

Názov: Príprava 4-nitrofenolu

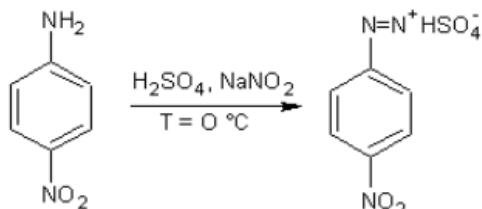
Návod na prácu

Zadanie:

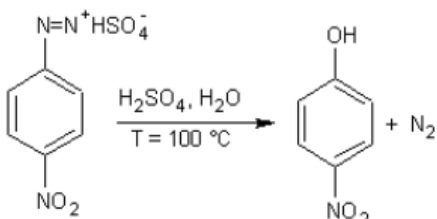
1. Uskutočnite diazotáciu 4-nitroanilínu, získaný roztok 4-nitrobenzéndiazónium sulfátu rozdeľte na dva diely (4 ml a zvyšok). Oba roztoky udržiajte v ľadovom kúpeli.
2. S 4 ml vzorky vykonajte dôkaz diazóniových solí azokopulačnou reakciou s fenolom, 2-naftolom a H-kyselinou. Diskutujte vplyv štruktúry na farebnosť zlúčeniny.
3. Hlavný podiel diazóniovej soli preveďte Griesovou reakciou na 4-nitrofenol.
4. Po kryštalizácii zmerajte bod topenia a vypočítajte percentuálny výťažok reakcie.

Teória

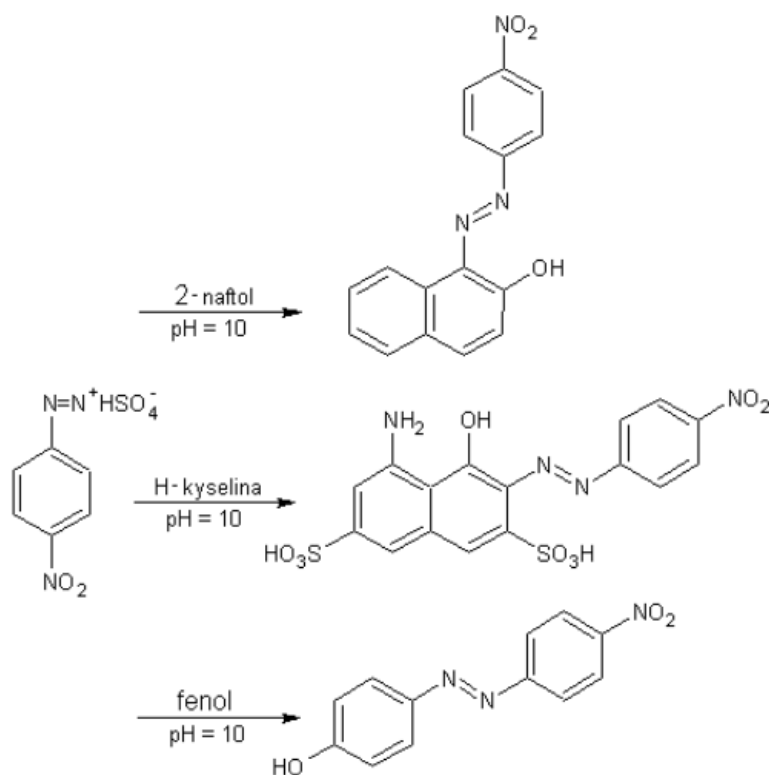
Diazotácia je reakcia primárnych aromatických amínov s kyselinou dusitou za vzniku diazóniovej soli. Reakcia prebieha podľa rovnice:



Griesova reakcia je rozklad diazóniovej soli hydrolyzou podľa rovnice:



Dôkazy diazóniovej soli azokopulačnými reakciami prebiehajú podľa rovníc:



Pomôcky: varné hniezdo, Liebigov chladič, stojan, svorky, držiak, kahan, trojnožka, sieťka, kadičky (100, 250 ml), odmerný valec (10, 100 ml), sklenená tyčinka, ľadový kúpeľ, váhy, teplomer, pipeta, pipetovací balónik, skúmavky, Erlenmeyerova banka (250 ml), varné kamienky, filtračný papier

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

Postup

1. Celú prácu uskutočňujte s ochrannými okuliarmi!

Diazotácia

- Do 200 ml kadičky nalejte 20 ml vody a opatrne (ŠTÍT!) pridajte za stáleho miešania 14 ml konc. kyseliny sírovej. K horúcemu roztoku pridajte 7 g jemne rozotretého 4-nitroanilínu.
- Vzniknutý roztok ochladte v ľadovom kúpeli na 5 °C, pridajte 25 g ľadu a pri teplote 0 – 5 °C za stáleho miešania a chladenia pridávajte roztok 3,9 g dusitanu sodného v 18 ml vody. Vzniknutá diazóniová soľ tvorí číry roztok.
- Odoberte 4 ml pre dôkazovú reakciu, so zvyškom uskutočnite hydrolýzu.

Dôkaz diazóniovej soli

1. Odobrané 4 ml vzorky rozdeľte do skúmaviek na 3 diely. Teplotu udržiavajte stále pri 0 °C.
2. Vzorku diazóniovej soli postupne prikvapkávajte do roztoku fenolu, naftolu a H-kyseliny (0,1 g v 3 ml 5 % NaOH). To isté uskutočnite kvapkovou reakciou na filtračný papier.

Hydrolyza diazóniovej soli

1. Do 250 ml banky so spätným Liebigovým chladičom nalejte 15 ml vody a 15 ml koncentrovanej kyseliny sírovej a roztok zahrejte k varu. K vriacemu roztoku pridávajte chladičom po častiach roztok diazóniovej soli tak, aby zmes stále vrela.
2. Zvyšky diazóniovej soli opláchnite z kadičky a chladiča 15 ml vody. Zmes zahrievajte k varu 10 minút, potom prelejte do 250 ml Erlenmeyerovej banky, ochlaďte vodou a potom v ľadovom kúpeli.
3. Vylúčený produkt odsajte a prekryštalizujte z kyseliny chlorovodíkovej zriedenej 1:1. Vysušte, vypočítajte výťažok a zmerajte teplotu topenia.

Nakladanie s chemickými látkami

Chemikália	Forma	H-vety	P-vety
4-Nitroanilín	Tuhá	H301, H301 + H311 + H331, H311, H331, H373	P261, P273, P280, P301 + P310, P311
H ₂ SO ₄	Kvapalina, 98 %	H290, H314	P260, P280, P303 + P361 + P353, P304 + P340 + P310, P305 + P351 + P338
NaNO ₂	Tuhá	H272, H301, H319, H400	P210, P220, P221, P301 + P330 + P331 + P310, P305 + P351 + P338, P370 + P378
Fenol	Tuhá, 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	Tuhá, 99 %	H302, H332, H400	P273
H-kyselina	Tuhá	---	---

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



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

Zdroje rizík a vyhodnotenie závažnosti rizika

Pri dodržaní všetkých zásad pre prácu s chemikáliami a používaní osobných ochranných pracovných prostriedkov (rukavice, okuliare, plášť) nehrozí žiadne riziko.

Spôsob nakladania s odpadmi

Tieto látky a ich obaly sa musia likvidovať ako nebezpečný odpad. Odpadové látky likvidujte v označenej nádobe. Nespotrebované zvyšky nevracajte do skladovacích fliaš. Rozbité sklo likvidujte do označenej nádoby.

Tento horľavý materiál sa môže spaľovať v spaľovni chemického odpadu vybavenej prídavným spaľovaním a čističom plynov. Zvyškové množstvá a nevyužiteľné roztoky odovzdajte certifikovanej spoločnosti na likvidáciu. Kontaminované obaly zlikvidujte ako nespotrebovaný výrobok.

Opatrenia k obmedzeniu rizika

Noste ochranný štít alebo ochranné okuliare. Používajte ochranné rukavice. Rukavice sa musia pred použitím skontrolovať. Používajte správnu techniku odstraňovania rukavíc bez dotyku vonkajšieho povrchu rukavíc, aby ste zabránili kontaktu pokožky s týmto výrobkom. Počas práce nejedzte, nepite a nefajčite. Po skončení práce alebo pri prerušení práce si umyte ruky vodou a mydlom alebo ich ošetríte ochranným krémom. V prípade nehody alebo ak sa necítite dobre, okamžite informujte učiteľa. Zabráňte ďalšiemu úniku alebo rozliatiu, pokiaľ s tým nie je spojené riziko. Nedovoľte, aby sa dostal do kanalizácie. Zabráňte vypúšťaniu do okolitého prostredia.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Pracovný list

Výpočty

1. Vypočítajte teoretický výtťažok 4-nitrofenolu.
2. Vypočítajte praktický výtťažok 4-nitrofenolu v %.

Pozorovanie

1. Popíšte vzhľad a zápach 4-nitrofenolu.
2. Vyhľadajte základné fyzikálnochemické vlastnosti 4-nitrofenolu.

Vlastnosť	Hodnota
Rozpustnosť vo vode	
Rozpustnosť v iných rozpúšťadlách	
Teplota topenia	

Výtťažok a teplota topenia

1. Zaznamenajte hmotnosť pripraveného 4-nitrofenolu.
 $m(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3) = \dots\dots\dots \text{g}$
2. Zaznamenajte teplotu topenia pripraveného 4-nitrofenolu.
 $t_f(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3) = \dots\dots\dots \text{°C}$

Otázky

1. Charakterizujte diazotáciu a popíšte jej mechanizmus.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



2. Napíšte, aký význam má chladenie reakčnej zmesi na 0 – 5 °C počas diazotácie. Diskutujte dôsledky nedodržania presnej teploty (0 – 5 °C) počas diazotácie.

3. Porovnajcie reakcie diazóniovej soli s fenolom, naftolom a H-kyselinou.

4. Napíšte, prečo sa pri hydrolyze diazóniovej soli používa spätný chladič.

5. Uveďte, aký je účel zahrievania reakčnej zmesi.

6. Vysvetlite, aký význam majú nasledovné operácie pri príprave 4-nitrofenolu.
 - a. destilácia:

 - b. rekryštalizácia:

7. Uvažujte a napíšte, aké faktory môžu ovplyvniť stabilitu diazóniovej soli.

8. Popíšte využitie nitrofenolu.

Záver

Zhrňte stručne cieľ experimentu, hlavné výsledky a porovnajte ich s očakávanými hodnotami.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Vyhlásenie o vylúčení zodpovednosti

Financované Európskou úniou. Vyjadrené názory a postoje sú názormi a vyhláseniami autora(-ov) a nemusia nevyhnutne odrážať názory a stanoviská Európskej únie alebo Slovenskej akademickej asociácie pre medzinárodnú spoluprácu, Národnej agentúry programu Erasmus+ pre vzdelávanie a odbornú prípravu. Európska únia ani organizácia udeľujúca grant za ne nepreberajú žiadnu zodpovednosť.