

Csuzya

KOSSUTH LAJOS TUDOMÁNYEGYETEM
Természettudományi Kar

Összeállította:

Berényi Sándor és Patonay Tamás

SZERVES KÉMIAI PRAKTIKUM II.



Debrecen, 1996

TARTALOMJEGYZÉK

ELŐSZÓ	1
1. KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	3
1.1. ÁLTALÁNOS TUDNIVALÓK	3
1.2. SZÉNHYDROGÉNEKKEL KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	5
1.2.1. Szénhidrogének reakciója brómmal	5
1.2.2. Szénhidrogének reakciója brómmal UV fény jelenlétében	6
1.2.3. Aromás szénhidrogének <u>Friedel-Crafts</u> -próbája	6
1.2.4. Telítetlen szénhidrogének <u>Baeyer</u> -próbája	7
1.2.5. Szénhidrogének oxidációja savas kálium-permanganát-oldattal	8
1.3. HALOGÉNEZETT SZÉNHYDROGÉNEKKEL KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	10
1.3.1. Halogénszármazékok <u>Beilstein</u> -próbája	10
1.3.2. Halogénszármazékok alkoholos ezüst-nitrát-próbája	10
1.3.3. Kloridok és bromidok halogénkicserélődési reakciója	11
1.3.4. Polihalogénszármazékok <u>Fujiwara</u> -reakciója	13
1.3.5. Kloroform bomlásának vizsgálata és a bomlástermékek kimutatása	14
1.4. SZÉNHYDROGÉNEK HIDROXISZÁRMAZÉKAIVAL (ALKOHOLOK, FENOLOK, ENOLOK) KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	14
1.4.1. Alkoholok reakciója fémnátriummal	14
1.4.2. Alkoholok és fenolok oldékonysági viszonyai	15
1.4.3. Alkoholok cérium-ammónium-nitrátos-próbája	16
1.4.4. Alkoholok <u>Lucas</u> -próbája	17
1.4.5. Alkoholok oxidációja <u>Jones</u> -reagenssel	18
1.4.6. Alkoholok kimutatása <u>Harger</u> -próbával	19
1.4.7. Többértékű alkoholok bóraxpróbája	20
1.4.8. Többértékű alkoholok reakciója réz(II)-ionokkal	20
1.4.9. Enolok komplexképzési reakciója réz(II)-ionokkal	21
1.4.10. Fenolok és enolok komplexképzési reakciója vas(III)-ionokkal	22
1.4.11. Fenol oxidációja kálium-permanganáttal	23
1.4.12. Kinhidron előállítás hydrokinon oxidációjával	23
1.4.13. Fenolok reakciója salétromossavval	24
1.4.14. Fenolok <u>Liebermann</u> -reakciója	25
1.4.15. Fenolok brómozási reakciója	26
1.4.16. Triaril-metán színezékek képződése fenolokból	27
1.4.17. 2-Alkanolok jodoform próbája	28
1.4.18. Alkoholok savkatalizált dehidratációja	29

1.5.	SZÉNHIDROGÉNEK NITROSZÁRMAZÉKAIVAL KAPCSOLATOS KÍSÉRLETEK	30
1.5.1.	Nitrovegyületek kimutatása vas(II)-hidroxidos próbával	30
1.5.2.	α -Hidrogént tartalmazó nitrovegyületek lúgoldékonysága	31
1.5.3.	α -Hidrogént tartalmazó nitrovegyületek oxidálhatósága	32
1.5.4.	α -Hidrogént tartalmazó nitrovegyületek kimutatása	33
1.6.	SZÉNHIDROGÉNEK AMINOSZÁRMAZÉKAIVAL KAPCSOLATOS KÍSÉRLETEK	34
1.6.1.	Aminok <u>Hinsberg</u> -próbája	34
1.6.2.	Primer és tercier aminok salétromossavas reakciója	35
1.6.3.	Alifás primer aminok <u>Rimini</u> -próbája	37
1.6.4.	Alifás szekunder aminok szén-diszulfidos-próbája	38
1.6.5.	Tercier aminok <u>Sonnenschein</u> -próbája	39
1.6.6.	Tercier aminok <u>Mayer</u> -próbája	40
1.6.7.	Aminok komplexképzési reakciója réz(II)-ionokkal	40
1.6.8.	Aminok komplexképzési reakciója réz(II)-ionokkal tiocianátionok jelenlétében	41
1.6.9.	Anilinek reakciója brómmal	42
1.6.10.	Anilinek oxidációja	42
1.7.	SZÉNHIDROGÉNEK OXOSZÁRMAZÉKAIVAL KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	43
1.7.1.	Oxovegyületek kimutatása 2,4-dinitro-fenil-hidrazinos próbával	43
1.7.2.	Oxovegyületek oxidációja kálium-permanganát-oldattal	44
1.7.3.	Oxovegyületek oxidációja <u>Jones</u> -reagenssel	45
1.7.4.	Aldehidek reakciója ammóniás ezüst-nitrát reagenssel	46
1.7.5.	Aldehidek reakciója <u>Schiff</u> -reagenssel	47
1.7.6.	Aaldehidek <u>Benedict</u> -próbája	48
1.7.7.	Metil-keetonok jodoform-próbája	49
1.7.8.	Ketonok <u>Legal</u> -reakciója	49
1.7.9.	Oxovegyületek reakciója brómos vízzel	50
1.8.	KARBONSAVAKKAL ÉS SZÁRMAZÉKAIKKAL KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	51
1.8.1.	Savhalogendiek és savanhidridek hidrolízise	51
1.8.2.	Észterek lúgos hidrolízise	52
1.8.3.	Savamidok lúgos hidrolízise	53
1.8.4.	Savszármazékok kimutatása hidroxámsavpróbával	54
1.8.5.	Primer amidok <u>van Slyke</u> -próbája	55
1.8.6.	Amidok <u>Zwicker</u> -próbája	55
1.8.7.	Aszpirin hidrolízise	56
1.8.8.	Hangyasav redukáló hatásának kimutatása	56

1.9.	SZÉNHIRÁTOKKAL KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	56
1.9.1.	Szénhidrátok <u>Molisch</u> -reakciója	57
1.9.2.	Mono- és diszacharidok <u>Fehling</u> -próbája	58
1.9.3.	Mono- és diszacharidok <u>Tollens</u> -próbája	59
1.9.4.	Mono- és diszacharidok <u>Nylander</u> -próbája	59
1.9.5.	Mono- és diszacharidok <u>Trommer</u> -próbája	60
1.9.6.	Mono- és diszacharidok <u>Barföd</u> -próbája	61
1.9.7.	Mono- és diszacharidok <u>Ekker</u> -próbája	61
1.9.8.	Mono- és diszacharidok <u>Szelivanov</u> -próbája	62
1.9.9.	Mono- és diszacharidok <u>Bial</u> -próbája	62
1.10.	AMINOSAVAKKAL ÉS FEHÉRJÉKKEL KAPCSOLATOS KÉMCSŐKÍSÉRLETEK	63
1.10.1.	Aminosavakkal és fehérjék komplexképzési reakciói	63
1.10.2.	Ninhidrin-próba	65
1.10.3.	Xantoprotein-reakció	66
1.10.4.	<u>Millon</u> -reakció	66
1.10.5.	Aromás gyűrűt tartalmazó aminosavak reakciója aldehidekkel	67
1.10.6.	<u>Sakaguchi</u> -reakció	68
1.11.	ISMERETLEN VEGYÜLET AZONOSÍTÁSA	68
2.	FÉLMIKRO- ÉS MIKROLÉPTÉKŰ PREPARÁTUMOK	71
2.1.	4-bróm-acetanilid előállítása (Aromás elektrofil szubsztitúció)	72
2.2.	Piridinium-bromid-perbromid (PBP) előállítása	73
2.3.	5-bróm-vanillin előállítása (Aromás elektrofil szubsztitúció)	74
2.4.	2,4,6-Tribrom-fenol előállítása (Aromás elektrofil szubsztitúció)	75
2.5.	2,4,6-Tribrom anilin előállítása (Aromás elektrofil szubsztitúció)	76
2.6.	Jodoform előállítása (Háromértékű halogénszarmazék előállítása haloform reakcióval)	77
2.7.	Fluorenol előállítása (Oxidáció hiperklórossavval)	78
2.8.	Fluorenol előállítása (Redukció $\text{Na}[\text{BH}_4]$ -el)	79
2.9.	2-Butanon előállítása (Szekunder alkohol oxidációja)	80
2.10.	2-Acetanilid előállítása (N-acilezés savanhidriddel)	81
2.11.	4-bróm-2-nitro-acetanilid előállítása (Aromás elektrofil szubsztitúció)	82
2.12.	4-bróm-2-nitro-anilin előállítása (Savamid hidrolízise)	83
2.13.	N-benzil-3-nitro-anilin előállítása (Schiff-bázis képzés és redukció)	84
2.14.	Benzoin előállítása (Aciloin dimerizáció)	85
2.15.	Benzil előállítása (Katalitikus oxidáció Cu(II) -ionnal)	86

2.16.	Dibenzilidén-ciklohexanon előállítása (Claisen-Schmidt kondenzáció)	87
2.17.	4-klór-benzoészav és 4-klór-benzilalkohol (Cannizzaro-reakció)	88
2.18.	Acetilszalícilsav előállítása (O-acilezés savanhidriddel)	89
2.19.	Benzoészav előállítása (Karbonsav előállítása haloform reakcióval)	90
2.20.	4-hidroxi-3-metoxi-benzoészav (vanillinsav) előállítása (Ag ₂ O-os oxidáció)	91
2.21.	4-formil-2-metoxi-fenil-acetát (vanillin-acetát) előállítása (O-acilezés savanhidriddel)	92
2.22.	Fenil-benzoát előállítása (O-acilezés savkloriddal)	93
2.23.	Benzanilid előállítása (N-acilezés savkloriddal)	94
2.24.	p-Toulol-szulfonsav-morfolinid (morfolin-tozilát) (N-acilezés szulfonsav-kloriddal)	95
2.25.	Benzoil glicin (hippursav) előállítása (N-acilezés savkloriddal)	96
2.26.	4,5-Difenil-imidazol előállítása (Nukleofil addíció gyűrűzárással)	97
2.27.	2,4,5-trifenil-imidazol előállítása (Nukleofil addíció gyűrűzárással)	98
3.	TERMÉSZETES ANYAGOK IZOLÁLÁSA ÉS ÁTALAKÍTÁSA	99
3.1.	A nikotin kinyerése dohánylevélből	100
3.2.	A koffein kinyerése tealevélből	102
3.3.	A mákgubó alkaloidtartalmának vizsgálata	104
3.4.	A piperin izolálása feketeborsból	107
3.5.	A piperin lúgos lebontása	109
3.6.	A fenyőgyanta vizsgálata	111
3.7.	A karvon kivonása köménymagból	113
3.8.	A betulin kinyerése nyírfakéregből	115
3.9.	A koleszterin kinyerése epekőből	117
3.10.	Az anetol kivonása ánizsból és átalakítása ánizssavvá	121
3.11.	A fahéjaldehid kivonása fahéjból és átalakítása fahéjsavvá	123
3.12.	Rutin izolálása japán akác virágból és átalakítása kvercetinné	125
3.13.	A heszperidin izolálása narancshéjból és átalakítása heszperetinné	127
3.14.	Az azelainsav előállítása ricinusolajból	130
3.15.	A szerezsendió gliceridjének izolálása és elszappanosítása	132
3.16.	Paprikaszínezékek oszlopkromatográfiás elválasztása	135
4.	BETŰRENDES PREPARÁTUMJEGYZÉK	136