1. VAJA- sinteza N-(4-hidroksifenil) acetamida

Je nukleofilna substitucija na karbonilnem sp2 C- atomu.Bazičnost parahidroksi analina ali p-amino fenola izhaja iz NH2 dela (prosti elektronski par!)



paracetamol ocetna kislina

V vodi suspendiranemu p-aminofenol po kapljicah dodamo acetanhidrid.Hladno odnučiramo (omoči s hladno vodo). Prekristalizacija iz vode z dodatkom aktivnega oglja. Mobilna faza kromatografije iz petroletra, etil acetata in ocetne kisline v razmerju 1:2:0'1

* Prekristalizacija – raztopimo snov v kateri se produkt dobro topi v vročem in slabo v hladnem. Raztopimo do nasičenosti, dodamo aktivno oglje (veže nečistoče), vroče filtriramo in filtrat ohlajamo, da izpadejo kristali. Potem nučiramo-kristale speremo z malo matičnice in malo čistega hladnega topila.

Izbira pravega topila:

- v vročem topna snov, v hladnem slabo topna (10-15ºC)

- nečistoče v topilu netopne že v vročem (ali pa topne v obeh stanjih)

- topilo kemijsko inertno, zlahka odstranljivo

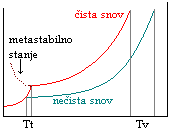
- če ni pravega topila, zmes največ dveh

Če ne izpadejo kristali:

- nenasičena spojina

- spojina tvori produkte s topilom, ki je bolj topen

- primanjkuje kristalizacijskih jeder (podrgni s palčko)

* Določanje tališča (identifikacija spojin Ttal., ΔT, čistoča)

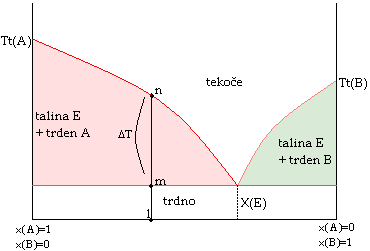
a) Diagram parnih tlakov

-Tt nižja in Tv višja kot pri čisti snovi Raultov zakon Pi=xi Pºi

- oboje posledica znižanega parnega tlaka zaradi prisotnih nečistoč

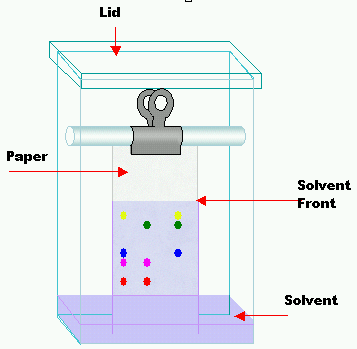
- metastabilno stanje-odvisnost parnega tlaka podhlajene snovi od T

-stabilnejše je tisto agregatno stanje (faza) ki ima pri isti T nižji parni tlak.

b) Talilni diagram za zmes

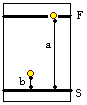
- ΔT talilni interval (če je ozek 1-2ºC gre za čisto znov, širok za nečisto)

- XE evtektična zmes (najnižja Tt), l-začetek segrevanja, m-prvič opazimo zaljenje, n-dokončna raztalitev zmesi

* Tankoplastna kromatografija TLC (identifikacija, čistoča). Stacionarna faza ponavadi silikagel SiO2, mobilna faza pa je čaša s topilom ki omoči stacionarno fazo

Retenzijski faktor (faktor zadrževanja)

*Rf* =b/a 0≤*Rf*≤1



b- pot ene komponente

a- pot druge komponente