztillálókészülék, elektromos melegítő,

- 125 cm³-es választótölcsér, csiszolatos Erlenmeyer lombik

Bemért anyagok

- kb. 150-200 g citrom vagy narancs héj
- 70 cm³ diklór-metán ($d=1,42 \text{ g/cm}^3$)

Eljárás

Meghámozunk öt narancsot vagy citromot, majd a héját apró darabokra vágjuk, kb. 150-200 g-ra lesz szükség. Az előkészített héjat 500 cm³-es gömblombikba tesszük és 250 cm³ vizet öntünk hozzá. A gömblombikot desztilláló berendezéshez iktatjuk és tartalmát elektromos melegítővel forrásig melegítjük (forrkő helyett egy-két darab Raschig-gyűrűt használjunk). A desztillátumot leszálló hűtőn keresztül 250 cm³-es, jeges vízzel hűtött oldalszáras lombikba gyűjtjük. Mintegy 8 cm³ párlatot szedünk, majd a desztillátumot 125 cm³-es választótölcsérbe öntjük és háromszor 20 cm³ diklór-metánnal kirázzuk.

A szerves fázist vízmentes magnézium-szulfáton szárítjuk, csiszolatos Erlenmeyer lombikban, mert az izolált anyag illékony. A szárítószeret redős szűrőn átszűrjük és átmoszuk kétszer 5 cm³ tiszta oldószerrel. A szűrletet 100 cm³-es gömblombikba töltjük és gólyaorral ellátott desztillálókészüléken lepároljuk, ilyen körülmények között a diklór-metán átdestillál (fp.:42-43°C), a d-limonén (fp.:72°C) a desztillálólombikban marad.

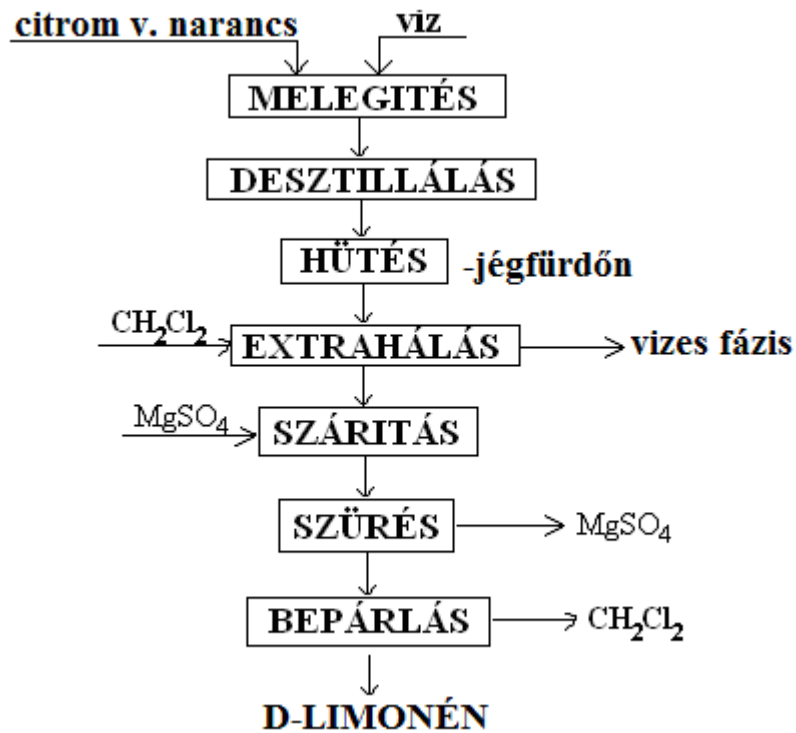
A bepárlási maradék tisztaságát vékonyréteg-kromatográfiával ellenőrizzük, futtatószerként benzol etil-acetát 9,5:0,5 arányú keverékét alkalmazva.

Munkavédelmi megjegyzések

A *diklór-metán* illékony, gőzei az egészségre ártalmasak. Mérgező, használjunk gumikesztyűt, vigyázzunk gőzeit ne szívjuk be!

A *d-limonen* vízben oldhatatlan, alkohollal elegyedik, színtelen folyadék szobahőmérsékleten erős narancsszaggal. A citrom és más citrusfélék nagy mennyiségben tartalmazzák. Használják fertőzés-gátlóként és tisztítószerekben is alkalmazzák.

Folyamatábra

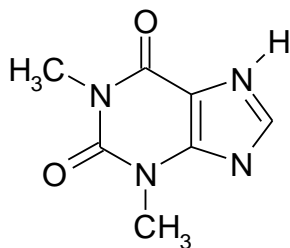


Kérdések, feladatok

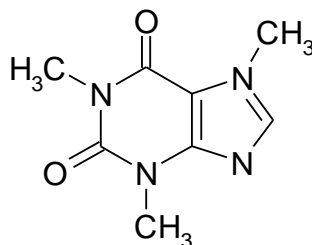
A termék hozamának kiszámolása!

17. A KOFFEIN IZOLÁLÁSA TEÁBÓL

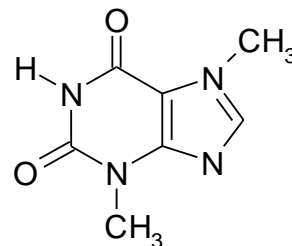
A koffein általánosan használt élénkítő szer. Más alkaloidokkal együtt számos növényben megtalálható, pl. a kávéban, teában. Izolálása viszonylag könnyen megoldható a teából. A koffein purinvázat tartalmazó alkaloidok közé tartozik, hasonló szerkezetű heterociklusos vegyületek a teofillin (tea) és a teabromin (kakaóbab).



teofillin



KOFFEIN



teobromin

A koffein vagy 1,3,7-trimetil-xantin fehér, keserű ízű, kristályos vegyület. A kávé (1-1,5%), tea (2-5%) és kóladió (kb. 1,5%) alkaloidja, kis mennyiségben a kakaóbab is tartalmazza. Vízben rosszul oldódik, ezért a jól oldódó kettős sóit használják.

A *teofillin* és a *teabromin* vizelethajtó tulajdonságáról ismert. A teofillin (1,3-dimetil-xantin) egy metilxantin szerkezetű gyógyszeranyag, melyet légúti betegségek: krónikus tüdőbetegség és asztma kezelésére használnak.

Szilárd anyagok extrahálásánál legegyszerűbb, ha az oldószert állni hagyjuk a szilárd anyagon, és időnként megkeverjük az elegyet. Az extrakció befejeződése után a szilárd maradékot szűréssel választjuk el a folyadéktól. Nagyon sok növény tartalmaz biológiailag aktív molekulákat, ilyen esetekben válik szükségessé, hogy a szilárd anyagból megfelelő oldószerezrel vonjuk ki a hatóanyagot.

Műveletek

- forralás, hűtés, extrahálás, szárítás, bepárlás

Szükséges eszközök

- Berzelius pohár, gömblombik, választótölcsér

Bemért anyagok

- kb. 4 g teafű

- 15+15 cm³ diklórmetán (d=1,42 g/cm³)
- 1%-os nátrium-hidroxid oldat
- metanol

Eljárás

Egy Berzelius pohárban felforralunk 50 cm³ desztillált vizet, majd hozzáteszünk 4 g teafüvet, és 10 percig állni hagyjuk. A lehűtött oldathoz 5 cm³ 1%-os nátrium-hidroxid oldatot adunk, majd kétszer 15 cm³ diklórmetánnal extraháljuk. (Ügyeljünk arra, hogy extrakció során csak enyhén rázogassuk, mert ellenkező esetben emulzió képződhet!) A diklórmetános fázist izitott nátrium-szulfáton szárítjuk (mintát veszünk a vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálathoz). Lemérünk egy kis gömblombikot, beleöntjük az extraktumot és bepároljuk.

A szilárd maradék a nyers koffein, amelynek tömegét lemérjük, tisztaságát pedig vékonyréteg-kromatográfiával ellenőrizzük. A vékonyréteg-lapra a nyers extraktumból vett mintát is felcseppentjük. Futtatószerként diklórmetán és metanol 9:1 arányú elegyét, azonosítás céljára pedig a tiszta koffein oldatát alkalmazzuk.

A tea 2-5 %, míg a kávé 5% koffeint tartalmaz. A koffein kivonásának elve az, hogy oldatba visszük, és alkalmas műveletekkel elválasztjuk a többi komponenstől. A művelet során azonban a koffeinhez hasonló szerkezetű teofillin is kivonódik a tealevélből, mindkettő oldódik a vízben.

A tealevél a koffein és teofillin mellett egyéb, forró vízben oldható vegyületeket is tartalmaz, ezeket gyűjtőnéven tanninoknak nevezzük. A fenolos OH csoportjaik miatt azonban a tanninok savas jellegű vegyületek, ezért bázissal sőt képeznek. Ha ezt a bázikus oldatot vízzel nem elegyedő szerves oldószerrel (pl. diklórmetán) extraháljuk a vízben jól oldódó só a vizes fázisban marad, míg a szerves oldószerben jobban oldódó koffein átmegy a szerves fázisba. A diklórmetános oldatot bepárolva csaknem tiszta koffeint kaphatunk. A szennyezéseket a nyers koffein átkristályosításával lehet eltávolítani.

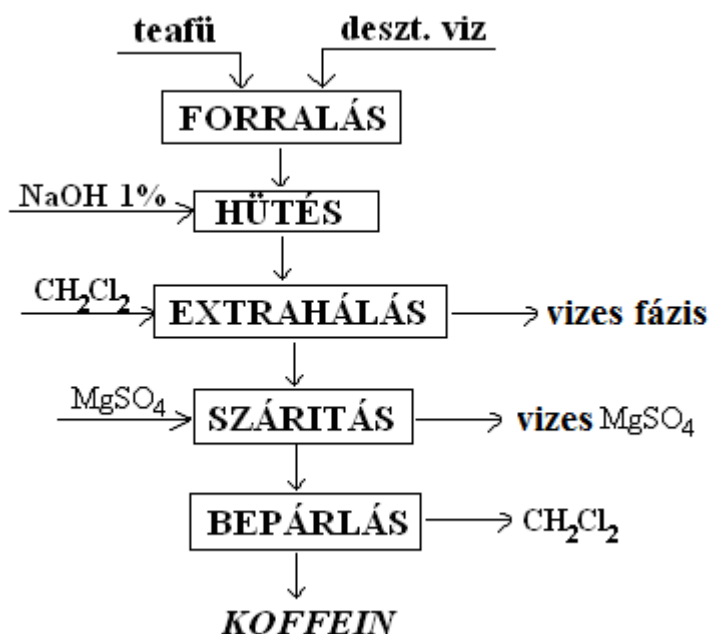
A koffein átkristályosítását keverék oldószerből szokták végezni. A nyers koffeint feloldják olyan forró szerves oldószerben, amelyben az jól oldódik (pl. acetón). Ezt követően olyan oldószert (pl. hexán) csepegtetnek hozzá, amelyben a koffein rosszul oldódik. Ekkor az elegy zavarossá válik és kikristályosodik.

Munkavédelmi megjegyzések

A *diklór-metán* illékony, gőzei az egészségre alkalmasak. Mérgező, használjunk gumikesztyűt, vigyázzunk gőzeit ne szívjuk be!

A *metanol* könnyen illó, mérgező és gyúlékony oldószer. Kerüljük belélegzését és bőrre kerülését. A mosás közben gázfejlődés tapasztalható. Vigyázzunk, hogy a rázótolcsérben ne alakuljon ki túlnyomás. Ezt gyakori levegőztetéssel előzhetjük meg.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

A koffein hozamának kiszámolása!

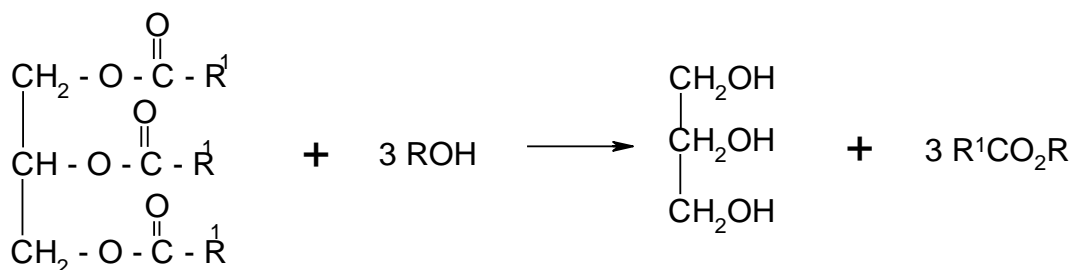
18. SZAPPAN KÉSZÍTÉSE

A zsírok telített és telítetlen zsírsavak glicerín-észterei. Az állati és növényi eredetű zsírok többsége triglicerid. A természetes eredetű trigliceridekben a zsírsavak mindig páros szénatomszámúak, leggyakoribbak a 16 és 18 szénatomot tartalmazó zsírsavak. Fizikai állaguk alapján alacsony olvadáspontú zsírokra és szobahőmérsékleten folyadék halmazállapotú viszkózus olajokra osztjuk. A zsírok vízben oldhatatlanok, szerves oldószerekben oldódnak, emulgálhatók.

Az észter-kötés hidrolízise

Az észter-kötés felszakad, ha a zsírt katalizátorok jelenlétében magas nyomású gőzzel kezelik. A keletkező glicerín és a zsírsav kidesztillálható. A hidrolízis bázikus körülmények között is elvégezhető. A zsírok észter-kötése átészterezéssel is megszüntethető az alkohol (R-OH) megfelelő megválasztásával.

A reakcióegyenlet



Műveletek

- melegítés, forralás, oldás, keverés, szuszpendálás, szűrés, szárítás

Szükséges eszközök

- 50 cm³-es, 250 cm³-es Berzelius pohár
- 100 cm³-es gömblombik, olajfürdő
- üvegbot, Büchner szűrő, Erlenmeyer edény

Bemért anyagok

- kb. 4 g vaj vagy margarin
- 15 cm³ etil-alkohol, 95%-os (d=0,805 g/cm³)
- 0,05 mol (2 g) NaOH

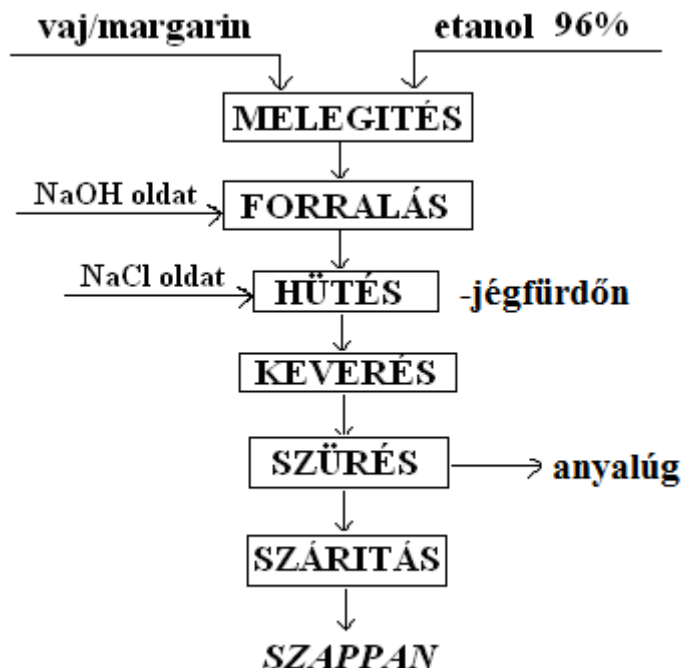
- 0,205 mol (12 g) NaCl

Eljárás

Egy 50 cm³-es Berzelius pohárba kb. 4 g vaját vagy margarint mérjük be, majd 15 cm³ 95%-os etilalkohol hozzáadásával, enyhe melegítéssel feloldjuk a triglicerid-tartalmú keveréket. Az így kapott oldatot egy 100 cm³-es gömblombikba 0,05 mol (2 g) nátrium-hidroxid 10 cm³ vízzel készített oldatához öntjük. Olajfürdőbe tesszük a gömblombikot és 30 perc forralás közben kavargatjuk. Ez alatt egy 250 cm³-es Berzelius-pohárban 0,205 mol (12 g) nátrium-kloridot 50 cm³ vízben oldunk, majd oldódás után az oldatot jeges-vizes fürdőbe tesszük.

A reakcióidő letelte után a szappanoldatot lassan a lehűtött sóoldathoz öntjük, miközben az oldatot üvegbottal keverjük. A kivált csapadékot szűrjük, majd a visszamaradó nátrium-hidroxid eltávolítására kevés jéghideg vízben szuszpendáljuk (Túl sok víz alkalmazásakor a szappan feloldódhat, ezért csak az éppen szükséges mennyiséget használjuk fel!) és szűrjük, majd levegőn szárítjuk, a végén pedig megmérjük.

Folyamatábra



Kérdések, feladatok

A szappan hozamának kiszámolása!

A visszamaradó részből 1 g-ot kivéve oldjuk fel egy kémcsőbe minimális mennyiségű vízben, majd hűtjük le szobahőmérsékletre. Szűrjük meg az oldatot, osszuk szét három kémcsőbe és adjunk néhány csepp 0,1 M-os CaCl_2 -, MgCl_2 - és 2 N HCl-oldatot a kémcsövekhez! Jegyezzük le észrevételeinket!

A TERMÉKEK MINŐSÉGÉNEK VIZSGÁLATA

VÉKONYRÉTEG KROMATOGRÁFIA (VRK)

A vékonyréteg kromatográfia széles körben alkalmazott technika az anyagkeverékek minőségi vagy fél-minőségi analízisére. A kromatogram elkészítése, kifejlesztése minimális berendezést igényel, időigénye is csekély. Ahol az elválást egy szilárd lapra (üveg, vékony alumíniumlemez, műanyaglap) felvitt vékony (0,1-0,25 mm vastagságú) állófázison a kapillárishatás következtében mozgó fázis (eluens) segítségével valósítjuk meg. A mozgó fázis (oldószerfront) előrehaladási sebességét a kapillárishatás erőssége és az eluens viszkozitása korlátozza. A kromatogram kifejlesztése során (nevezzük futtatásnak is) az eluens a különböző kémiai szerkezetű anyagokat eltérő távolságra viszi fel. A vándorlást a VRK-ban az R_f (retenciófaktor) értékkel jellemezzük, amelynek definíciója:

$$R_f = \frac{\text{az anyag vándorlási távolsága a felcseppentés helyétől}}{\text{az oldószerfront vándorlási távolsága a felcseppentés helyétől}}$$

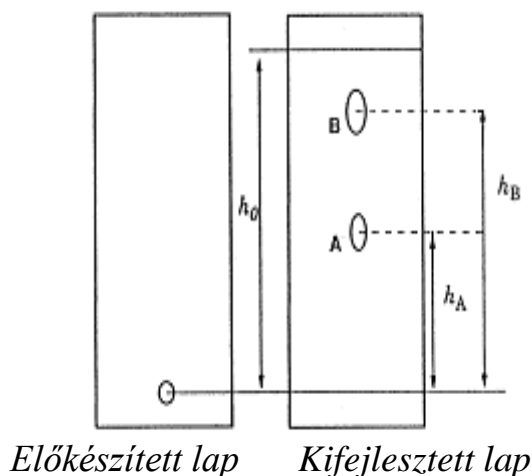
Az R_f érték megadásánál mindig pontosan fel kell tüntetni a vizsgálati körülményeket is (adszorbens típusa, oldószer). A VRK-ban használt állófázisok a visszatartó képességük sorrendjében normál fázisok esetén: poliamid < cellulóz < szilikagél < alumíniumoxid. Az álló fázis és a szétválasztandó elegy komponensei között a következő kölcsönhatások fordulhatnak elő: sóképzés, koordinatív hatások, hidrogénhidás kötések, dipól-dipól kölcsönhatások. A helyes oldószer vagy oldószerkelet az elválasztandó anyag polaritásának függvényében választjuk meg. Normál fázisú kromatográfia (az állófázis polárosabb a mozgó fázisnál) esetén a polárosabb anyagok (amelyek polárosabb funkció csoportokat tartalmaznak, pl. alkoholok, aminok, karbonsavak) elmozdításához polárosabb eluens szükséges. Néhány, a normál fázisú kromatográfiában leggyakrabban használt oldószer elúciós erőssorrendje:

hexán/petroléter < toluol < diklórometán < éter < etilacetát < aceton < metanol < víz < ecetsav

Az elválasztás, illetve az oldószer vagy oldószerkelet akkor megfelelő, ha a szétválasztott komponensek R_f értéke 0,3 és 0,8 között van. A vizsgált mintát, amely egy eluens rendszerben csak egy komponens mutat, csak akkor fogadhatjuk el egységesnek, ha még legalább két másik

eluens rendszerben is egyetlen komponenst mutat. Ugyancsak két ismeretlen anyagot, vagy egy ismert és egy ismeretlen anyagot csak akkor fogadhatunk el azonosnak, ha legalább három eluens rendszerben is eluens-rendszerenként ugyanazt az R_f értéket adják, és összecséppentve őket a kifejlesztés után egy foltot adnak.

A VRK-ban általában a gyors vizsgálatokhoz kb. 10x4 cm-es lemezeket vágunk. Fontos, hogy az adszorbens felületet ne érintsük meg kezünkkel. A vékonyréteg lapra az elválasztandó vagy összehasonlítandó mintát alacsony forráspontú oldószerrel készült híg oldat formájában kapillárisal visszük fel a lap aljától kb. 1 cm, egymástól legalább 0,8-1 cm távolságra úgy, hogy a kapilláris végét egy pillanatra az adszorbens felületéhez érintjük. Megvárjuk míg az oldószer elpárolog, és esetleg a felcseppentést még egyszer megismételjük. Szép kromatogramot kapunk, ha a felcseppentés helyén a minta 1-2 mm átmérőjű foltban helyezkedik el. Jó, ha a felcseppentési helyeket előre kijelöljük puha grafitceruzával.



$$R_f(A) = h_A/h_0 \quad R_f(B) = h_B/h_0$$

h_0 – oldószerfront

h_a – az A vegyület vándorlási távolsága

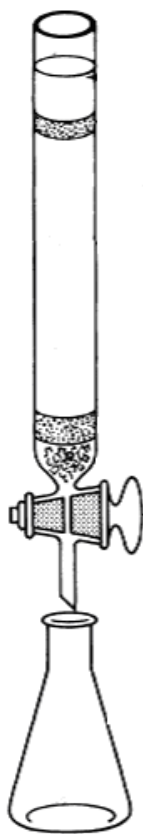
h_b – a B vegyület vándorlási távolsága

A lemezeket ezután a fedővel ellátott, az eluens max. 0,5 cm magasságig tartalmazó futtató kádba helyezzük. A kromatogramm kifejlesztését addig folytatjuk, míg az oldószerfront majdnem eléri a lemez tetejét. Ekkor a kádból csipesszel kivesszük, és szárítással elpárologtatjuk az oldószert. Ha a vizsgált minta színes, úgy az elválasztott anyagokat színes foltokként látjuk. Ha nem színes, akkor a lemezkét UV-lámpa alá helyezzük.

Mivel az adszorbens rétegbe általában fluoreszcens indikátort kevernek, a lap UV-lámpa alatt fluoreszkál, ahol pedig anyag van, ott sötét folt jelentkezik. A lapot speciális reagensek permetével is lefújhatjuk, amelyek a szétválasztott elegy komponenseinek foltjaival jellegzetes színreakciókat adnak (pl. foszforsav, kénsav, jódgőz).

OSZLOPKROMATOGRÁFIA

Az oszlopkromatográfia a nem illékony szerves vegyületek szétválasztásának általánosan alkalmazott módszere. Az oszlop kromatográfia végrehajtásához kromatográfiás oszlopot kell készíteni. A szilikagél az egyik gyakran alkalmazott adszorbens. Ha az oszlopra anyagkeveréket viszünk fel, majd oldószerrel mossuk, a komponenseket tartalmazó oldószer lefelé halad az oszlopon és elég hosszú oszlop esetében a komponensek teljesen elválnak egymástól. Színes anyagok szétválasztása esetén a folyamat jól követhető és könnyen meg lehet állapítani, mikor kell a szedőedényeket cserélni.



Kromatográfiás oszlop szedőedénnyel

Az oszlopkromatográfiát néhány 10 mg-tól 10 g-ig terjedő keverékek szétválasztására használják. Az adszorbens és eluens kiválasztását jól meg lehet jósolni vékonyréteg kromatográfiás elővizsgálatokkal. Általában az az adszorbens és eluens ad jó eredményt az oszlopkromatográfiában, amelyek a VRK-ban az adott keveréknél a komponensek nem húznak csóvát a rétegen, jól meghatározott foltot adnak és R_f értékük 0,3 és 0,6 közé esik. Az oszlopkromatográfiában különböző szemcseméretű és aktivitású szilikagélt és alumíniumoxidot használunk. A használt adszorbens mennyiségét az elválasztandó minta mennyisége határozza meg, általában az elválasztandó anyagmennyiség 50-100-szorosa. A szemcseméret 0,125 - 0,25 mm. Az alkalmazott töltet magasságának és átmérőjének a legkedvezőbb aránya 8-10:1. Az adszorbenst vagy szuszpenzióként vagy szárazon töltjük az oszlopba, a szárazon töltés után az eluenssel átnedvesítjük az oszlopot.

Mindkét töltési módnál tömöríteni kell a töltetet, és nem lehet levegőbuborék az oszlopban. Vigyázni kell, hogy az adszorbenst mindig fedje oldószer. A szétválasztandó mintát leginkább az eluens minél kisebb térfogatában oldva rétegezzük az adszorbens tetejére, majd az eluens szintjét leengedjük az adszorbens szintjéig. Ezután egy alkalmas adagolóberendezésből, általában választótölcsérből adagolva, a szintet állandó magasságban tartva az eluenst átáramoltatjuk az oszlopon. A legkedvezőbb lineáris áramlási sebesség általában 0,1-0,5 cm/perc. Az oszlopról lecsepegő oldatot meghatározott térfogatú frakciókként fogjuk fel (kémcsövekbe vagy Erlenmeyer-edényekbe) és összetételüket VRK-val vizsgáljuk. Az oszlop kromatográfiában az R_f érték helyett a retenciós térfogatot (V_R) használjuk, ami a komponens oszlopvégen történő megjelenéséhez szükséges mozgófázis térfogat. Az eluens áramlási sebességét bizonyos esetekben gyorsíthatjuk szívatással vagy enyhe levegő, vagy inert gáz (nitrogén) túlnyomás (flash-kromatográfia) alkalmazásával. Ez meggyorsítja az egész műveletet, de különösen többkomponensű elegyek esetén az elválasztó-képesség csökken.

OLVADÁSPONT MEGHATÁROZÁS

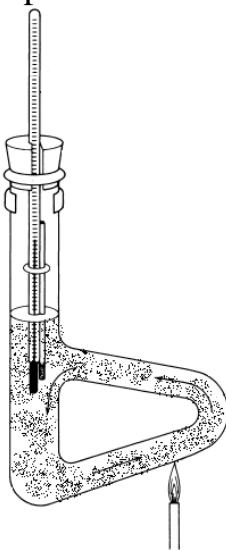
A tiszta, szilárd halmazállapotú vegyületek jellemző fizikai állandója az **olvadáspont**, az a hőmérséklet, ahol az anyag szilárd- és folyékony-fázisa egyensúlyban van. A szennyezések az olvadáspont csökkenését és az olvadási határok kiszélesedését okozzák. Így egy mért olvadáspont érték az anyag tisztaságára is utal, ha irodalomból ismerjük a tiszta anyag olvadáspontját. Új vegyület esetén pedig az átkristályosítást addig ismételjük, míg az olvadáspont állandóságot el nem érjük.

Olvadáspontmérésre két alapvető módszer ismert: mikroszkópos megfigyelés és kapilláris módszer.

A **mikroszkópos megfigyelés** eszköze egy fűthető tárgyasztallal ellátott mikroszkóp (Boetius-féle olvadáspontmérő). A vizsgált anyag egy-két kristályát tárgylemezek közé helyezzük, enyhén összenyomjuk és a fűthető tárgyasztalra, helyezzük. A fűtést bekapcsoljuk. A mikroszkóp látómezejében jól láthatók a kristályok és a hőmérő skálája is. Olvadáspontnak azt az értéket fogadjuk el, amikor a kisebb kristályok már mind megolvadtak, míg a nagy kristályok élei a kezdődő olvadás miatt már legömbölyödtek. A módszer alkalmas tiszta minták olvadáspontjának nagyon pontos ($\pm 0,1^\circ\text{C}$) meghatározására, másrészt jól látható minden olyan változás, ami a mintával történik megolvadás előtt (kristályforma átalakulás, bomlás, gázfejlődés).

A **kapilláris módszernél** egy vékonyfalú, egyik végén leforrasztott kapillárist 2-3 mm magasságban megtöltünk a mérendő anyag porával, jól összetömörítve a mintát. A kapillárist és a hőmérőt egymás mellé behelyezzük egy fűtött folyadékfürdőbe, és a melegítést megindítjuk. Olvadáspont tartománynak a mintatömeg olvadásának kezdeti és teljes megolvadásának hőmérsékletét adjuk meg. A mérést új kapillárisokkal még kétszer ismétljük meg.

Bármely módszernél az olvadáspont pontosságát nagyban befolyásolja a fűtés sebessége. A mérést új kapillárisokkal még kétszer ismétljük meg.



Kapilláris módszer - az olvadáspont meghatározására szolgáló berendezés

A LABORATÓRIUMBAN HASZNÁLT ESZKÖZÖK ROMÁN NYELVŰ MEGFELELŐI

	állvány = <i>stativ</i>
	azbesztháló = <i>sită de azbest</i>
Berzelius pohár =	<i>pahar Berzelius</i>
büretta =	<i>biuretă</i>
csipesz =	<i>cleșă</i>
dió =	<i>mufă</i>
Erlenmeyer lombik =	<i>vas conic</i>
fogó =	<i>clește</i>
gumicső =	<i>furtun de cauciuc</i>
homokfürdő =	<i>baie de nisip</i>
hőmérő =	<i>termometru</i>
kémcső =	<i>eprubetă</i>
mérőhenger =	<i>cilindru gradat</i>
mérőlombik =	<i>balon cotat</i>
mozsár =	<i>mojar cu pistilă</i>
óraüveg =	<i>sticlă de ceas</i>
pipetta =	<i>pipetă</i>
porcelán edény =	<i>capsulă, creuzet de porțelan</i>
spatula =	<i>spatulă</i>
szárítószekrény =	<i>etuvă</i>
szívóedény =	<i>vas trompă</i>
szűrőkarika =	<i>inel</i>
szűrőpapír =	<i>hârtie de filtru</i>
tölcsér =	<i>pâlnie</i>
törlőrongy =	<i>cârpă, lavetă</i>
üvegbot =	<i>baghetă</i>
üvegedény =	<i>vas de sticlă, borcan</i>
választótölcsér =	<i>pâlnie de separare</i>
vasháromláb =	<i>triunghi</i>
vízfürdő =	<i>baie de apă</i>

BIBLIOGRÁFIA

1. Orosz Gy.: **Szerves kémiai praktikum**, Nemzeti Tankönyvkiadó, Budapest, 1998;
2. Zsigmond Á., Mastalir Á., Notheisz F.: **Szerves kémiai gyakorlatok**, JatePress Kiadó, Szeged, 2003;
3. Felföldi K.: **Szerves kémia alapjai gyakorlat**, Házi jegyzet, Szeged, 2000;
4. Vásárhelyi Cs., Kacsó F.: **Szerves kémiai laboratóriumi gyakorlatok**, Kolozsvár, 2003;
5. Becker H., Berger W.: **Organicum, Chimie organică practică**, Editura Stiințifică și Enciclopedică, București, 1982;
6. C. D. Nenițescu: **Chimie organică**, Editura Tehnică, București, 1965;
7. M. Avram: **Chimia organică**, Editura Zecasin, București, 1995;
8. J.B. Hendrickson, D.J. Cram, G.S. Hammond: **Chimie organică**, Editura Stiințifică și Enciclopedică, București, 1976;
9. Bettelheim, Landesberg: **Laboratory Experiments for General, Organic and Biochemistry**, 4th Edition, Harcourt Inc.;
10. F.G. Mann, B.C. Saunders, **Practical Organic Chemistry**, 4th Edition, Longman Inc., London, 1960;
11. J.W. Lubrick, **The organic chem lab survival manual**, 2nd Edition, J. Wiley&Sons Inc., New York, 1988;
12. www.chemist.uw.hu;
13. <http://www.weblaboratorium.hu/>;
14. <http://www.omfi.hu/index.php>.