

Název: Příprava 4-nitrofenolu

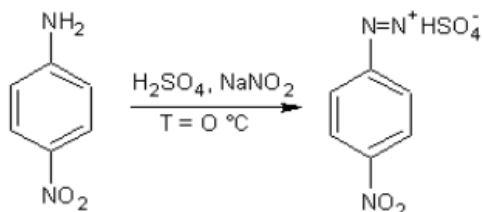
Návod na práci

Zadání:

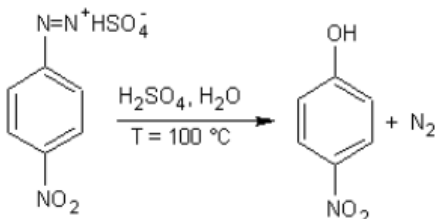
1. Proveďte diazotaci 4-nitroanilinu, získaný roztok 4-nitrobenzendiazonium sulfátu rozdělte na dva díly (4 ml a zbytek). Oba roztoky udržujte v ledové lázni.
2. S 4 ml vzorku proveďte důkaz diazoniových solí azokopulační reakcí s fenolem, 2-naftolem a H-kyselinou. Diskutujte vliv struktury na barevnost sloučeniny.
3. Hlavní podíl diazoniové soli proveďte Griesovou reakcí na 4-nitrofenol.
4. Po krystalizaci změřte bod tání a vypočítejte procentuální výtěžek reakce.

Teorie

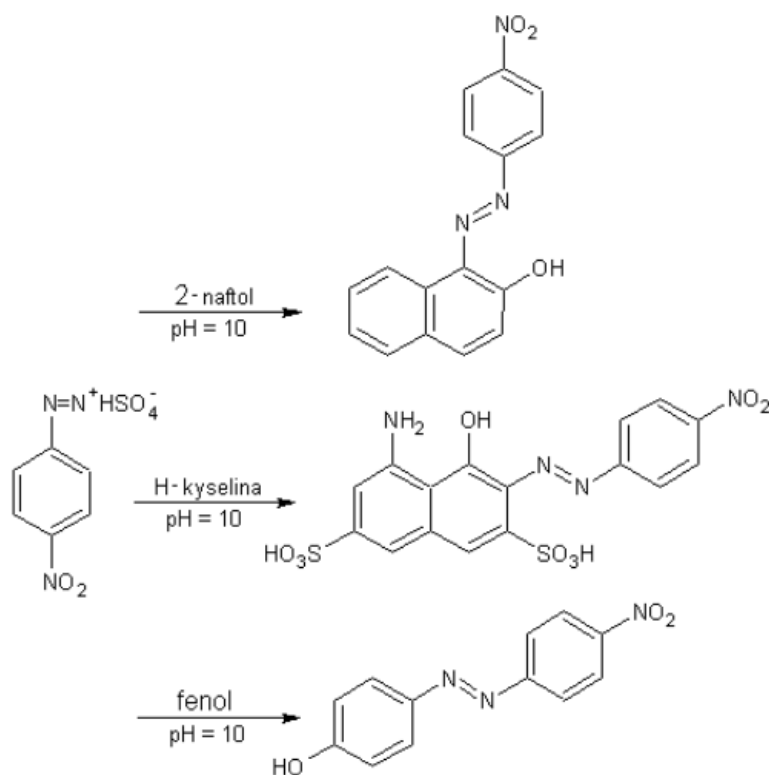
Diazotace je reakce primárních aromatických aminů s kyselinou dusitou za vzniku diazoniové soli. Reakce probíhá podle rovnice:



Griesova reakce je rozklad diazoniové soli hydrolýzou podle rovnice:



Důkazy diazoniové soli azokopulačními reakcemi probíhají podle rovnic:



Pomůcky: varné hnízdo, Liebigův chladič, stojan, svorky, držák, kahan, trojnožka, síťka, kádinky (100, 250 ml), odměrný válec (10, 100 ml), skleněná tyčinka, ledová lázeň, váhy, teploměr, pipeta, pipetovací balónek, zkumavky, Erlenmeyerova baňka (250 ml), varné kamínky, filtrační papír

Chemikálie: 4-nitroanilín, kyselina sírová, dusitan sodný, fenol, 2-naftol, H-kyselina, hydroxid sodný

Postup

1. Celou práci provádějte s ochrannými brýlemi!

Diazotace

- Do 200 ml kádinky nalijte 20 ml vody a opatrně (ŠTÍT!) přidejte za stálého míchání 14 ml konc. kyseliny sírové. K horkému roztoku přidejte 7 g jemně rozetřeného 4-nitroanilinu.
- Vzniklý roztok ochlaďte v ledové lázni na 5 °C, přidejte 25 g ledu a při teplotě 0 – 5 °C za stálého míchání a chlazení přidávejte roztok 3,9 g dusitanu sodného v 18 ml vody. Vzniklá diazoniová sůl tvoří čirý roztok.
- Odeberte 4 ml pro důkazní reakci, se zbytkem proveďte hydrolyzu.

Důkaz diazoniové soli

1. Odebrané 4 ml vzorku rozdělte do zkumavek na 3 díly. Teplotu udržujte stále při 0 °C.
2. Vzorek diazoniové soli postupně přikapávejte do roztoku fenolu, naftolu a H-kyseliny (0,1 g ve 3 ml 5 % NaOH). Totéž proveďte kapkovou reakcí na filtrační papír.

Hydrolyza diazoniové soli

1. Do 250 ml baňky se zpětným Liebigoým chladičem nalijte 15 ml vody a 15 ml koncentrované kyseliny sírové a roztok zahřejte k varu. K vařicímu roztoku přidávejte chladičem po částech roztok diazoniové soli tak, aby směs stále vřela.
2. Zbytky diazoniové soli opláchněte z kádinky a chladiče 15 ml vody. Směs zahřívajte k varu 10 minut, poté přelijte do 250 ml Erlenmeyerovy baňky, ochlaďte vodou a poté v ledové lázni.
3. Vyloučený produkt odsajte a překrystalizujte z kyseliny chlorovodíkové zředěné 1:1. Vysušte, vypočítejte výtěžek a změřte teplotu tání.

Nakládání s chemickými látkami

Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
4-nitroanilín	Pevná	H301, H301 + H311 + H331, H311, H331, H373	P261, P273, P280, P301 + P310, P311
H ₂ SO ₄	Kapalina, 98 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
NaNO ₂	Pevná	H272, H301, H319, H400	P210, P220, P221, P301 + P330 + P331 + P310, P305 + P351 + P338, P370 + P378
Fenol	Pevná, 99 %	H301, H301 + H311 + H331, H311, H314, H315, H319, H331, H341, H373, H411	P260, P280, P301 + P330 + P331 + P310, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
2-Naftol	Pevná, 99 %	H302, H332, H400	P273
H-kyselina	Pevná	---	---

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
NaOH	Pevná	H290, H314, H315, H319	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
4-Nitrofenol (produkt)	Pevná	H301, H312 + H332, H373	P261, P301 + P310 + P330, P302 + P352 + P312, P304 + P340 + P312

Zdroje rizik a vyhodnocení závažnosti rizika

Při dodržení všech zásad pro práci s chemikáliemi a používání osobních ochranných pracovních prostředků (rukavice, brýle, plášť) nehrozí žádné riziko.

Způsob nakládání s odpady

Tyto látky a jejich obaly musí být likvidovány jako nebezpečný odpad. Odpadní látky likvidujte v označené nádobě. Nespotřebované zbytky nevracejte do skladovacích lahví. Rozbité sklo likvidujte do označené nádoby.

Tento hořlavý materiál se může spalovat ve spalovně chemického odpadu vybavené přídavným spalováním a čističem plynů. Zbytková množství a nevyužitelné roztoky předejte certifikované společnosti k likvidaci. Kontaminované obaly zlikvidujte jako nespotřebovaný výrobek.

Opatření k omezení rizika

Noste ochranný štít nebo ochranné brýle. Používejte ochranné rukavice. Rukavice musí být před použitím zkontrolovány. Používejte správnou techniku odstraňování rukavic bez dotyku vnějšího povrchu rukavic, abyste zabránili kontaktu pokožky s tímto výrobkem. Během práce nejezte, nepijte a nekuřte. Po skončení práce nebo při přerušení práce si umyjte ruce vodou a mýdlem nebo je ošetřete ochranným krémem. V případě nehody nebo pokud se necítíte dobře, okamžitě informujte učitele. Zabraňte dalšímu úniku nebo rozlití, pokud s tím není spojeno riziko. Nedovolte, aby se dostal do kanalizace. Zabraňte vypouštění do okolního prostředí.

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Pracovní list

Výpočty

1. Vypočítejte teoretický výtěžek 4-nitrofenolu.

2. Vypočítejte praktický výtěžek 4-nitrofenolu v %.

Pozorování

1. Popište vzhled a zápach 4-nitrofenolu.

2. Vyhledejte základné fyzikálněchemické vlastnosti 4-nitrofenolu.

Vlastnost	Hodnota
Rozpustnost ve vodě	
Rozpustnost v jiných rozpouštědlech	
Teplota tání	

Výtažek a teplota tání

1. Zaznamenejte hmotnost připraveného 4 - nitrofenolu.
 $m(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3) = \dots\dots\dots \text{g}$

2. Zaznamenejte teplotu tání připraveného 4 - nitrofenolu.
 $t_f(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3) = \dots\dots\dots \text{°C}$

Otázky

1. Charakterizujte diazotaci a popište její mechanismus.

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



2. Napište, jaký význam má chlazení reakční směsi na 0 – 5 °C během diazotace. Diskutujte důsledky nedodržení přesné teploty (0 – 5 °C) během diazotace.

3. Porovnejte reakce diazoniové soli s fenolem, naftolem a H-kyselinou.

4. Napište, proč se při hydrolyze diazoniové soli používá zpětný chladič.

5. Uveďte, jaký je účel zahřívání reakční směsi.

6. Vysvětlete, jaký význam mají následující operace při přípravě 4-nitrofenolu.
 - a. destilace:

 - b. rekrystalizace:

7. Uvažujte a napište, jaké faktory mohou ovlivnit stabilitu diazoniové soli.

8. Popište využití 4-nitrofenolu.

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Závěr

Shrňte stručně cíl experimentu, hlavní výsledky a porovnejte je s očekávanými hodnotami.

Prohlášení o vyloučení odpovědnosti

Financováno Evropskou unií. Vyjádřené názory a postoje jsou názory a prohlášeními autora(ů) a nemusí nutně odrážet názory a stanoviska Evropské unie nebo Slovenské akademické asociace pro mezinárodní spolupráci, Národní agentury programu Erasmus+ pro vzdělávání a odbornou přípravu. Evropská unie ani organizace udělující grant za ně nepřebírají žádnou odpovědnost.