

## IZPIT IZ ORGANSKE ANALIZE – 1. ROK (26. 1. 2015)

1. Naslednjim spojinam določi topnostni razred in kratko utemelji svojo odločitev! **(1)**

- 3-kloroanilin
- nitroetan
- butanamid
- benzojska kislina

2. Prikazane imaš 4 razvite kromatograme TLC. Vsak kromatogram je bil razvit v drugi mobilni fazi. Na prvi del je bil dan naš vzorec, zraven pa še 4 standardne spojine. Ugotovi, katera mobilna faza je najprimernejša za ta vzorec in utemelji odločitev! **(1)**

3. Zakaj morajo biti spojine pri določitvi z Lucasovim testom, vodotopne? **(1)**

4. STRUKTURNA NALOGA:

Spojina A ( $C_9H_{12}O$ ), ki je optično aktivna, ni topna v vodi, 5% HCl in 5% NaOH, topi pa se v koncentrirani  $H_2SO_4$ . Test s fenilhidrazinom je negativne, reakcija z  $I_2$  in vroči NaOH pa da optično neaktivno spojino B, ki ima nevtralizacijski ekvivalent 136. Ob prebitni količini  $KMnO_4$  in segrevanju nastane spojina C z N.E. = 83. Po reakciji z  $SOCl_2$  nastane spojina D ( $C_8H_4O_3$ ). Ugotovi strukture A, B, C in D! Te razloži z ustreznimi reakcijami med A, B, C in D! **(3)**

5. LOČBENA SHEMA:

Na najbolj enostaven način brez uporabe kromatografije in destilacije loči naslednje spojine! **(2)**

- anilin
- N-metilanilin
- fenol
- benzojska kislina

6. Kako bi po reduktivnem razklopu ločil med halogeni? **(1)**

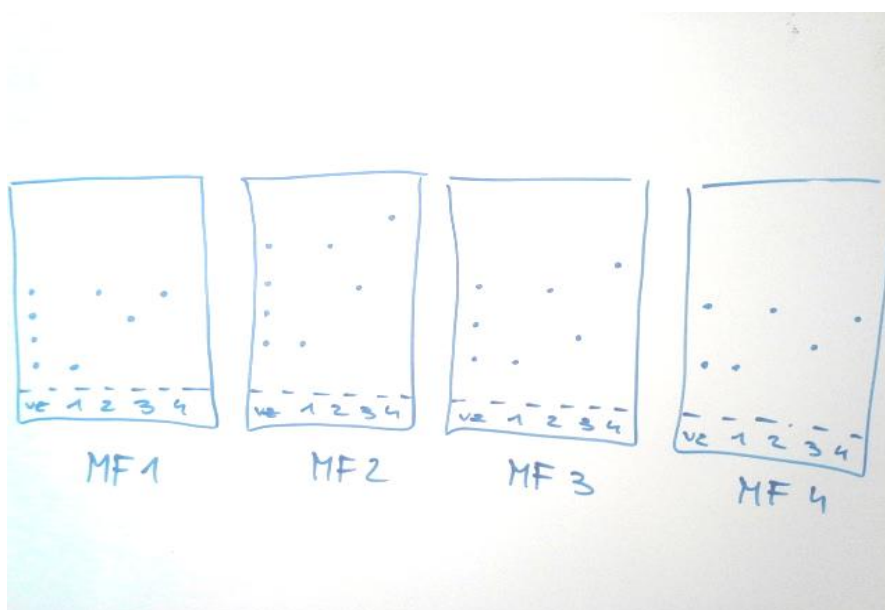
7. Zapiši reakcijo pretvorbe silikagela s C18 v reverzno fazo! **(1)**

## REŠITVE

1. Naslednjim spojinam določi topnostni razred in kratko utemelji svojo odločitev! (1)

- 3-kloroanilin - **B** (ni topen v vodi, saj klor zmanjša topnost; je bazičen zaradi N neveznega el. para)
- nitroetan - **K2** (zaradi  $-\text{NO}_2$  skupine ni topen v vodi,  $\alpha\text{-H}$  je rahlo kisel zaradi el. privlačne  $\text{NO}_2$ )
- butanamid - **VN/NB** (zaradi št. C-atomov je lahko topen v vodi, vendar je nevtralen zaradi delokalizacije el. z N na O; zaradi nepolarnosti je možno topen samo v  $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- benzojska kislina - **K1** (zaradi benzenovega obroča ni topna v vodi; močna kislina zaradi delokalizacije negativnega naboja benzoata po benzilnem obroču)

2. Prikazane imaš 4 razvite kromatograme TLC. Vsak kromatogram je bil razvit v drugi mobilni fazi. Na prvi del je bil dan naš vzorec, zraven pa še 4 standardne spojine. Ugotovi, katera mobilna faza je najprimernejša za ta vzorec in utemelji odločitev! (1)



Najbolj primerna je **mobilna faza 2**, saj v vzorcu identificirala vsaj 4 različne komponente, ki jih MF 3 in MF 4 ne. V primerjavi z MF 1, ki identificira prvo komponento (z največjim  $R_f$ ) z dvema standardoma; kar pomeni, da MF 1 ni primerna za ločitev standardov 2 in 4, MF 2 da podatek, da z zelo veliko verjetnostjo lahko trdimo, da so 3 komponente v našem vzorcu skladne s 3 standardi, ena komponenta pa je neidentificirana.

3. Zakaj morajo biti spojine pri določitvi z Lucasovim testom vodotopne? (1)

Le alkoholi (sekundarni in terciarni), ki so **vodotopni**, lahko reagirajo z Lucasovim reagentom (HCl in ZnCl<sub>2</sub>), saj se po nukleofilni substituciji v istem mediju pretvorijo v **alkil halogenide**, ki pa so netopni v vodi. Da jih vidimo, potrebujemo topilo, v katerem se **ne topijo** – in to je ravno voda.

4. STRUKTURNA NALOGA:

Spojina A (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>O), ki je optično aktivna, ni topna v vodi, 5% HCl in 5% NaOH, topi pa se v koncentrirani H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Test s fenilhidrazinom je negativne, reakcija z I<sub>2</sub> in vroči NaOH pa da optično neaktivno spojino B, ki ima nevtralizacijski ekvivalent 136. Ob prebitni količini KMnO<sub>4</sub> in segrevanju nastane spojina C z N.E. = 83. Po reakciji z SOCl<sub>2</sub> nastane spojina D (C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>3</sub>). Ugotovi strukture A, B, C in D! Te razloži z ustreznimi reakcijami med A, B, C in D! (3)

**Spojina A:**

- nasičenje:  $N = C + 1 - \frac{1}{2}(H, Hal) + \frac{1}{2}(N, P) = 9 + 1 - \frac{1}{2} \cdot 12 = 4 \rightarrow$  en obroč + 3 vezi  $\rightarrow$  benzenov obroč
- topnost: nima bazične ali kisle funkcionalne skupine
- testi: ni keton ali aldehid, saj ne reagira s Ph-NH-NH<sub>2</sub>
- optična aktivnost: vsaj en kiralen center
- po reakciji I<sub>2</sub> v vroči NaOH: nastanek karboksilne kisline  $\rightarrow$  možen le alkohol, ki je 2°, in ima metilensko skupino, saj le tako nastane keton z I<sub>2</sub> in NaOH

**Spojina B:**

- N.E. = 136:  $136 - 1 \times COOH (45) - 1 \times C_6H_4 (76) = 15 \rightarrow CH_3 \rightarrow$  spojina B je substituiran toluen
- optična aktivnost: izguba kiralnega centra  $\rightarrow$  nastanek karboksilne kisline  $\rightarrow$  iz alkohola: -OH je pripet na kiralen C atom

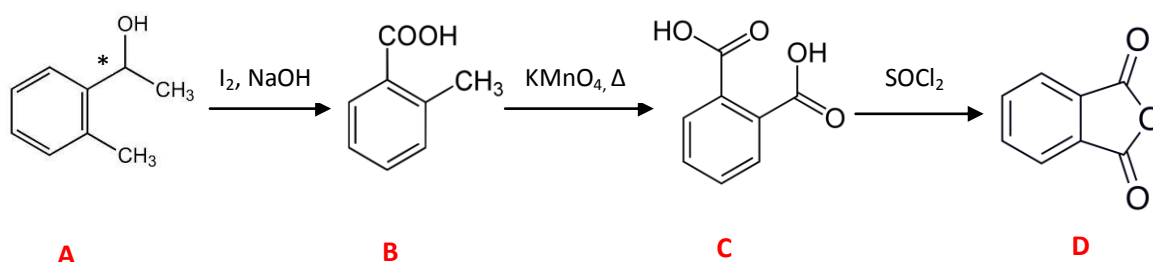
**Spojina C:**

- N.E. = 83  $\rightarrow$  zmanjšanje N.E. pomeni, da imamo 2 kislina protona  $\rightarrow$  2 karboksilni kislini
- reagent: KMnO<sub>4</sub> na benzenu oksidira alkilne verige do COOH  $\rightarrow$  oksidirati se mora CH<sub>3</sub>
- N.E. = 83 x 2 = 166:  $166 - 2 \times COOH (45) - 1 \times C_6H_4 (76) = 0 \rightarrow$  potrditev dikarboksilne kisline

**Spojina D:**

- reagent: SOCl<sub>2</sub> reagira s karboksilno kislino in tvoril benzoil klorid  $\rightarrow$  izguba klora (videno po molekulski formuli) pomeni reakcijo med karboksilno kislino in kloridom  $\rightarrow$  anhidrid
- položaj: da nastane anhidrid, morata biti karboksilna konca na položajih 1 in 2

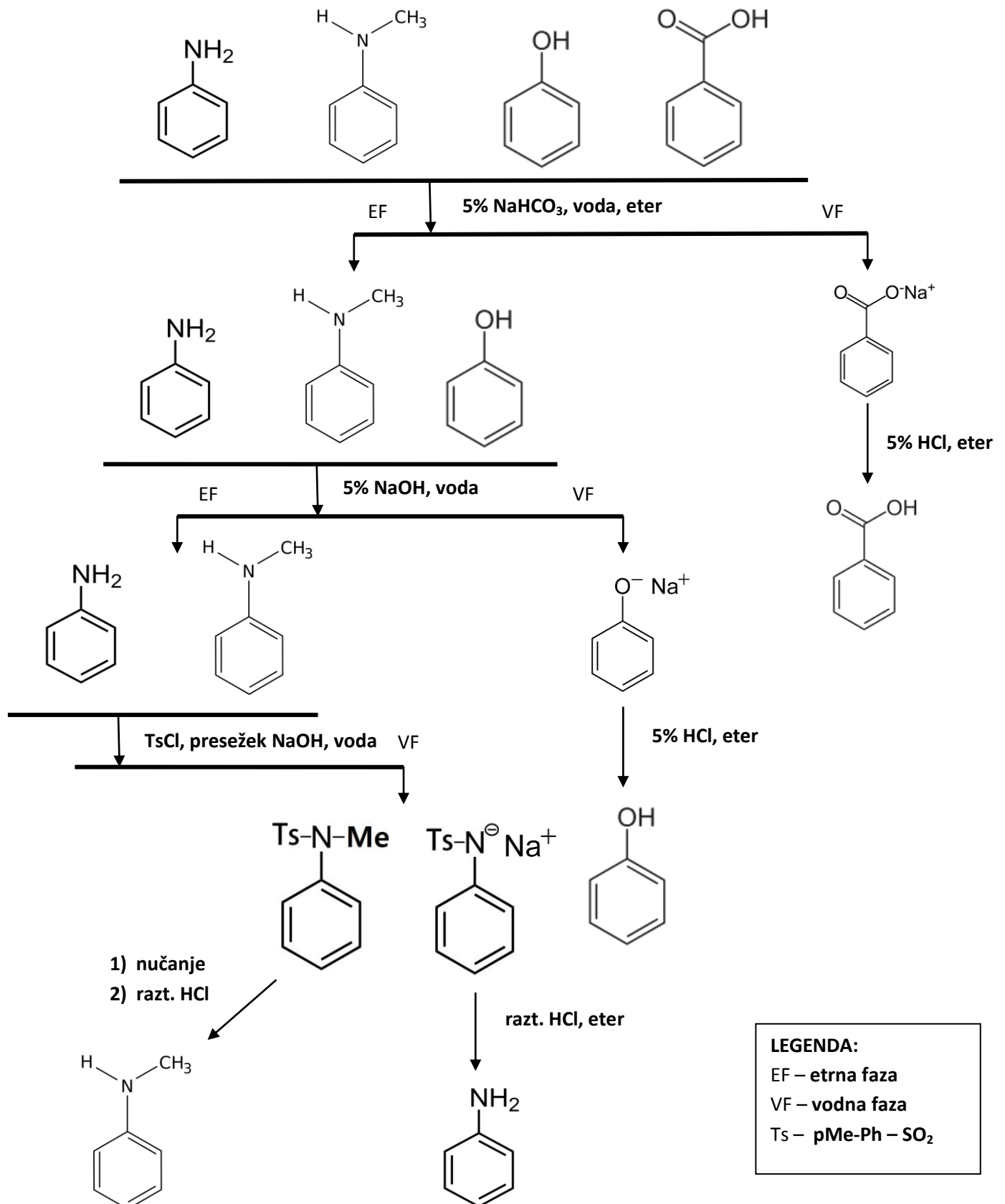
**Reakcije:**



5. LOČBENA SCHEMA:

Na najbolj enostaven način brez uporabe kromatografije in destilacije loči naslednje spojine! (2)

- anilin
- N-metilanilin
- fenol
- benzojska kislina



6. Kako bi po reduktivnem razklopu ločil med halogeni? (1)

Po reduktivnem razklopu bi v raztopino dodal  $\text{AgNO}_3$ . Če bi nastala oborina bila čiste bele barve, bi z veliko gotovostjo trdil, da je v preučevani spojini prisoten le klor –  $\text{AgCl}_{(s)}$  je bela oborina. Če pa bi opazil svetlo rumeno obarvano oborino, bi predvideval, da je v spojini več vrst halogenidov.

Raztopino po razklopu bi prelil v epruveto, ji dolil nekaj mL heksana in kapljal klorovico. Če bi najprej opazil vijolično obarvanje heksana, bi potrdil oksidacijo jodidnih ionov. Po nadaljnjem dokapavanju bi se ob prisotnosti broma v spojini heksan obarval rdeče-rjavo.

7. Zapiši reakcijo pretvorbe silikagela s C18 v reverzno fazo! (1)

