

Kje smo uporabili ekstrakcijo na vajah?

Uporabili smo pri izolaciji eteričnih olj iz klinčkov.

Topilo je bilo voda. Topilo za ekstrakcijo pa je bil diklorometan (CH_2Cl_2)

Ekstrakcija: Uporabljamo v glavnem za izolacijo spojin iz raztopin in trdnih zmesi.

Temelji na razliki topnosti sestavin zmesi v dveh topilih

(ekstrakcija tekoče- tekoče) oziroma razliki topnosti v danem topilu

(ekstrakcija trdno-tekoče)

Učinkovitost je odvisna od števila ponovitev in tega kako bomo ekstrahirali.

Topili se ne smeta mešati.

Ravnotežno razmerje koncentracij dane spojine v dveh topilih, ki se ne mešata, imenujemo razdelilni koeficient.

$$K_d = c_1/c_2$$

c_1 – ravnotežna koncentracija topljenca v prvem topilu

c_2 – ravnotežna koncentracija topljenca v drugem topilu

$K_d > 1$ (topljenec bolj topen v prvem topilu kot v drugem)

Katerim zahtevam mora zadostiti topilo za ekstrakcijo?

- Že v hladnem mora dobro in selektivno raztapljati spojino, ki jo hočemo izolirati.
- Ne sme reagirati spojino, ki jo ekstrahiramo.
- Ne sme reagirati s topilom, iz katerega ekstrahiramo.
- Ne sme se mešati s topilom, iz katerega ekstrahiramo.
- Ravnotežje se mora hitro vzpostavljati.
- Razdelilni koeficient naj bo čim večji.
- Po gostoti naj se razlikuje od topila, iz katerega ekstrahiramo.
- Vrelišče naj bo ne previsoko, da ga lahko odstranimo od spojine.

Kaj je kromatografija?

Kromatografija je metod za ločevanje, identifikacijo in čiščenje spojin

(trdnih, tekočih, plinastih). Temelji na različni porazdelitvi sestavin zmesi med dvema fazama.

Kakšen je princip ločitve z kromatografijo?

Opravka imamo z dvema fazama, ena faza (trdna ali tekoča) miruje (stacionarna faza), druga (tekoča ali plinasta) pa se ob njej premika v več stopnjah.

1. v začetku imamo tok mobilne faze ob stacionarni .
2. v majhnem volumnu mobilne faze vnesemo zmes spojin a in b. koncentracija a in b je 0.
3. spojini se porazdelita med mobilno in stacionarno fazo. Spojina a je manj topna v stacionarni kot v mobilni fazi, b pa ravno obratno.
4. Mobilna faza se premakne in odnese s seboj raztopljeni del vzorca.
5. Ponovno se vzpostavi ravnotežje. Iz mobilne faze preide še ostanek spojine b v stacionarno fazo. Istočasno pa del spojine a, ki je pri prvi porazdelitvi prešel v stacionarno fazo, preide nazaj v mobilno fazo, kjer je spojina bolj topna.
6. Mobilna faza odnese s seboj spojino a, spojina b pa ostane v stacionarni fazi. Proces prehajanja spojin a in b med obema fazama se kontinuirno nadaljuje vzdolž celotne stacionarne faze. Tako pride do popolne ločitve a in b.

Naštej vrste kromatografij?

Tanko plastna, kolonska, plinska, visokotlačna tekočinska kromatografija

Kaj je retenzijski faktor?

Faktor zadrževanja. $R_f = b/a$, $0 < R_f < 1$

a je razdalja, ki jo prepotuje fronta topila; **b** je razdalja od izhodišča do centra lise; x je izhodišče, kjer smo nanegli vzorec.

Kaj je azeotropna zmes?

Zmes ki ima najvišje oziroma najnižje vrelišče od vseh možnih zmesi, imenujemo azeotropno zmes.

Kaj je Evtektična temperatura?

Je tališče tiste zmesi a in b, ki ima od vseh možnih najnižje tališče.

Takšno zmes imenujemo evtektična zmes. V tej zmesi je talina spojine a nasičena s spojino b in obratno.

Kaj je parni tlak?

Del molekul vode zapusti tekočo fazo in napolni prostor nad tekočino.

Vzpostavi se dinamično ravnotežje med molekulami v tekočini in molekulami v pari, kar pomeni, da molekule stalno prehajajo iz parne v tekočo in iz tekoče v parno fazo, razmerje števila molekul v tekočini in par je konstantno. Molekule vode zaradi termičnega gibanja trkajo bo steno posode in to na zunaj izmerimo kot tlak, to je parni tlak.

Definiraj idealno in neidealno zmes tekočin?

Idealna zmes: Zmes dveh tekočin ki se mešajo. Tekočini se mešata v vseh razmerjih ΔH mešanja je nič. Velja aditivnost volumnov, velja Raultov zakon

Po Raultovem zakonu ($P_i = P_i^\circ \cdot X_i$) je parni tlak sestavine **i** v zmesi enak parnem tlaku čiste sestavine **i**, pomnoženemu z njenim molskim ulomkom.

Velja tudi Daltonov zakon, ki pove da je parni tlak zmesi enak vsoti parnih tlakov vseh sestavin.

$$P = P_1 + P_2 + P_3 + \dots \sum p_i = \sum p_i X_i$$

Neidealna zmes:

Ne velja Raultov zakon v vsem koncentracijskem območju, velja pa Daltonov zakon.

$$n_i \propto P_i$$

$$P_a/P_b = n_a/n_b = m_a M_a/m_b M_b \quad m_a/m_b = P_a M_b/P_b M_a$$

Tekočina ki ima višji parni tlak, ima nižje vrelišče, tekočina ki ima nižji parni tlak pa višje vrelišče.

Zmes, ki ima najvišje oziroma najnižje vrelišče od vseh možnih zmesi, imenujemo azeotropna zmes.

Definiraj VETP!

Učinkovitost frakcionirnih kolon (razen prekatnih), ki nimajo ločenih prekatov, izražamo z višino ekvivalentno teoretičnemu prekatu VETP.

VETP je višina kolone v cm, pri kateri pride do enake porazdelitve (ločitve) kot na enem prekatu prekatne kolone. VETP je odvisna od polnilnih teles pri polnjenih kolonah

Manjši je VETP, učinkovitejša je kolona.

Kateri tipi reakcije se dogajajo od benzaldehida do imidazola?

Potekajo nukleofilne substitucije, kondenzacije in konjugativne adicije.

Kaj je kristalizacija? Katerim zahtevam mora zadostiti topilo za kristalizacijo?

Je nastanek in rast kristalov iz nasičene raztopine spojine.

Temelji na razliki topnosti spojine in primesi v danem pri različnih temperaturah.

Postopek lahko razdelimo v naslednje stopnje:

Priprava nasičene raztopine spojine v primernem topilu pri vrelišču topila.

Adsorpcija primesi na aktivnem oglju.

Filtracija vroče, nasičene raztopine, da odstranimo neraztopljene primesi.

Hlajenje filtrata, pri čemur pride do izločanja kristalov iz prenasičene raztopine

Filtracija kristalov od matičnice

Spiranje kristalov s hladnim čistim topilom in sušenje.

Pomembna je izbira topila.

Topilo je primerno če zadošča naslednjim pogojem:

- spojino katero kristaliziramo mora biti dobro topna v vročem in slabo topna v hladnem topilu.
- Nečistoče (primesi) morajo biti dobro topne tako v vročem kot tudi v hladnem in tako ostanejo v raztopini oziroma morajo biti zelo slabo topne tudi v vročem topilu in jih lahko odstranimo s filtracijo.
- Topilo ne sme kemijsko reagirati s spojino, ki jo kristaliziramo.
- Spojina mora izpadati v čim lepše oblikovanih kristalih.
- Topilo se mora dati lahko odstraniti od kristalov (ne sme imeti prevelikega vrelišča)

V katerih stopnjah pri kristalizaciji pride do ločitve primesi?

Obarvane primesi kot tudi drobni delci, ki prodrejo skozi filter, predstavljajo nečistoče v očiščenem vzorcu, zato jih moramo pri kristalizaciji odstraniti. To dosežemo tako, da v vrelo nasičeno raztopino dodamo majhno količino aktivnega oglja. Le ta ima veliko aktivno površino, na katero se adsorbirajo obarvane primesi, suspendirani delci pa se zaustavijo na tanki plasti aktivnega oglja, ki se ustvari na filtru. Ne smemo dati preveč aktivnega oglja, ter raztopino kateri dodamo aktivno oglje prvo ohladimo. Raztopino ponovno segrejemo do vrenja in vročo filtriramo, da odstranimo vse primesi. Uporabimo guban filter papir.

Naštej možne razloge, zakaj kristali ne izpadejo?

Včasih se zgodi da po ohlajanju kristali ne izpadejo..

- dodali smo preveč topila
- Nastal je bolj topen produkt (npr., hidrat, ester)
- Vzorec je med kristalizacijo delno razpadel, nastale primesi pa so zvečale topnost.
- V raztopini primanjkuje kristalizacijskih jeder (podrgni z palčko)

Kaj je destilacija?

Metoda ločevanja in čiščenja zmesi tekočin, ki temelji na razliki parnih tlakov sestavin zmesi.

Pri destilaciji tekočo zmes s segrevanjem pretvorimo v paro in nastalo paro nato v hladilniku ponovno utekočinimo.

Kdaj uporabimo vakuumsko destilacijo?

Izvedemo jo v primeru, ko ima tekočina, ki jo hočemo očistiti, visoko vrelišče ali pa vrelišče pri atmosferskem tlaku razpada (termično neobstoje spojine). Z znižanjem tlaka v aparaturi se tekočini zniža vrelišče.

Kdaj uporabljamo destilacija z vodno paro?

Destilacijo z vodno paro uporabljamo za čiščenje in izolacijo spojin, ki se z vodo ne mešajo.

Kdaj uporabimo frakcionirano destilacijo?

Uporabimo jo za ločevanje idealnih zmesi tekočin, katerih vrelišča se razlikujejo za (5-10° C) in jih zato ni mogoče učinkovito ločiti z navadno destilacijo.

Kdaj uporabimo navadno destilacijo?

Z navadno destilacijo ločimo idealne zmesi tekočin, katerih vrelišča se razlikujejo vsaj za 80 °C.

Kakšnim zahtevam mora zadostiti spojina, da jo lahko uspešno destiliramo z vodno paro?

Če trdna spojina izpolnjuje pogoje za destilacijo z vodno paro, to je, da se ne meša z vodo, z njo ne reagira in da v vodi ne razpada pri temperaturi 100°C ter ima pri teh temperaturah znaten parni tlak, velja zanjo popolnoma enako razmišljanje kot za tekočino, ki se z vodo ne meša.

Kakšno je vrelišče zmesi dveh tekočin, ki se ne mešata, v primerjavi z vrelišči obeh čistih tekočin?

Daltonov zakon: $P = P_a + P_b$

Po definiciji tekočina zavre pri tisti temperaturi, pri kateri njen parni tlak doseže vrednost zunanjega tlaka. Iz zgornje enačbe sledi, da je parni tlak zmesi sestavljen iz prispevkov obeh čistih sestavin, ki sta v splošnem različni od 0. Posledica tega je, da je vrelišče zmesi dveh tekočin, ki se med seboj ne mešata, nižje od vrelišča obeh.

Kaj je sublimacija?

Sublimacija je metoda za izolacijo oziroma čiščenje trdnih organskih spojin.

Pri sublimaciji trdno spojino s segrevanjem prevedemo v paro, le ta pa na hladni površini ponovno kondenzira v trdno spojino, ne da bi se vmes pojavila talina.

Uspešnost te metode je odvisna od parnih tlakov vseh sestavin zmesi, ki jih želimo očistiti ali izolirati.

Katerim pogojem mora zadostiti spojina, da jo lahko uspešno očistimo s sublimacijo?

- Spojina mora imeti znaten parni tlak pri temperaturi, ki so nižje od njenega tališča.
- V tem primeru bo odparevanje iz trdne faze potekalo razmeroma hitro, pare pa bodo na mrzli površini prav tako hitro kondenzirale v trdno fazo.
- Razlike v parnih tlakih sestavin zmesi morajo biti čim večje. (npr. uspešno lahko ločimo organske spojine od anorganskih soli)

Kaj je tališče in kaj določamo z tališčem?

Je temperatura, pri kateri sta pri določenem zunanjem tlaku v ravnotežju trdna in tekoča faza. Določamo čistost in identifikacijo spojin. Zmes z evtektično sestavo bo imela ostro tališče. Ozek talini interval nakazuje na dokaj čisto spojino.

Kaj je vrelišče?

Je tista temperatura, pri kateri parni tlak tekočine doseže vrednost zunanjega tlaka. Čim višji je tlak, višje je vrelišče in obratno.

Razloži vpliv primesi na tališče spojine!

Če talini čiste spojine dodamo primes, ki se v tej talini raztopi, se spremeni parni tlak taline. Spremembo opisuje Raoultov zakon:

$$P_a = P_a^{\circ} X_a$$

Parcialni tlak tekoče spojine a v zmesi (P_a) je enak parnemu tlaku čiste spojine a (P_a°), pomnožena z molskim ulomkom spojine a v zmesi (X_a)

Iz Raoultovega zakona sledi; da bo parni tlak taline, ki smo ji primešali primes, nižji.

Kaj je in kaj nam pove zmesno tališče?

Zmesno tališče je tališče pri evtektični temperaturi, in ki ima od vseh možnih najnižje tališče.

Katere adicije smo imeli?

Nukleofilno adicijo na karbonilno vez (sinteza cimetine kisline)

Bromiranje holesterola; adicija elektrofila na dvojno vez. (Brom je elektrofilni akceptor)

Sinteza etil acetata ; adicija nukleofila na karbonilno vez.

Sinteza difenilimidazola; nukleofilna adicija na karbonilno vez.

Na kakšne načine sušimo organske spojine?

Po principu delovanja razlikujemo tri skupine sušilnih sredstev;

- Reverzibilna sušilna sredstva, ki vežejo vodo tako, da tvorijo obstojen hidrate. Primer je brezvodni bakrov sulfat, ki se z vezavo vode pretvori v pentahidrat. S segrevanjem takšno sušilno sredstvo lahko regeneriramo.
- Reverzibilna sušilna sredstva z vodo kemično reagirajo, kot na primer kalcijev oksid (žgano apno)
- $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$
- Adsorpcijska sušilna sredstva adsorbirajo vodo na površini ali v porah. Primer so silikagel, aluminijev oksid in molekularna sita.

Katere so najpomembnejše lastnosti sušilnih sredstev?

- Ne sme reagirati s topljencem
- vezava vode mora potekati hitro.
- imeti mora veliko sušilno kapaciteto
- ne sme se znatno raztapljati v sušeni raztopini
- ne sme katalizirati kemijskih pretvorb (polimerizacija, oksidacija, kondenzacija)
- Mora biti sorazmerno poceni.

Nariši reakcijske sheme naslednjih spojin:

Glicin, etilacetat, benzoin, benzil, difenilimidazol, transcimetova, bromiranje holesterola, glukoza pentacetat, paracetamol, kafa.

Razloži kakšna bo sestava destilata pri destilaciji dveh tekočin, ki se ne mešata?