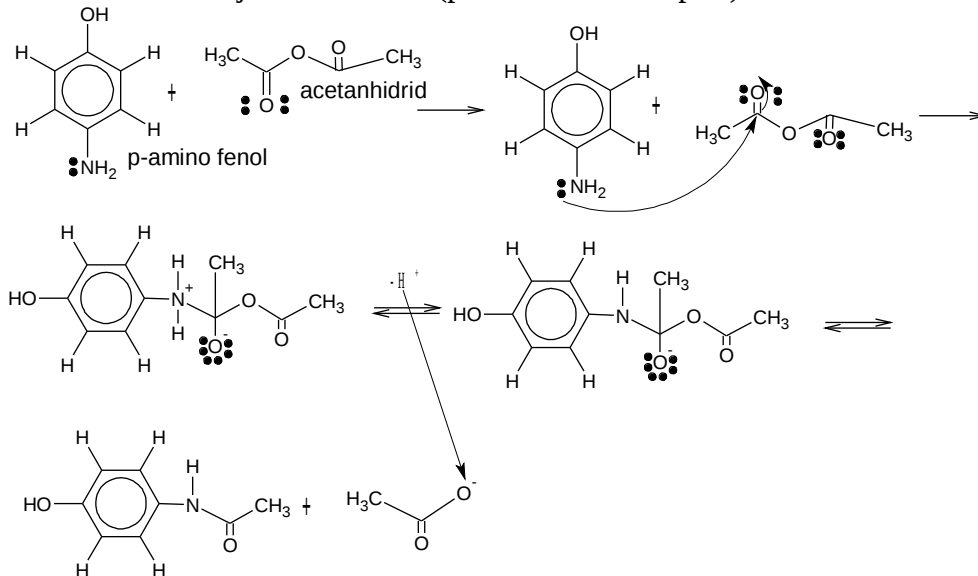


1. VAJA- sinteza N-(4-hidroksifenil) acetamida

Je nukleofilna substitucija na karbonilnem sp^2 C- atomu. Bazičnost parahidroksi analina ali p-amino fenola izhaja iz NH_2 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 očetne 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 ($10-15^{\circ}C$)
- 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 $T_{tal.}$, ΔT , čistoča)

a) Diagram parnih tlakov

- T_i nižja in T_v višja kot pri čisti snovi

Raultov zakon $P_i = x_i P_i^0$

- oboje posledica znižanega parnega tlaka zaradi prisotnih nečistoč

- metastabilno stanje-odvisnost parnega tlaka podhlajene snovi od T

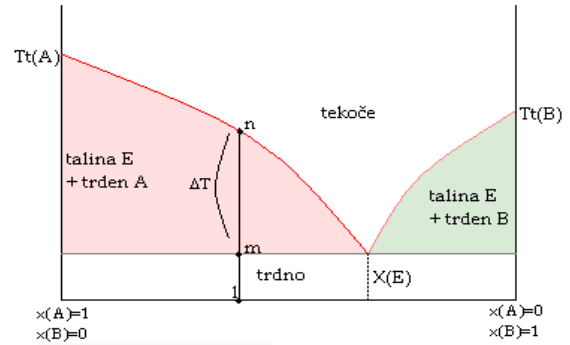
-stabilnejše je tisto agregatno stanje (faza) ki ima pri isti T nižji parni tlak.



b) Talilni diagram za zmes

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

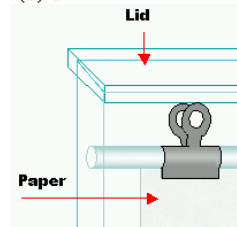
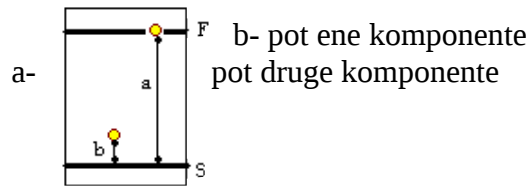
- XE eutektična zmes (najnižja T_f), l-začetek segrevanja, m-prvič opazimo zaljenje, n-dokončna raztalitev zmesi



- Tankoplastna kromatografija TLC (identifikacija, čistoča). Stacionarna faza ponavadi mobilna faza pa je čaša s topilom ki omoči

Retenzijski faktor (faktor zadrževanja)

$$R_f = b/a \quad 0 \leq R_f \leq 1$$



silikagel SiO_2 ,
stacionarno fazo