

**Szerves kémiai  
laboratóriumi alapgyakorlatok**

Vegyész, kémia tanár és klinikai kémikus hallgatóknak

Házi jegyzet

Összeállította:  
Dr. Felföldi Károly egyetemi docens

*„Többben lesznek kiválóvá gyakorlás, mint pusztán természetes tehetség folytán.”*

Démokritosz

## Tartalomjegyzék

A legfontosabb laboratóriumi rendszabályok	3
Bevezetés	6
Desztilláció	7
Törésmutató	10
Extrakció	11
Kristályosítás	15
Szárítás	18
Kromatográfiai módszerek	20
Spektroszkópiai módszerek	26
Preparátumok	30
Kimutatási és származék készítési reakciók	60
Vegyszerekkel kapcsolatos tudnivalók	64
Felhasznált forrásmunkák	75

## Rövidítések

Ac <sub>2</sub> O	Ecetsav-anhidrid
DMF	Dimetil-formamid
DMSO	Dimetil-szulfoxid
Diglim	Dietilénglikol-dimetil-éter
EtOH	Etil-alkohol
EtOAc	Etil-acetát
HMPA	Hexametilfoszforsav-triamid
MeOH	Metil-alkohol
THF	Tetrahydrofurán
Fp.	Forráspont (angolul Bp.)
Op.	Oladáspont (angolul Mp.)
ρ	Sűrűség (angolul d)
VRK	Vékonyréteg-kromatográfia

## A legfontosabb laboratóriumi rendszabályok

A szerves kémiai laboratóriumi gyakorlaton a részvétel kötelező. Hiányzás esetén a következő gyakorlaton az igazolás bemutatása kötelező. Nem igazolt hiányzás az adott gyakorlat elégtelen minősítését eredményezi, és pótolni nem lehetséges. Igazolt hiányzás esetén a pótlásról a gyakorlatvezető dönt. Pótlás csak órarendi óra keretében lehetséges.

1. A szerves kémiai laboratórium veszélyes üzem.
2. Minden hallgató köteles a balesetvédelmi és munkavédelmi oktatáson résztvenni, és az anyagból a következő órán beszámolni.
3. A laboratóriumi munka során begombolt (elől gombolós) köpeny viselése kötelező, a hosszú haját megfelelő módon fel kell kötni.
4. Ajánlatos, hogy mindenki rendelkezzen egy törlőruhával és ha lehetséges, szerezzenek be fém vegyszeres kanalat és spatulát.
5. A laboratóriumi asztalon csak a szükséges eszközöket és a jegyzőkönyvet tartjuk.
6. A laboratóriumban tilos a dohányzás és az étkezés.
7. A gyakorlatot csak akkor lehet elkezdni, ha tudjuk az elvégzendő munka legfontosabb lépéseit, ismerjük a felhasználandó vegyszerek tulajdonságait és károsító hatásait (lásd Vegyszerekkel kapcsolatos tudnivalók című fejezet).
8. Minden hallgató ismerje a tűzoltó felszerelések helyét és használatát, az elsősegélynyújtó doboz helyét.
9. Minden vegyszert mérgezőnek kell tekinteni és felcímkézett, zárt edényben kell tárolni.
10. Kézzel semmilyen vegyszerhez ne nyúljunk, használjunk spatulát, csipeszt, vegyszeres kanalat, pipettázáskor dugattyús vagy ballonos pipettát. Különösen veszélyes anyagok esetén használjunk gumikesztyűt.
11. Vákuumdesztillációnál, veszélyes reakciónál használjunk védőszemüveget.
12. Használat előtt minden üvegeszközt át kell vizsgálni, nincs-e rajta törés, repedés.
13. Hibás, repedt üvegeszközök tekintetében a gyakorlat technikusa dönt (javítható vagy a továbbiakban nem használható).
14. A Bunsen-égő használata előtt győződjünk meg a csatlakozások szorosságáról, a gumicső állapotáról.
15. A laboratóriumi asztal végein található lefolyókat mosogatóra, anyagkiöntésre nem használjuk. A hűtővíz és a vízsugárszivattyú csapját használat után rögtön elzárjuk.
16. Anyalúgok, vegyszermaradékok összegyűjtésekor mindig a gyakorlatvezető utasításai szerint járunk el.
17. Desztillációt, keverést, forralást nem hagyunk őrizetlenül.
18. Tilos a laboratóriumban engedély nélküli kísérleteket végezni, eszközöket, vegyszereket a hallgatói laboratóriumból kivinni.
19. A laboratóriumi munka után minden eszközt elmosunk és elpakolunk, a laboratóriumi asztalt letakarítjuk.
20. A félév elején leltár szerint átvett eszközökért az azt használó hallgatók együttesen felelnek, félév végén a hiányokat meg kell fizetni.
21. Minden sérülést és balesetet azonnal jelentsünk a gyakorlatvezetőknek.
22. A laboratóriumban csak azok a hallgatók tartózkodhatnak, akiknek az adott időben gyakorlatuk van.
23. A gyakorlat alatt az épület ideiglenes elhagyása csak a gyakorlatvezető engedélyével lehetséges.
24. Akik a napi gyakorlatot hamarabb befejezik, eltávozásukat jelentik a gyakorlatvezetőnek.

## Jegyzőkönyv

A szerves kémiai laboratóriumi gyakorlat elsősorban preparatív jellegű munka, aminek fontos velejárója a jegyzőkönyv vezetése. A jegyzőkönyv alapján meg kell tudnunk később is ismételni a végzett kísérletet, a jegyzőkönyvnek tartalmazni kell a reakcióval kapcsolatos minden megfigyelésünket, mérésünket, számításunkat.

Egy adott preparátumhoz minimum kétoldalas jegyzőkönyv tartozik.

### Bal oldal:

- a gyakorlat címe,
- a leírás (recept) előfordulási helye (irodalmi forrás),
- az előállítási reakcióegyenlet szerkezeti képletekkel, a képletek alatt a megfelelő fizikai állandókkal ( $M_r$ ,  $Op.$ ,  $Fp.$ , törésmutató, sűrűség, stb.),
- a recept szó szerinti leírása,
- a preparátumhoz tartozó, megtanulandó főkéllégiumi anyagrész,
- az adott preparátumhoz használt vegyszerekkel kapcsolatos tudnivalók.

Egy vegyület előállítása az alábbi munkafázisokat foglalja magában: az eljárás (recept) értelmezése, az eszközök, berendezések kiválasztása, összeállítása, a reagensek kimérése és egyesítése, a reakció kivitelezése, a célvegyület izolálása, tisztítása, a célvegyület azonosítása, jellemzése. Ezek alapján a jegyzőkönyv **jobb oldalán** az alábbiaknak kell szerepelni:

- eltérések a recepttől,
- az alkalmazott készülék rajza, ha nem „szokványos” berendezésről van szó,
- rövidített folyamatábra a legfontosabb lépésekkel,
- megfigyelések, észlelések a reagensek összemérése, a reakció és a feldolgozás során (színváltozás, hőfejlődés, gázfejlődés, stb.),
- minden mért adat (a mérésre használt készülék száma is, ha van): pl. a desztilláció hőmérséklete, a felhasznált átkristályosító oldószer mennyisége, a szárítás időtartama, a nyers illetve tisztított termék tömege, stb.,
- a végtermék jellemzése (pl. fehér, tús kristályok),
- a számítások menete, eredményei,
- esetleges mellékletek: spektrum, kromatogram, stb.,
- nem várt tapasztalatok (pl. nagyon alacsony termelés), ezek lehetséges okai,
- elkövetett hibák (pl. felét véletlenül kiöntötte, de ezek csak akkor fogadhatók el, ha a gyakorlat közben a gyakorlatvezetőnek rögtön bemutatta).

### -nem kell:

- a receptet vagy részeit megismételni,
- nyilvánvaló dolgokat leírni (pl. „ a választótölcsérben levő vízhez diklórmetánt öntve két fázis volt megfigyelhető”).

Néhány általános megjegyzés a jegyzőkönyv vezetéséhez:

- a jegyzőkönyv borítója tartalmazza a tulajdonosának adatait (név, évfolyam, szak, munkaasztal szám, a gyakorlat időpontja),
- a jegyzőkönyv golyóstollal írt és **olvasható** legyen,
- a bal oldal is kézirásos, nem fénymásolt és beragasztott, és a gyakorlat megkezdésekor készen kell lennie,
- minden recept leírása új oldalon kezdődik,
- a jobb oldalon található bejegyzések sorrendje kövesse a gyakorlat időbeni menetét (a reaktánsok összemérése, maga a reakció, termék izolálás, termék tisztítás, fizikai állandók meghatározása, számolások),

- a hiányos, olvashatatlan, gondatlanul vezetett jegyzőkönyv rontja a preparátumra adott érdemjegyet,
- minden beírt mérési adat valós legyen, ne pedig „imaginárius”, vagy irodalmi!,
- a kész preparátummal együtt kell beadni az elkészített jegyzőkönyvet is.

A jegyzőkönyv mellett ajánlatos egy másik gyakorlati füzet megnyitása is, amelybe a gyakorlatok elején történő megbeszélések, ismertetések, reakciómechanizmusok, stb., kerülnek bejegyzésre, mert ezek tudása és visszakerdezése is a gyakorlat része.

### **Preparátumok**

A kész preparátumokat fiolában kell beadni. A fiola címkéje tartalmazza a **beadó nevét** és **munkaasztal számát**, a beadott **vegyület nevét** és **tömegét**. A címkét felragasztás előtt kell kitölteni, olvashatóan! A preparátumra adott érdemjegyet a tömege, tisztasága és a jegyzőkönyv vezetése határozza meg. Durva mérési és metodikai hibák elégtelen minősítést eredményezhetnek. Elrontott kísérletek ismétlésére csak igen ritka és indokolt esetben van lehetőség!

## Bevezetés

A szerves kémiában elengedhetetlen, hogy egy vegyület, amelyet valamilyen kémiai reakcióval előállítunk, vagy természetes forrásból nyerünk, tisztán rendelkezésünkre álljon, fizikai állandóit, elemi összetételét, funkciós csoportjait, szerkezetét meg tudjuk határozni. Az erre szolgáló eljárások, módszerek a kémia általános fejlődésével együtt fejlődtek, a műszeres módszerek különösen az utóbbi 40-50 évben fejlődtek igen intenzíven. Az alábbiakban röviden bemutatjuk, hogy egy ismeretlen szerves vegyületet hogyan tehetünk ismertté. Néhány módszert csak éppen megemlítünk, utalva jelentőségére, a segítségükkel nyerhető információkra, másokat kissé részletesebben tárgyalunk a következő fejezetekben.

1. Amikor egy természetes forrásból (pl. növényből) egy vegyületet akarunk izolálni (akár ismertet, akár ismeretlent), vagy egy kémiai reakcióval ismert vegyületet akarunk előállítani, vagy egy kémiai reakcióban egy még nem ismert vegyület keletkezik, a legkritább esetben kapjuk meg azt tiszta állapotban. Az esetek döntő részében a célvegyületet meg kell **tisztítani** más kísérő vegyületektől, különböző szennyezésektől. E célra szolgálnak a különböző kinyerési és tisztítási módszerek: desztilláció, kristályosítás, extrakció, kromatográfia (ezekről a további fejezetekben lesz szó).
2. Ha a vegyület tiszta állapotban rendelkezésünkre áll, a következő lépésben meghatározzuk **fizikai állandóit** (olvadáspont, forráspont, optikai törésmutató, optikai forgatóképesség, stb.). Ezek közül a legfontosabbakról szintén lesz szó a következőkben. Ha a célvegyületünk ismert ( a szakirodalomban találunk rá adatokat), a fizikai állandók mért és irodalmi adatainak összevetésével eldönthetjük, hogy a célvegyület valóban az általunk elvárt-e. Ha a célvegyületből rendelkezünk autentikus mintával, akkor azt összevetve az általunk nyert vegyülettel (pl. kromatográfias úton) további bizonyosságot nyerhetünk azonosságukról. Amennyiben az egyezés megfelelő, az azonosítási eljárást be is fejezhetjük.
3. Ha az eddig vázolt vizsgálatok nem adtak elégséges információt a vegyület azonosítására, a továbbiakban **kvalitatív analízist** végzünk. A szerves vegyületekben a szénen, hidrogénen és oxigénen kívül leggyakrabban nitrogén, kén, foszfor és halogén fordul elő. Ezek kimutatásához a szerves molekula kovalens kötéseit fémnátriummal végzett ömlesztéssel (Lassaigne-próba) elroncsoljuk, így a fenti elemeket ionos kötésbe visszük, majd kvalitatív analitikai eljárásokkal kémlelünk ezen ionok jelenlétére. Ezek után a mintát különböző oldékonysági próbáknak vetjük alá (éter, víz, NaOH-oldat, NaHCO<sub>3</sub>-oldat, sósav-oldat, kénsav-oldat, foszforsav-oldat), amelyek alapján a vegyülettípusra nyerhetünk információt.
4. Ezek után a vizsgálandó anyagot **teszt reakcióknak**, kimutatási reakcióknak vetjük alá, amelyek eredményeként jellemző **funkciós csoportok** jelenlétét tudjuk kimutatni.
5. A következő lépés a **kvantitatív analízis**, a vegyületben található atomok arányának pontos meghatározása. Ezt mikroanalitikai módszerekkel hajtjuk végre: a minta pontosan ismert mennyiségét (néhány mg) oxigénáramban elégetjük. A széntartalmat CO<sub>2</sub>-ként, a hidrogéntartalmat vízként, a nitrogéntartalmat (a nitrogénoxidok redukálását követően) elemi nitrogén gázként mérjük. A halogéntartalmat roncsolást követően argentometriás úton határozzuk meg. Ezen eredmények alapján meg tudjuk mondani a vegyületben az atomok egymáshoz viszonyított arányát.
6. A következő lépés a **molekulatömeg** meghatározása. Ez történhet a fizikai-kémia módszereivel: gőznyomás, gőzsűrűség, ozmózisnyomás, forráspont-emelkedés, fagyáspont-csökkenés mérése. Korszerű műszeres mérés a tömegspektrometriás meghatározás (lásd később).

7. Az eddigi vizsgálatok alapján rendelkezésünkre áll az összegképlet és a tesztreakciók alapján funkciós csoportok jelenlétéről is tudunk. Következő lépés a **pontos szerkezet** felderítés: az atomok kapcsolódási sorrendjének, térbeli elhelyezkedésének megismerése, kötésszögek, kötéstávolságok megállapítása. Ennek módszere a különböző **spektroszkópiai vizsgálatok** elvégzése (lásd később). Megjegyzendő, hogy a spektroszkópiai vizsgálatok fejlettsége és kis időigénye miatt a vegyület tiszta állapotban történő kinyerése után általában mindjárt egy spektrum felvétel következik, mert ez az esetek döntő részében rögtön lehetőséget ad a pontos szerkezet megállapítására.
8. Különösen a természetes eredetű új anyagok esetén a szerkezetmegállapítás után a feltételezett szerkezet igazolása céljából ismert kiindulási vegyületekből ismert, jól jellemzett reakciókkal **szintetizáljuk a vegyületet**, ezzel is bizonyítva a feltételezett szerkezetet.

### **Desztilláció.**

Azt a műveletet, amikor egy folyadékot, vagy egy folyadékelegy komponenseit gőzzé alakítjuk, majd a gőzt egy másik helyen kondenzáltatjuk, desztillációnak nevezzük. Egy folyadékot a forráspontján tudunk a leggyorsabban gőzhalmazállapotba juttatni.

**Forráspont**nak nevezzük azt a hőmérsékletet, amikor, kissé leegyszerűsítve, a folyadék belsejében a gőznyomás eléri a külső nyomás értékét. Ebből következik, hogy egy folyadék forráspontja erősen függ a külső légnyomás értékétől. A függés nem lineáris. Általában az atmoszférikus nyomás ( $760 \text{ torr} = 760 \text{ Hgmm} = 1,013 \text{ bar}$ ) közelében  $20 \text{ Hgmm}$  nyomáscsökkenés hozzávetőleg  $1 \text{ }^\circ\text{C}$  forráspontcsökkenést okoz, míg kis nyomások esetén a nyomás felére csökkentése kb.  $10 \text{ }^\circ\text{C}$ -kal csökkenti a forráspontot (oldott anyag jelenléte ugyancsak befolyásolja a forráspontot).

A desztillációs eljárásokat többféle szempont alapján lehet csoportosítani. A következőkben egy átlagos kémiai laboratóriumban használt desztillációs eljárásokat ismertetjük röviden.

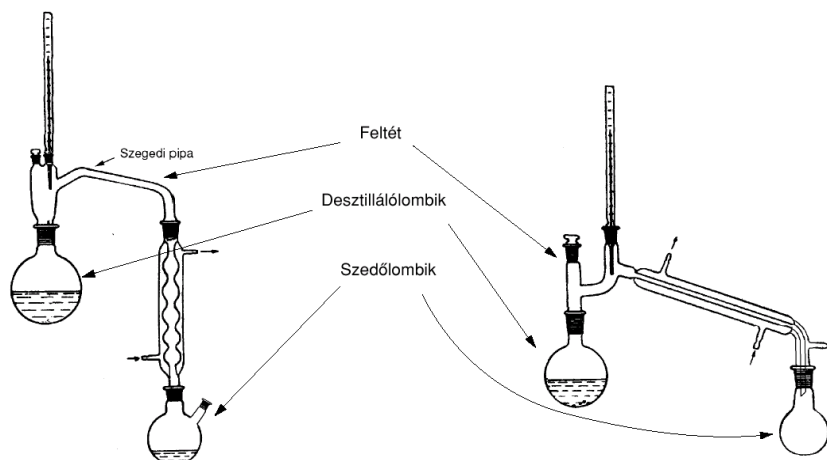
#### Egyszerű desztilláció.

Ezt az atmoszférikus nyomáson használt eljárást akkor alkalmazzuk, amikor nagymennyiségű oldószert akarunk eltávolítani, tisztítani, vagy már előzőleg más tisztítási eljárásokkal előtisztított folyékony halmazállapotú reakcióterméket akarunk megtisztítani. Az egyszerű desztillációt max.  $150\text{-}160^\circ\text{C}$ -os forrásponttal rendelkező folyadékok tisztítására használjuk. Folyadékelegyek szétválasztására is használható, ha a forráspontkülönbségek elég nagyok. A művelet kivitelezésére az 1. ábrán látható két alapvető elrendezést használjuk.

A leszálló hűtős elrendezést (baloldali ábra) általában akkor használjuk, mikor nagymennyiségű oldószert akarunk eltávolítani, míg a hűtött desztillációs feltétell ellátott készüléket (jobboldali ábra) kisebb mennyiségű folyadék desztillálásánál használjuk. Természetesen a desztillálendő anyag mennyiségéhez választjuk meg mindig a használt berendezés méretét. Néhány általános szabály a kivitelezéshez:

1. A desztillációs berendezést mindig üresen állítjuk össze. A használt üvegeszközök tiszták és épek legyenek. Ügyelni kell a feszültségmentes szerelésre, a csiszolatok jó illeszkedésére és enyhe bezsírozására.
2. Zárt rendszerben nem kíséreljük meg a desztillálást!
3. A desztilláló lombikot max. kétharmad részéig töltjük meg a desztillálendő folyadékkal.
4. Az egyenletes forrás biztosítására forrkövet használunk, amit mindig a hideg folyadékba teszünk. Használhatunk keverést is az egyenletes forrás biztosítására (mágneses keverőberendezés).
5. A hőmérő higanyházának pontosan be kell merülni az áramló gőzök útjába.

6. A melegítés megkezdése előtt meggyőződünk a hűtés működéséről, és ezt a desztillálás közben is többször ellenőrizzük.



1.ábra

7. A desztilláló lombik melegítésére elektromos melegítőt vagy valamilyen közvetítő fürdőt (lég-, víz-, homok-, olajfürdő) használunk. A desztilláló lombikot sohasem melegítjük közvetlenül gázlánggal!
8. A desztilláció sebességét a melegítéssel szabályozzuk úgy, hogy másodpercenként 1-2 csepp kondenzátum csepegjen le a szedőlombikba. Mindig feljegyezzük azt a hőmérséklet tartományt, amely az egyes frakciókhoz tartozik.
9. Soha nem desztillálunk szárazra, mindig maradjon kevés folyadék a desztilláló lombikban.
10. A desztilláció időtartama alatt mindig a készüléknél tartózkodunk.
11. A desztilláló berendezést csak annak lehűlése után szedjük szét.

### Frakcionált desztilláció.

Egy többkomponensű folyadékelegy szétválasztása egyszerű desztillációval megoldhatatlan, különösen, ha a forráspontok közel esnek. Ha egy kétkomponensű elegyet kezdünk desztillálni, a Raoult és Dalton törvények értelmében a desztilláció elején a gőzfázisban (így a lecsepegő kondenzátumban is) mindig nagyobb lesz az illékonyabb komponens koncentrációja. Így sok frakció szedésével, majd a frakciók többszöri újradesztillálásával többé-kevésbé eljuthatunk a tiszta komponensek kinyeréséhez. Ez időigényes eljárás. Ilyen esetekben a szétválasztás hatékonyságát növelhetjük desztilláló (frakcionáló) kolonnák alkalmazásával, amit a desztilláló lombik és a feltét közé iktatunk be. A desztilláló kolonnában a felszálló gőz egy része kondenzál és visszafelé folyik a kolonnában, ez találkozik a főlzálló gőzzel, egyensúly áll be közöttük, a továbbhaladó gőz az illékonyabb, a visszacsepegő kondenzátum a kevésbé illékony komponensben dúsul fel ( ezt a folyamatot nevezzük ellenáramú desztillációnak, vagy rektifikációnak). Ideális esetben a kolonna végén a tiszta illékonyabb komponens távozik és a desztilláló lombikban a magasabb forráspontú komponens marad vissza. A desztilláció folyamán több frakciót szedünk, amelyeknek mindig felírjuk a forráspont tartományát.

Többfajta desztillációs kolonna ismert, a leggyakrabban alkalmazott a Vigreux-kolonna, amely tulajdonképpen a felület növelése céljából egy, a falán "beszurkált" és szigetelt üvegcső, vagy különböző, üveggyönggyel illetve üveg-spirállal megtöltött és szigetelt kolonna. Általánosságban azonban elmondható, hogy ezekkel az eszközökkel sem tudunk két, 10°C-nál kisebb forráspont különbségű folyadékot 90%-nál jobb hatásfokkal elválasztani.



### Vákuumdesztilláció.

A vákuumdesztillációt (helyesebben csökkentett nyomáson végzett desztillációt) magas forráspontú (>150-160°C), vagy atmoszférikus forráspontjukon bomló, hőérzékeny anyagok desztillációjára használjuk. A vákuumdesztilláció berendezései, szabályai nem nagyon különböznek a közönséges desztillációétól. Néhány további szempont vákuumdesztillációnál:

1. A forrás egyenletességét forrkő helyett a desztilláló lombik aljáig beérő, vékonyra kihúzott kapilláris biztosítja, vagy a már említett mágneses keverő alkalmazása.
2. A vákuumforrás és a készülék közé mindig pufferedényt csatlakoztatunk, valamint a vákuum mérésére szolgáló manométert.
3. A frakciószedést a vákuum időszakos megszakítása nélkül is végre tudjuk hajtani, ha a hűtő végére egy többujjas szedőfeltétet csatlakoztatunk, amelynek elforgatásával tudjuk a frakciókat külön lombikba szedni.
4. A vákuumforrást mindig a melegítés megkezdése előtt csatlakoztatjuk a berendezéshez. Vákuumforrásként vízlégszivattyút (vízsugárszivattyút) használunk, amely a víz gőznyomásától (hőmérsékletétől) függően 20-30 Hgmm vákuumot tud biztosítani, vagy rotációs vákuumszivattyút használunk, amivel max. 0,5-1 Hgmm vákuumot tudunk elérni.
5. A vákuumdesztilláció kivitelezésekor mindig védőálarcot viselünk.
6. A készülék szétszerelésénél előbb a melegítést, majd a vákuumot szüntetjük meg.

### Vízgőzdesztilláció.

A vízgőzdesztilláció vízzel nem, vagy korlátoltan elegyedő és nem reagáló, 100°C körül 5-10 Hgmm gőznyomást elérő folyadék (szilárd anyag) tisztítására alkalmas eljárás. Azon az elven alapszik, hogy két egymással nem elegyedő folyadék felett a gőznyomást a két komponens gőznyomásának összege adja meg, függetlenül a kérdéses komponensek folyadékfázisú koncentrációjától. Az ilyen elegy gőznyomása alacsonyabb hőmérsékleten lesz egyenlő a külső nyomással, ennek következtében az ilyen elegyek forráspontja alacsonyabb, mint a legalacsonyabb forráspontú elegyalkotó komponens forráspontja. Mivel a vízgőzdesztillációnál az egyik elegyalkotó komponens a víz, a desztilláció általában 100°C-nál alacsonyabb hőmérsékleten végezhető, így alkalmas magas forráspontú anyagok kíméletes desztillációjára. A vízgőzdesztilláció további fontos alkalmazási területei:

- elválasztás kátrányos, nagy molekulatömegű melléktermékektől,
- elválasztás szervesen sóktól,
- vízgőzzel eltérő illékonyosságú izomerek szétválasztása,
- vízgőzzel illékony melléktermékek eltávolítása,
- számos természetes anyag izolálása.

A vízgőzdesztilláció megoldható külső gőzforrás alkalmazásával, amikor egy gőzfejlesztő kazánból vezetünk gőzt a desztilláló anyagot tartalmazó melegített lombikba. Kisebb anyagmennyiség esetén a desztilláló anyagot tartalmazó lombikba vizet öntünk és melegítéssel a lombikban képezzük a gőzt, szükség szerint pótolva a fogyó vizet.. Mindkét eljárásnál a szedőedényben két fázis jelenik meg: egyik a víz, a másik a kívánt anyag.

### Azeotróp desztilláció

Több olyan két illetve háromkomponensű folyadékelegyet ismerünk, amely forráspont-maximummal vagy minimummal rendelkezik. Az ilyen elegyek esetén a folyadék és gőzfázisban az elegy komponenseinek koncentrációja azonos. Az ilyen összetételű elegyeket desztillációval nem lehet szétválasztani. Ezt a jelenséget használjuk fel pl. kis mennyiségű (pl. reakcióban keletkező) víz benzollal történő eltávolítására. Néhány azeotróp elegy jellemzőit az 1. táblázat mutatja.

1. táblázat

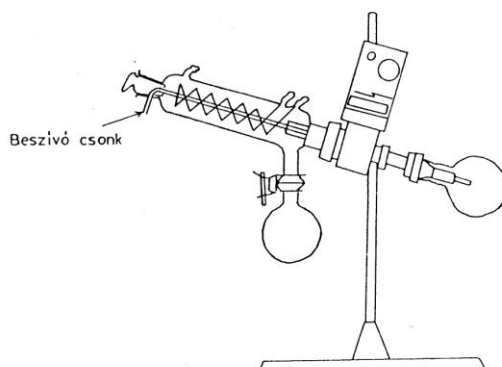
Oldószer	Tiszta oldószer fp.-ja	Azeotróp összetétele	Azeotróp fp.-ja
Etil-alkohol	78,4	95,5	78,1
Víz	100	4,5	(min.)
Kloroform	61,2	80	64,7
Aceton	56,6	20	(max.)
Benzol	80,1	68	68,2
Etil-alkohol	78,4	32	(min.)
Benzol	80,1	91	69,1
Víz	100	9	(min.)
Toluol	110,6	80	84,1
Víz	100	20	(min.)
Benzol	80,1	61	48,3
Metil-alkohol	64,6	39	(min.)
Etil-alkohol	78,4	18,5	64,9
Benzol	80,1	74	(min.)
Víz	100	7,5	
Dioxán	101,3	80	87
Víz	100	20	(min.)

### Bepárlás

Bepárlásnak nevezzük azt a desztillációs műveletet, amikor a desztillációs maradékra és nem a desztillátumra van szükségünk. Ez történik pl. amikor egy szilárd anyag oldatából a szilárd anyagot az oldószer eltávolításával nyerjük ki. Kis mennyiségű oldószer eltávolítását megoldhatjuk úgy, hogy jól szellőző vegyi fülkében az oldaton levegőt vagy inert gázt buborékoltatunk keresztül. A módszer előnye, hogy nem igényel melegítést, így érzékeny anyagok kinyerésénél is használható, hátránya, hogy az oldószer elveszik és környezet-szennyező. Nagyobb oldószer mennyiség esetén használhatjuk az egyszerű desztillációt is. Ennek hátránya, hogy az oldat betöményedésével az oldat forráspontja fokozatosan nő, és a kiváló szilárd anyag a lombik falára rakodva nem kívánatos túlhevülést okoz, esetleg bomlik. Ennek kiküszöbölésére alkalmas a rotációs vákuumbepárló használata (2. ábra), aminek használatával a bepárlás sebességét növeljük a vákuum alkalmazásával, másrészt a lombik forgatásával növeljük az elpárolgási felület nagyságát, csökkentjük a túlhevülés veszélyét. Hátránya, hogy általában csak 100°C-nál alacsonyabb atmoszférikus forráspontú oldószerre használható eredményesen, másrészt a készülék tartalmaz gumi és műanyag tömítéseket, amelyeket néhány oldószer megtámadhat.

### **Törésmutató.**

A törésmutató folyadék halmazállapotú anyagok jellemző fizikai állandója, amelyet egy vegyület azonosítására, tisztaságának jellemzésére lehet használni. A fény különböző anyagokban különböző sebességgel halad, amit a két közeg határfelületén fénytöréssel észlelünk. A törésmutató ( $n$ ) a monokromatikus fény vákuumban mért terjedési sebességének ( $c_1$ ) viszonya a vizsgált anyagban mért sebességhez ( $c_2$ ), amit kifejezhetünk a beeső és kilépő fény törésszögével:  $n = c_1/c_2 = \sin\alpha/\sin\beta$ .



2. ábra

Értéke (dimenzió nélküli szám, folyadékok esetén 1,3-1,6 között, négy tizedes pontossággal) az anyagi minőségen kívül függ a monokromatikus fény hullámhosszától és a mérés hőmérsékletétől ( az érték a hőmérséklet változásával fordítottan változik,  $\approx 0,0004/^\circ\text{C}$  mértékben). A szerves laboratóriumban használatos Abbe refraktométer a fény teljes visszaverődésének határszögét méri, amint az a vizsgált anyagból ismert törésmutatójú prizma baba lép. A készülék úgy van kalibrálva, hogy az értékeket törésmutató egységeiben adja a nátrium D-vonalára (589,3 nm) vonatkoztatva. A mérés hőmérsékletét mindig fel kell tüntetni. Jelölése:  $n_D^t = 1,xxxx$ . A készülék pontosságát desztillált vízzel ellenőrizzük ( $n_D^{20} = 1,3330$ ). Kétkomponensű elegyek törésmutatója durva közelítéssel lineárisan változik az összetétellel, így egy kétkomponensű elegy törésmutatójának értékéből grafikusán meghatározható jó közelítéssel az elegy összetétele, ha ismerjük a tiszta komponensek törésmutató értékét.

### Extrakció.

Extrakciónak (kivonás) nevezzük azt az elválasztási, tisztítási műveletet, amikor két, egymással nem elegyedő fázis segítségével az egyik fázisban oldott anyagot a másik fázisba visszük át, lehetőleg az esetleg többi jelenlevő anyag átvitele nélkül. A szerves laboratóriumi munka során a két legelterjedtebb extrakciós eljárás a **szilárd-folyadék** és a **folyadék-folyadék** extrakció. A különböző extrakciós eljárásoknál leginkább használt oldószerek adatait a 2. táblázat tartalmazza.

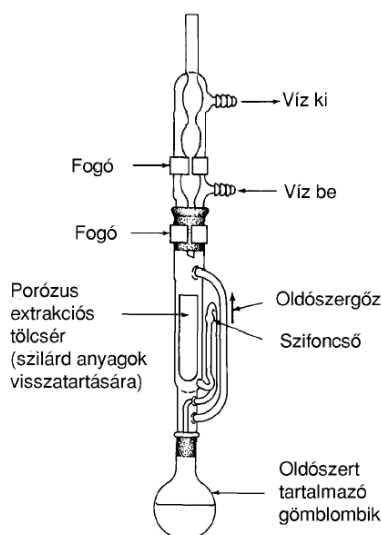
#### Szilárd-folyadék extrakció.

Egy szilárd keverékből alkalmas oldószer segítségével a kívánt anyagot kioldjuk. A természetes (pl. növényi) eredetű vegyületek izolálásának bevezető lépése. A kioldást végezhetjük szobahőmérsékleten vagy az alkalmazott oldószer forráspontján, szakaszos vagy folyamatos technikával. Legegyszerűbb esetben a szilárd anyagkeveréket visszafolyós hűtővel ellátott gömblombikban, keverés közben forraljuk a kiválasztott oldószerrel, majd a nem oldódó maradékot forrón leszűrjük és az oldószer bepárlása után kapjuk a kivont vegyületet. Másik alapvető, részben folyamatosnak tekinthető eljárás a Soxhlet-extraktor (3. ábra) használata. Az extraktorba papírhüvelybe helyezett szilárd anyagra a lombikban levő oldószer forralásakor oldószer kondenzál és ott oldó hatást fejt ki. A folyadékoszlop bizonyos magasságánál az oldat egy szivornyarendszeren át visszajut a lombikba. Végeredményben a lombikban forralt oldószert egymás után többször használjuk extrakcióra, miközben a lombikban forralt oldat egyre nagyobb mennyiségben tartalmazza a kivont anyagot.

## 2. táblázat

### A leginkább használt oldószerek adatai

Név	Összeg- képlet Moltömeg	Forráspont °C	Sűrűség gcm <sup>-3</sup>	Korlátlan elegyedés vízzel	Tűzveszély. osztály	Gőznyomás torr 20 °C-on	Lobbanás pont °C	Egészségkárosító hatás
Metil-alkohol	CH <sub>4</sub> O 32,04	64-65	0,79	+	Fokozott	96	11	Mind a folyadék, mind gőze károsítja a központi idegrendszert, különösen a látóidegeket. Súlyos esetben vakság, halál.
Etil-alkohol	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O 46,07	78-79	0,79	+	Fokozott	44	12	Részegségi tünetek, hányinger. Máj, vese, gyomor károsító.
Aceton	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O 58,08	56-57	0,79	+	Rendkívüli	180	-19	Tartós belégzése narkotikus hatású. Szem és bőr izgató hatás.
Dietil-éter	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O 74,12	34-35	0,71	-	Rendkívüli	440	-45	A gőz belégzése kábulatot okoz, izgatja a légutakat.
Etil-acetát	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> 88,11	77-78	0,90	-	Fokozott	73	-4	Nagyobb koncentrációban narkotikus hatás. A folyadék és gőze izgatja a légutakat és a szemet.
Diklórmétán	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> 84,93	40-41	1,33	-	-	340	-	Tartós belégzés esetén kábulat, eszméletvesztés. Gőzei izgatják a szemet.
Kloroform	CHCl <sub>3</sub> 119,38	61-62	1,49	-	-	158	-	Karcinogén hatású! Szív, vérkeringés, máj, vese károsítás. Gőze narkotikus hatású. Bőrre kerülve marásos sérülések.
Hexán	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> 86,18	68-70	0,66	-	Rendkívüli	120	-23	Gőze nagy töménységben narkotikus hatású. Légzésbénulást, szívműködési zavart okozhat.
Benzol	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> 78,12	80-81	0,88	-	Fokozott	76	-11	Karcinogén hatású! (vérképzőszervi károsodás). Gőzei a légzőszerveket izgatja, légzés bénulás. Bőrön is felszívódhat.
Toluol	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> 92,14	110-112	0,87	-	Fokozott	22	4	Gőze narkotikus hatású, légzőszerveket izgatja. Görcsök lehetnek. A bőr felületét a folyadék izgatja.



3. ábra

### Folyadék-folyadék extrakció.

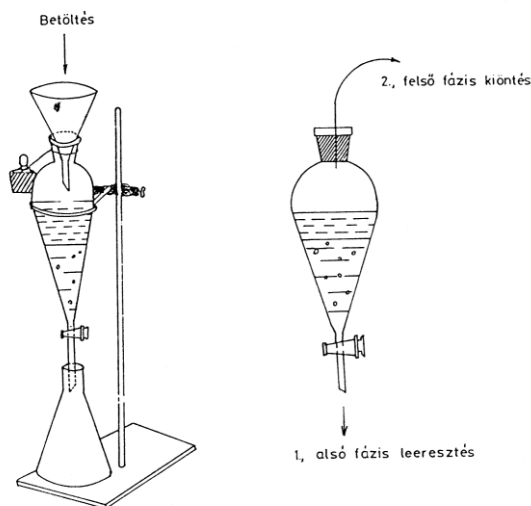
A szerves laboratóriumi munkában leggyakrabban alkalmazott extrakciós eljárás, amelyet az alábbi esetekben használunk:

- egy szerves vegyületet vizes oldatából, elegyből, valamilyen vízzel nem elegyedő szerves oldószerrel kívánunk kinyerni,
- egy szerves oldószerben oldott szerves vegyület mellől vízzel akarunk kiextrahálni savas vagy bázikus segédanyagokat, szervesetlen sót,
- szerves savakat vagy bázisokat akarunk más szerves vegyületektől elválasztani úgy, hogy az elegy szerves oldószerben készült oldatát szervesetlen bázisok vagy savak híg vizes oldatával extraháljuk.

Az extrakció azon alapszik, hogy a kinyerendő anyag két, egymással nem elegyedő oldószer között megoszlik. Adott hőmérsékleten a két fázis között megoszló anyagra az ún. megoszlási hányados jellemző, ami az egyensúly beállta utáni koncentrációk hányadosa, és független az adott vegyület aktuális koncentrációjától. A megoszlási törvényekből levezethető, hogy egy adott mennyiségű extraháló oldószert több részletben alkalmazva az extrahálást nagyobb hatékonysággal tudjuk végrehajtani, mintha az extraháló oldószer összes mennyiségét egy lépésben használnánk el. Ennek illusztrálására tekintsük át az alábbi példát. Szobahőmérsékleten 100 ml víz 2 g, 100 ml kloroform pedig 14,1 g koffeint old fel. Tehát a kloroformban a koffein 7-szer olyan jól oldódik mint vízben, és mivel a víz és a kloroform nem elegyedik egymással, egy vizes koffein oldatból a koffein kivonására a kloroform alkalmas extraháló oldószer. Ha a 2 g koffein 100 ml vizes oldatát 100 ml kloroformmal összerázzuk, akkor a koffein az oldékonyságot mutató számok arányában megoszlik a két fázis között, azaz a 2 g koffein 7/8-ad része (1,75 g) átkerül a kloroformba, 1/8-ad része (0,25 g) a vízben marad. Így tehát az extrakciós művelet 87,5%-os hatékonyságú volt. Ha a 100 ml vizes koffein oldatot csak 50 ml kloroformmal rázzuk össze, akkor a kloroformban csak 3,5-szer annyi koffein lesz, mint a vízben, azaz 1,55 g, és a vízben 0,45 g marad. Ha ezt a vizes oldatot ismét összerázzuk újabb 50 ml kloroformmal, a kloroformba ismét 3,5-szer több koffein lesz mint a vízben, azaz 0,35 g. A 2x50 ml-es extrakció így  $1,55+0,35=1,9$  g koffeint távolított el a vízből, azaz az eredeti koffein 95%-át. Tehát a 2x50 ml-es extrakció hatékonyabb, mint az 1x100 ml-es.

A szakaszos, szobahőmérsékleten végzett folyadék-folyadék extrakció legegyszerűbb eszköze a választótölcsér vagy rázó-tölcsér (4. ábra). A használat előtt meg kell győződni arról, hogy a

csapja és dugója jól zár-e. A választótölcsért szűrőkarikára helyezzük és beleöntjük az extrahálható oldatot, majd az extraháló oldószert. A választótölcsért bedugjuk, kézbe vesszük úgy, hogy a dugóját ujjainkkal ellentartjuk és óvatosan összerázzuk, időnként a nyomás kiegyenlítése céljából, a választótölcsér szárát ferdén felfelé tartva, a csapot kinyitjuk (levegőztetés). Az összerázást és a levegőztetést néhányszor megismételjük, majd a választótölcsért ismét a szűrőkarikára helyezzük, a dugóját kivesszük. Megvárjuk, míg a fázisok szétválnak, majd az alsó fázist a csapon leengedjük, a felső fázist a beöntő nyíláson keresztül kiöntjük.



4. ábra

Néhány gyakorlati tanács az extraháláshoz:

- az extraháláshoz használt szerves oldószer sűrűségét, ha nem ismerjük, táblázatból keressük ki,
- a fázisok elválása annál gyorsabb, minél inkább különbözik azok sűrűsége,
- a választótölcsérben az osztófogat ne legyen több a választótölcsér térfogatának 2/3-ánál,
- amíg nem győződünk meg arról, hogy a kivonandó vegyület melyik fázisban van, egyik fázist sem öntjük ki,
- alacsony forráspontú oldószerekkel történő extrakciónál, vagy ha a kirázás közben gázfejlődés tapasztalható, a szokásosnál többször gondoskodjunk a levegőztetésről ( a választótölcsér szárát sohasem tartjuk szomszédunk irányába!),
- a szerves vegyületek vízzoldhatóságát ún. kisózással (telített NaCl-oldat hozzáadásával) csökkenthetjük,
- kirázásnál gyakran képződik emulzió, ami a fázisok jó szétválasztását megnehezíti. Néhány módszer ennek megszüntetésére:
  - az elegyet redős vagy Büchner szűrőn megsűrjük,
  - kisózással, vagy víz hozzáadásával változtatjuk a vizes fázis sűrűségét,
  - kisebb vagy nagyobb sűrűségű szerves oldószer hozzáadásával változtatjuk a szerves fázis sűrűségét,
  - változtatjuk a vizes fázis pH értékét.

Folyamatos folyadék-folyadék extrakciót perforátorok segítségével végzünk. Ezekben a berendezésekben az extraháló oldószer cseppenként áramlik át az extrahálható oldaton, és az extrahálószer recirkulációjával biztosítjuk, hogy ne legyen szükség túl sok oldószerre.

## Kristályosítás.

Szilárd halmazállapotú vegyületek tisztítására alkalmas eljárás. Az eljárás folyamán az átkristályosítandó anyagot melegítéssel olyan oldószerben oldjuk, amelyben a tisztítandó anyag oldhatóságának hőmérsékleti koefficiense nagy, vagyis melegen jól oldódik, az oldatot lehűtve pedig nagyrésze kikristályosodik. Az átkristályosítási művelet az alábbi lépésekből áll:

- az oldószer kiválasztása,
- az anyag feloldása melegítéssel, forrón telített oldat készítése,
- a forró oldat derítése, szűrése redős szűrőn,
- kristályosítás,
- a kivált kristályok szűrése szívatással, mosása, szárítása,
- olvadáspont mérés.

### 1. Az oldószer kiválasztása.

Ha irodalmi adatok nem állnak rendelkezésre az átkristályosító oldószerre vonatkozóan, elméleti megfontolások alapján kiválasztott oldószerekkel oldékonysági próbákat végzünk. A 5. táblázat tartalmazza az átkristályosításra használt oldószerek adatait. Az alkalmas oldószereknek az alábbi követelményeknek kell eleget tennie:

- az oldószer jól oldja a tisztítandó anyagot magas, és rosszul alacsony hőmérsékleten,
- az oldószer ne reagáljon a tisztítandó anyaggal, ne tartalmazzon szennyezőst,
- a szennyezőst vagy nagyon jól oldja már szobahőmérsékleten is, vagy egyáltalán ne oldja,
- forráspontja lehetőleg 10-15°C-kal alacsonyabb legyen a kristályosítandó anyag olvadáspontjánál,
- maradéka könnyen eltávolítható legyen a kristályok felületéről (viszonylag alacsony forráspontú legyen).

A 3. táblázat az acetanilid oldékonyságát (ml/g) mutatja különböző oldószerekben, a 4. táblázat benzoésav oldékonyságát (g/l) vízben különböző hőmérsékleten.

3. táblázat  
Acetanilid oldékonysága (ml/g)

Oldószer 25°C	ml/g
Víz	185
Víz (forró)	20
Metil-alkohol	3
Etil-alkohol	3,4
Benzol	47
Kloroform	3,7
Aceton	4
Dietil-éter	18

4. táblázat  
Benzoésav oldékonysága (g/l) vízben

Hőmérséklet °C	g/l	Hőmérséklet °C	g/l
0	1,7	40	6
5	1,8	45	6,6
10	2,1	50	9,5
15	2,5	60	12
20	2,9	70	17,7
25	3,4	80	27,5
30	4,2	90	45,5
35	4,8	95	68

### 2. Az anyag feloldása melegítéssel.

A jól elporított átkristályosítandó anyagot az átkristályosító edénybe tesszük. Ez vízből történő átkristályosítás esetén egy megfelelő méretű Erlenmeyer lombik, míg szerves oldószerből történő átkristályosításnál egy visszafolyós (golyós) hűtővel ellátott gömblombik. A lombikoknak olyan méretűeknek kell lenniük, hogy a szükséges mennyiségű átkristályosító

oldószer csak félig töltsé meg. Néhány darab forrkövet adunk hozzá, majd az átkristályosító oldószerből annyit, hogy elfedje a szilárd anyagot. A melegítést megkezdjük és forralás közben kis részletekben addig adagoljuk az oldószerrel, míg az összes anyag fel nem oldódik (az oldódást elősegítjük, ha időnként összerázzuk az elegyet). Ekkor az addig hozzáadott oldószer kb. 30%-át még hozzáadjuk, hogy az oldat ne legyen nagyon tömény, szűrés közben ne kezdődjön meg a kristálykiválás. Az átkristályosításhoz használt oldószer mennyiségét mindig feljegyezzük.

5. táblázat  
Oldószer fizikai adatai

Oldószer	Op. °C	Fp. °C	Lob.pont °C	$\rho$ g/cm <sup>3</sup>	$n_D^{20}$
Hexán	-95	69	-26	0,659	1,3750
Ciklohexán	6	81	-18	0,779	1,4268
Benzol	5	80	-11	0,874	1,5010
Toluol	-95	111	4	0,865	1,4967
MeOH	-98	65	12	0,791	1,3292
EtOH	-114	78	13	0,789	1,3610
Propan-2-ol	-89	82	11	0,785	1,377
Etilénglikol	-13	197	115	1,113	1,4320
Dietil-éter	-116	35	-45	0,713	1,3530
Dibutil-éter	-98	142	37	0,764	1,3988
THF	-108	66	-17	0,889	1,4070
1,4-Dioxán	12	101	12	1,034	1,4175
Diglim	-64	162	63	0,937	1,4080
Diklórmétán	-97	40		1,325	1,4240
Kloroform	-63	61		1,492	1,4460
Nitrométán	-29	101	35	1,127	1,3820
Nitrobenzol	6	210	88	1,196	1,5529
Piridin	-42	115	20	0,978	1,5100
Aceton	-94	56	-17	0,791	1,3590
Butan-2-on	-87	80	-3	0,805	1,3790
Etil-acetát	-84	77	7	0,902	1,3720
Ecetsav	15	118	40	1,049	1,3715
Acetonitril	-48	82	13	0,786	1,3440
DMF	-61	153	67	0,944	1,4310
DMSO	18	189	95	1,101	1,4790
HMPA	7	231	105	1,03	1,4580
Szendiszulfid	-112	46	-30	1,266	1,6280
Víz	0	100		1	1,3330

### 3. A forró oldat derítése, szűrése.

A forró oldat tartalmazhat nem oldódó szennyezéseket, színező anyagokat, nagy molekulatömegű szennyező anyagokat. Ezek eltávolítására szolgál a derítés és forrón szűrés. A derítő anyagok nagyfelületű adszorbensek (aktív szén, szilikagél), amelyek felületükön megkötik a szennyezéseket. Az oldáskor kapott forró oldatot kissé lehűtjük, az oldott anyag 1-



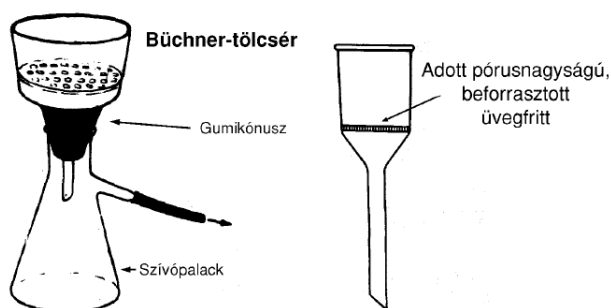
2%-ának megfelelő mennyiségű derítő anyagot adunk hozzá, azt jól elszuszpendáljuk az oldatban, ismét felforraltjuk és rövidszárú üvegtölcséren redős szűrőpapíron a derítő anyagot és a nem oldódott szennyezéseket forrón kiszűrjük (gravitációs szűrés), a szűrletet Erlenmeyer lombikba fogjuk fel. Ha az aktív szenet használjuk derítésre, a szűrlet első néhány ml-ét külön edénybe fogjuk fel, mivel a finom eloszlású szén kezdetben átmegy a papír pórusain és azt újra felöntjük a szűrőre, vagy előzőleg a tiszta átkristályosító folyadékkal átmedvesítjük a szűrőpapírt. A szűrést gyorsan végezzük.

#### 4. Kristályosítás.

A megszárt forró oldat hűlés közben túltelítetté válik és belőle megindul a kristályok kiválása, ami a kristálygóc képződéssel indul. Ezt elősegíthetjük oltókristály bevitelével, vagy a lombik belső falának üvegbottal való kapargatásával. A jól szűrhető kristályok képződéséhez van egy optimális hűtési sebesség. A hallgatói laboratórium körülményei között elegendő, ha az oldatot hagyjuk magától szobahőmérsékletre hűlni, majd utána 25-30 percre jeges-vizes fürdőbe állítjuk.

#### 5. A kivált kristályok szűrése, mosása, szárítása.

A kivált kristályokat az oldószertől (anyalúgtól) szívatásos szűréssel választjuk el. A szükséges vákuumot vízlégszivattyú biztosítja. A szűrőfelület két típusú lehet: különböző porozitású zsugorított üvegszűrő (5. ábra, jobboldali kép) vagy az átkristályosító oldószerral megmedvesített szűrőpapírkarika, amit a megfelelő méretű porcelán Büchner-tölcsérbe (5. ábra, baloldali kép) helyezünk. A szűrőt mindig gumikónusz segítségével csatlakoztatjuk a szívópalackhoz. A szívópalackot rögzítjük az állványhoz, a vákuumot csatlakoztatjuk a szívópalackhoz és a kristályos elegyet a szűrőfelületre öntjük. Amennyiben nem sikerült az összes kristályt a szűrőre vinni, úgy az anyalúgot visszatöltjük és azzal összerázva ismét felöntjük a szűrőre. Az anyalúgot jól leszívattuk, a kristályok felületéről az anyalúgmaradékot kevés hideg oldószer hozzáadásával lemossuk.



5. ábra

Szívatás közben a kristálytömeget lapított végű üvegbottal jól ledöngöljük, hogy minél kevesebb oldószer maradék maradjon, majd a szűrőről a kristályokat óraüvegre tesszük és megszáritjuk (szárítást lásd később).

#### 6. Olvadáspont mérés.

A tiszta, szilárd halmazállapotú vegyületek jellemző fizikai állandója az olvadáspont. Az **olvadáspont** az a hőmérséklet, ahol az anyag szilárd- és folyékony-fázisa egyensúlyban van. A tiszta szerves anyagok olvadáspontja éles, 0,5-1°C-os hőmérséklet tartományban megolvadnak. A szennyezések (ez más vegyületet is lehet) az olvadáspont csökkenését és az olvadási határok kiszélesedését okozzák. Így egy mért olvadáspont érték az anyag tisztaságára is utal, ha irodalomból ismerjük a tiszta anyag olvadáspontját. Új vegyület esetén pedig az átkristályosítást addig ismételjük, míg az olvadáspont állandóságot el nem érjük, ha más úton nem tudunk bizonyosságot szerezni a vegyület tisztaságáról. Egy vegyület azonosítására fel lehet használni az ún. **keverék-olvadáspont** mérést. Ha az általunk kapott vegyületet összekeverjük az autentikus, ismert, tiszta vegyülettel, és a keverék olvadáspontja megegyezik

a két komponens külön-külön mért olvadáspontjával, akkor a két vegyület általában azonos, míg ha olvadáspont csökkenést tapasztalunk, eltérő (akkor is tapasztalunk olvadáspont csökkenést, ha a két különböző vegyület olvadáspontja azonos!).

Olvadáspont mérésre két alapvető módszer ismert: mikroszkópos megfigyelés és kapilláris módszer. A mikroszkópos megfigyelés eszköze egy fűthető tárgyasztallal ellátott mikroszkóp (Boetius-féle olvadáspontmérő). A vizsgált anyag egy-két kristályát tárgylemezek közé helyezük, enyhén összenyomjuk és a fűthető tárgyasztalra helyezük. A fűtést bekapcsoljuk. A mikroszkóp látómezejében jól láthatók a kristályok és a hőmérő skálája is. Olvadáspontnak azt az értéket fogadjuk el, amikor a kisebb kristályok már mind megolvadtak, míg a nagy kristályok élei a kezdődő olvadás miatt már legömbölyödtek. A módszer alkalmas tiszta minták olvadáspontjának nagyon pontos ( $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ) meghatározására, másrészt jól látható minden olyan változás, ami a mintával történik megolvadás előtt (kristályforma átalakulás, bomlás, gázfejlődés, stb.). A kapilláris módszernél egy vékonyfalú, egyik végén leforrasztott kapillárist 2-3 mm magasságban megtöltünk a mérendő anyag porával, jól összetömörítve a mintaréteget. A kapillárist és a hőmérőt egymás mellé behelyezzük egy fűtött térbe (fémöntő, folyadékfürdő, légfürdő), és a melegítést megindítjuk. Olvadáspont tartománynak a mintatömeg olvadásának kezdeti és teljes megolvadásának hőmérsékletét adjuk meg.

Bármely módszernél az olvadáspont pontosságát nagyban befolyásolja a fűtés sebessége. A szerves anyagok olvadáspontjának mérésekor konvencionálisan a fűtési sebesség általában  $3-5^\circ\text{C}/\text{perc}$ , amit az olvadáspont közelében  $1-2^\circ\text{C}/\text{perc}$ re csökkentünk.

#### Átkristályosítás keverékoldószerből.

A gyakorlatban sokszor nem találunk olyan oldószert, amely az átkristályosító oldószer alapfeltételének megfelelne. Ilyenkor az átkristályosítást keverékoldószerből, azaz az adott anyagot egy jól illetve egy rosszul oldó oldószer elegyéből végezzük. Két alapvető eljárást használunk:

1. Az átkristályosítandó anyagot feloldjuk melegítéssel a jól oldó oldószerben, ha szükséges, a meleg oldatot derítjük, szűrjük, majd a meleg oldathoz annyit csepegtetünk a rosszul oldó oldószerből, hogy enyhe zavarosodást észleljünk. Ekkor az oldatot kissé megmelegítjük, hogy kitisztuljon, majd hagyjuk lehűlni és a továbbiakban a normál átkristályosítás lépései szerint járunk el, azzal a különbséggel, hogy a leszűrt kristályok mosását is az oldószerrel végezzük.
2. Az oldószerkeveréket eleve elkészítjük, és az átkristályosítást ebből végezzük.

A leggyakrabban használt oldószerkeverégek: etil-alkohol-víz, acetón-víz, éter-metil-alkohol, éter-acetón, éter-petroléter és etil-acetát-petroléter. Az 6. táblázat a benzoésav oldékonyságát (g/l) mutatja  $20^\circ\text{C}$ -on víz – etil-alkohol elegyekben.

### **Szárítás.**

Szárításon a szárítandó anyag halmazállapotától függően más-mást értünk a szerves kémiában. Szilárd anyagok szárításán oldószernyomoktól (szerves oldószerek vagy víz) való mentesítést, míg szerves oldószerekkel készült oldatok vagy folyadék-halmazállapotú szerves anyagok szárításán víznyomoktól való megtisztítást értünk.

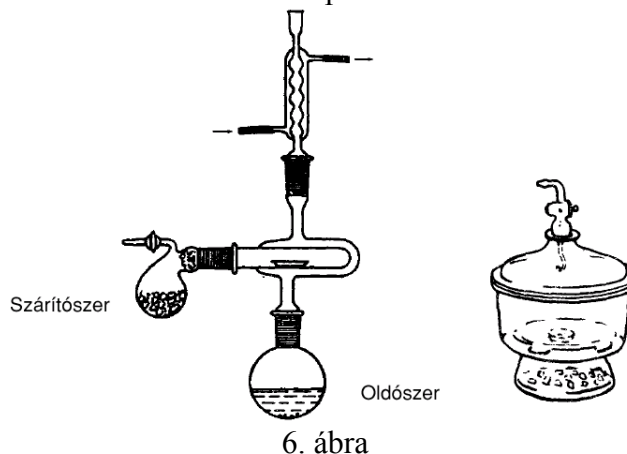
#### Szilárd anyagok szárítása.

A használt módszert megszabja a szárítandó anyag olvadáspontja és az eltávolítandó oldószer forráspontja. Alacsony olvadáspontú ( $< 90-100^\circ\text{C}$ ) anyagok és alacsony forráspontú oldószer ( $< 70-80^\circ\text{C}$ ) esetén légszárítást (levegőn történő szárítást) alkalmazunk, 1-2 napos időintervallumban. Ha az anyagunk magasabb olvadáspontú és az oldószer kevésbé illékony,

6. táblázat  
Benzooesav oldékonysága (g/l) 20°C-on

Oldószer	g/l
Víz	2,9
Víz-EtOH 96:4	3,7
Víz-EtOH 75:25	10,5
Víz-EtOH 55:45	125,2
Víz-EtOH 24:76	243,2
EtOH	305,8

használhatunk infralámpás melegítést, vagy szabályozható fűtésű szárítószekrényt. Vannak szárítóberendezések, amelyek fűthetők is, és csökkentett nyomáson is használhatók: (vákuum)exszikátorok (6. ábra, jobboldali kép), (vákuum)szárítószekrények, vákuum-szárítópisztolyok (6. ábra, baloldali kép). Ezeknél az oldószernyomok megkötésére szárítóanyagokat (víz megkötésére: szilikagél, foszforpentoxid, tömény kénsav, szerves oldószer megkötésére: paraffin forgács) is behelyezünk. Bármely melegítési szárításnál fontos, hogy a szárítás hőmérséklete az olvadáspontnál 20-30°C-kal alacsonyabb legyen.



#### Szerves oldatok, szerves folyadékok szárítása.

Itt a víznyomok (és nem a szemmel látható vizes fázis!) eltávolítása a szárítóanyaggal való közvetlen érintkezés útján történik, ezért néhány szempontot figyelembe kell venni. A szárítóanyag:

- nem reagálhat a szerves vegyülettel vagy a szerves oldószerrel,
- gyorsan és intenzíven fejtse ki hatását,
- ne oldódjon a szerves fázisban,
- ne katalizáljon valamilyen reakciót (polimerizáció, kondenzáció),
- a szárítás végén könnyen eltávolítható legyen (pl. szűréssel vagy dekantálással), és ne legyen drága.

Az alkalmazott szárítószer általában olyan szerves vegyületek, amelyek a vizet fizikai vagy kémiai úton megkötik. Azok a szárítószer, amelyek fizikai úton kötik meg a vizet (kristályvízként), hevítéssel regenerálhatók. A szárítóanyagok intenzitásukkal (egy adott szárítószertel elérhető maximális szárítás mértéke) és kapacitásukkal (a szárítóanyag tömegegysége által megkötött víz tömege) jellemezhetők. A szárítást kevés, porított vagy granulált szárítóanyaggal öszerázva, esetleg kevertetve kezdjük. Ha a beadagolt szárítószert elfolyósodik, újabb részleteket adunk mindaddig, amíg nem folyósodik el, és a szárítási ciklus végén sincs összeállva (néhány szárítóanyag esetén más kritériumok a mérvadók). A nagy feleslegben adott szárítóanyag jelentős adszorpciós veszteséget is okozhat. Figyelembe kell venni azt is, hogy a szárítás nem pillanatszerű folyamat, általában a hallgatói laboratóriumi körülmények között 20-40 percet igényel. A megszártott szerves közegből a szárítószert a további műveletek előtt mindig el kell távolítani! A szerves laboratóriumokban használt leggyakoribb szárítószer jellemzőit és alkalmazhatóságát a 8. táblázat tartalmazza, míg a 7. táblázat néhány, a vízzel korlátlanul nem elegendő szerves oldószert víztartalmát mutatja be.

7. táblázat

Néhány, a vízzel korlátozottan elegendő szerves oldószert víztartalma.

Oldószert	Hőmérséklet °C	Víztartalom Súly%
Hexán	20	0,01
Ciklohexán	20	0,011
Benzol	25	0,063
Toluol	25	0,033
Dietil-éter	25	1,47
Dibutil-éter	20	0,19
Diklórmétán	25	0,198
Kloroform	25	0,072
Nitro-métán	25	2,09
Nitro-benzol	20	0,24
Butan-2-on	20	10
Etil-acetát	25	2,94

### Kromatográfiás módszerek.

A kromatográfiás eljárásokat szerves laboratóriumban anyagkeverékek szétválasztására, nyerstermékek tisztítására, vegyületek azonosítására, reakciók gyors, tájékozódó jellegű követésére használjuk. A kromatográfia elve az, hogy a vizsgált anyagot álló (stacioner) fázison (szilárd vagy folyadék) visszük keresztül mozgó (mobil) fázis (eluens: folyadék vagy gáz) segítségével. Az álló fázison az anyag oldódás vagy adszorpció révén megkötődik, ennek következtében az álló és a mozgó fázis között megoszlási egyensúly áll be. Az erre jellemző megoszlási hányados az anyagkeverék komponenseire általában eltérő, ami a megfelelően kialakított kísérleti körülmények között a komponensek szétválását eredményezi. Kromatográfiás eljárásoknak nevezzük azokat az elválasztási módszereket is, ahol az említettektől eltérő kölcsönhatásokon alapszik az elválasztás: ioncserés-, gél-, és affinitás-kromatográfia. A kromatográfiás módszereket több szempont alapján osztályozzuk: a mozgófázis fázisállapota szerint (gáz-, folyadék- vagy szuperkritikus folyadékkromatográfia), az alkalmazott technika alapján (síkelrendezésű vagy oszlop), az elválasztás mechanizmusa

8. táblázat  
Szárítószer tulajdonságai

Szárítószer	Kémhatás	Felhasználás	Kapacitás	Izzítási hőmérs.	Megjegyzés
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	semleges	általános	nagy	110°C	olcsó, kis intenzitás viszonylag lassú
MgSO <sub>4</sub>	enyhén savas	általános	nagy	200°C	közepes intenzitás
CaCl <sub>2</sub>	semleges, kissé bázikus	olefin, halogénezett szénhidrogén	nagy	110°C	közepes intenzitás, gyorsan szárít
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	bázikus	alkohol, keton, észter, nitril, amin	közepes	110°C	közepes intenzitás
NaOH, KOH	bázikus	amin	kicsi	-	nagy intenzitás, gyorsan elfolyósodnak
Na	bázikus	szénhidrogén, éter	nagy	-	nagy hatékonyság, előszárítás kell, H <sub>2</sub> fejlődik
CaH <sub>2</sub>	bázikus	THF, DMSO, DMF	nagy	-	nagy hatékonyság, előszárítás kell, H <sub>2</sub> fejlődik
CaO	bázikus	alkohol, éter, amin	közepes	800°C	nagy hatékonyság, lassan szárít
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	savas	alkil-halogenidek, alifás szénhidrogén, gázok	nagy	-	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	savas	alkil-, aril-halogenidek, szénhidrogén, éter, nitril	közepes	-	előszárítás ajánlott nagy intenzitás
3A molekulaszit	semleges	általános, de főleg oldószerek, reagensek szárazon tartása	kicsi	320°C	gyors, nagy hatékonyság

alapján (pl. adszorpciós, megoszlásos, ioncserés, stb.). A kromatográfiai módszerek sokféleségének (9. táblázat) ismertetését ezen összeállítás terjedelme nem teszi lehetővé, részletesebben csak az oszlop-, vékonyréteg- és gázkromatográfia kerül ismertetésre.

#### Vékonyréteg-kromatográfia (rövidítve VRK, angolul TLC, németül DC).

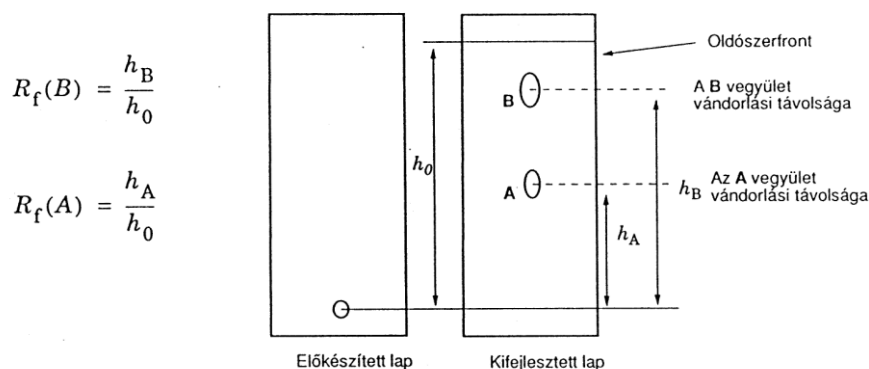
A VRK széles körben alkalmazott technika anyagkeverékek kvalitatív vagy félkvantitatív analízisére. A kromatogram elkészítése, kifejlesztése minimális berendezést igényel, időigénye is csekély (általában 2-4 perc). A VRK a síkelrendezésű kromatográfia egyik változata, ahol az elválást egy szilárd lapra (üveg, vékony alumíniumlemez, műanyaglap) felvitt vékony (0,1-0,25 mm vastagságú) állófázison a kapilláris hatás következtében mozgó mobil fázis (eluens) segítségével valósítjuk meg.

A mobil fázis (oldószerfront) előrehaladási sebességét a kapillárishatás erőssége és az eluens viszkozitása korlátozza. A kromatogram kifejlesztése során (nevezzük futtatásnak is) az eluens a különböző kémiai szerkezetű anyagokat eltérő távolságra viszi el. A vándorlást a VRK-ban az  $R_f$  (retenciós faktor) értékkel jellemezzük, amelynek definíciója:

$$R_f = \frac{\text{az anyag vándorlási távolsága a felcseppentés helyétől}}{\text{az oldószerfront vándorlási távolsága a felcseppentés helyétől}}$$

Az  $R_f$  érték megadásánál mindig pontosan fel kell tüntetni a vizsgálati körülményeket is (adszorbens típusa, oldószer, stb.). A VRK-ban használt állófázisok a visszatartó képességük sorrendjében normál fázisok esetén: poliamid < cellulóz < szilikagél < alumíniumoxid. Az álló fázis és a szétválasztandó elegy komponensei között a következő kölcsönhatások fordulhatnak elő: sóképzés, koordinatív hatások, hidrogénhidás kötések, dipól-dipól kölcsönhatások. A helyes oldószert vagy oldószerkeletet az elválasztandó anyag polaritásának függvényében választjuk meg. Normál fázisú kromatográfia (az állófázis polárosabb a mozgófázisnál) esetén a polárosabb anyagok (amelyek polárosabb funkciócsoportokat tartalmaznak, pl. alkoholok, aminok, karbonsavak) elmozdításához polárosabb eluens szükséges. Néhány, a normál fázisú kromatográfiában leggyakrabban használt oldószer elúciós erőssorrendje: hexán/petroléter < toluol < diklór-metán < éter < etil-acetát < aceton < metanol < víz < ecetsav. Az elválasztás, illetve az oldószer vagy oldószerkelet akkor megfelelő, ha a szétválasztott komponensek  $R_f$  értéke 0,3 és 0,8 között van. A vizsgált mintát, amely egy eluens rendszerben csak egy komponenst mutat, csak akkor fogadhatjuk el egységesnek, ha még legalább két másik eluens rendszerben is egyetlen komponenst mutat. Ugyancsak két ismeretlen anyagot, vagy egy ismert és egy ismeretlen anyagot csak akkor fogadhatunk el azonosnak, ha legalább három eluens rendszerben is eluens-rendszereként ugyanazt az  $R_f$  értéket adják, és összecseppentve őket a kifejlesztés után egy foltot adnak.

A VRK-ban általában a gyors vizsgálatokhoz kb. 10x4 cm-es lapkákat vágunk (7. ábra). Fontos, hogy az adszorbens felületet ne érintsük meg kezünkkel. A vékonyréteglapra az elválasztandó vagy összehasonlítandó mintát alacsony forráspontú oldószerekkel készült híg oldat formájában kapillárisal visszük fel a lap szélétől, aljától kb. 1 cm, egymástól legalább 0,8-1 cm távolságra úgy, hogy a kapilláris végét egy pillanatra az adszorbens felületéhez érintjük. Megvárjuk, míg az oldószer elpárolog, és esetleg a felcseppentést még egyszer megismételjük. Szébb kromatogramot kapunk, ha a felcseppentés helyén a minta 1-2 mm átmérőjű foltban helyezkedik el. Jó, ha a felcseppentési helyeket előre kijelöljük puha grafitceruzával.

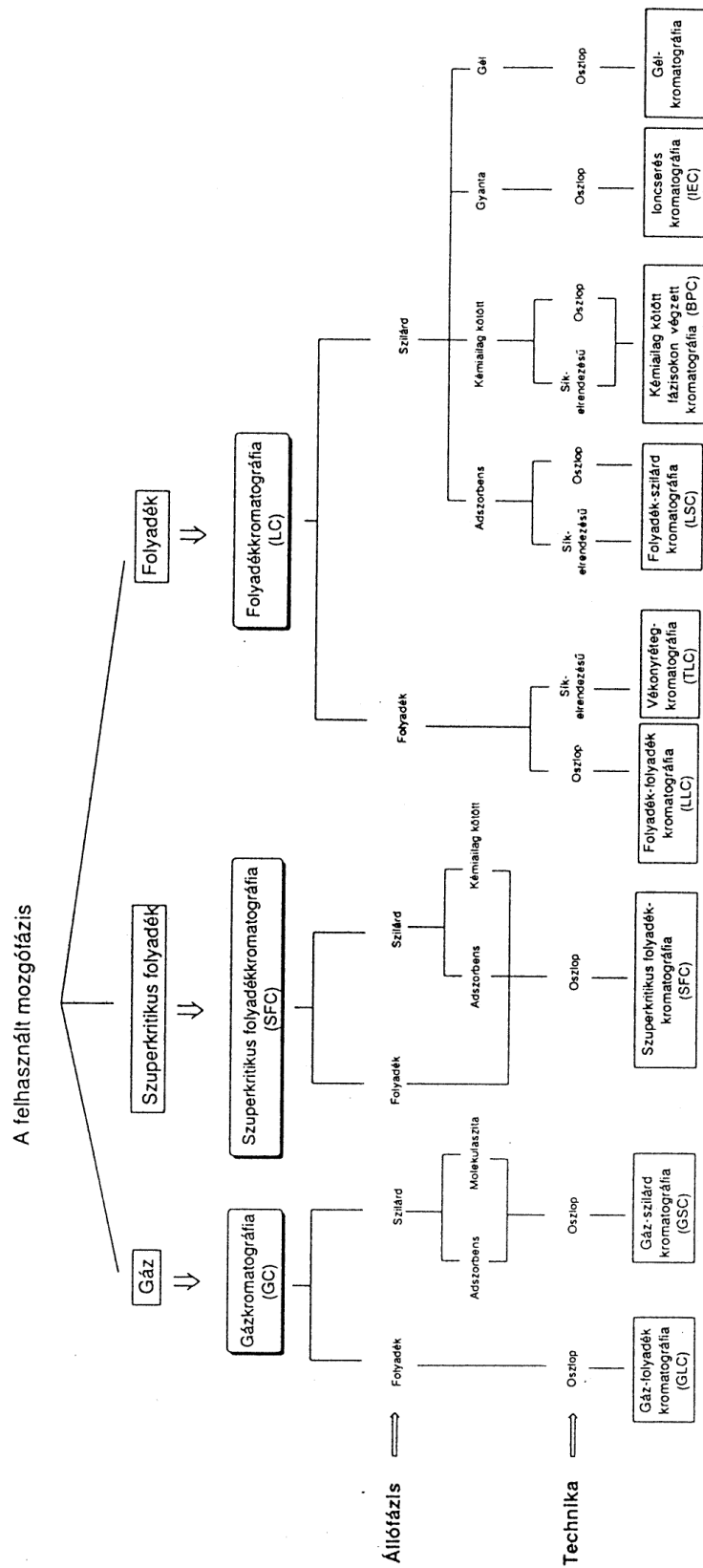


$$R_f(B) = \frac{h_B}{h_0}$$

$$R_f(A) = \frac{h_A}{h_0}$$

7. ábra

9. táblázat  
Kromatográfiai eljárások felosztása



A lapkát ezután a fedővel ellátott, az eluent max. 0,5 cm magasságig tartalmazó futtató kádba helyezük. A kromatogram kifejlesztését addig folytatjuk, míg az oldószerfront majdnem eléri a lapka tetejét. Ekkor a kádból kivesszük, az oldószerfront helyét megjelöljük, és az oldószert elpárologtatjuk. Ha a vizsgált minta színes, úgy az elválasztott anyagokat színes foltokként látjuk. Ha nem színes, akkor a lapkát UV-lámpa alá helyezük. Mivel az adszorbens rétegbe általában fluoreszcens indikátort kevernek, a lap UV-lámpa alatt fluoreszkál, ahol pedig anyag van, ott sötét folt jelentkezik. A lapot speciális reagensek permetével is lefújhatjuk, amelyek a szétválasztott elegy komponenseinek foltjaival jellegzetes színreakciókat adnak( pl. foszforsav, kénsav, jódgőz, stb.).

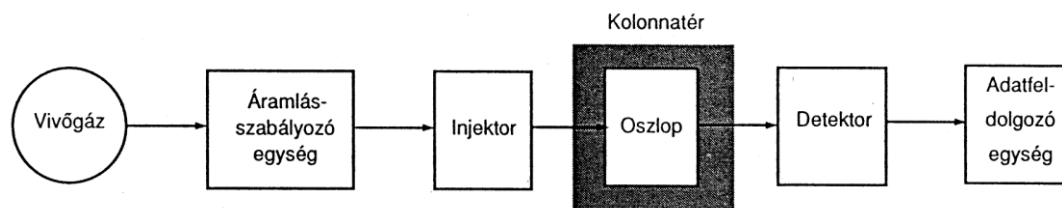
#### Klasszikus oszlopkromatográfia.

Az oszlopkromatográfiát néhány 10 mg-tól 10 g-ig terjedő keverékek szétválasztására használják. Az adszorbens és eluens kiválasztását jól meg lehet jósolni vékonyrétegekromatográfiás elővizsgálatokkal. Általában az az adszorbens és eluens ad jó eredményt az oszlopkromatográfiában, amelyek a VRK-ban az adott keveréknél a komponensek nem húznak csóvát a rétegen, jól meghatározott foltot adnak és  $R_f$  értékük 0,3 és 0,6 közé esik. Az oszlopkromatográfiában különböző szemcseméretű és aktivitású szilikagélt és alumíniumoxidot használunk. A használt adszorbens mennyiségét az elválasztandó minta mennyisége határozza meg, általában az elválasztandó anyagmennyiség 50-100-szorosa. A szemcseméret 0,125-0,25 mm. Az alkalmazott töltet magasságának és átmérőjének a legkedvezőbb aránya 8-10:1. Az adszorbenst vagy szuszpenzióként vagy szárazon töltjük az oszlopba. A szárazon töltés után az eluenssel átnedvesítjük az oszlopot. Mindkét töltési módnál tömöríteni kell a töltetet, és nem lehet levegőbuborék az oszlopban. Vigyázni kell, hogy az adszorbenst mindig fedje oldószer, az oszlop ne levegősödjön le. A szétválasztandó mintát leginkább az eluens minél kisebb térfogatában oldva rétegezzük az adszorbens tetejére, majd az eluens nívóját leengedjük az adszorbenságy szintjéig. Ezután egy alkalmas adagolóberendezésből (általában választótölcsérből) adagolva, a nívószintet állandó magasságban tartva az eluent átáramoltatjuk az oszlopon. A legkedvezőbb lineáris áramlási sebesség általában 0,1-0,5 cm/perc. Az oszlopról lecesepegő oldatot meghatározott térfogatú frakciókként fogjuk fel és összetételüket VRK-val vizsgáljuk. Az oszlopkromatográfiában az  $R_f$  érték helyett a retenciós térfogatot ( $V_R$ ) használjuk, ami a komponens oszlopvégen történő megjelenéséhez szükséges mozgófázis térfogat. Az eluens áramlási sebességét bizonyos esetekben gyorsíthatjuk szívatással vagy enyhe levegő, vagy inert gáz (nitrogén) túlnyomás (flash-kromatográfia) alkalmazásával. Ez meggyorsítja az egész műveletet, de különösen többkomponensű elegyek esetén az elválasztóképesség csökken.

#### Gázkromatográfia.

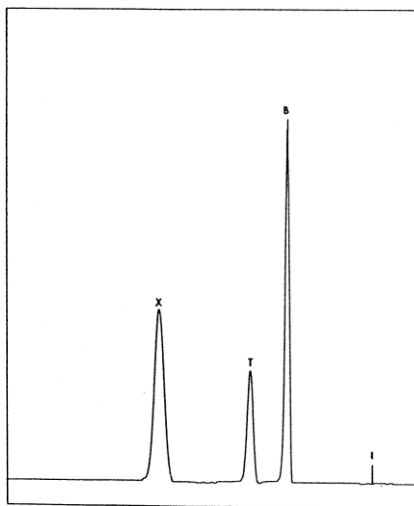
A gázkromatográfia gyors analitikai módszer vegyületek tisztaságának ellenőrzésére, gáz- és folyadékelegyek komponens számának megállapítására, referens anyag megléte esetén vegyület azonosítására, reakciók követésére, de preparatív elválasztásra is alkalmazható. Egy átlagos gázkromatográfiás meghatározás 1-10 percet igényel.

A gázkromatográfiában a mozgó fázis mindig inert gáz (hélium, hidrogén, nitrogén), az állófázis szilárd adszorbens (gáz-szilárd kromatográfia), vagy szilárd hordozóra felvitt, általában magas forráspontú megosztó folyadék (gáz-folyadék kromatográfia). Egy gázkromatográf sematikus felépítését az alábbi rajz mutatja:





A gázkromatográfia az oszlopkromatográfia egyik változata. Az oszlop, itt kolonna, lehet töltetes, vagy kapilláris. A töltetes kolonnák általában 0,5-4 m hosszúak és 2-6 mm belső átmérőjűek, üvegből vagy acélból készülnek. A kapilláris kolonnák speciális üvegből készülnek, hosszuk 10-100 m, belső átmérőjük 0,1-1 mm. A töltetes kolonnára felvitt mintamennyiség 1-5  $\mu\text{l}$ , a kapilláris kolonna esetén ennek tizedrésze. A töltetes kolonnába vagy szilárd adszorbens (valamilyen diatomaföld alapú, általában különböző, Chromosorb névvel jegyzett készítmények), vagy valamilyen szilárd hordozóra felvitt megosztófolyadék (mennyisége a hordozó tömegének 1-30%-a között változik; típusuk pl. szilikonok, poliészterek, poliglikolok) kerül. A kapilláris kolonnában vagy maga a kapilláris fala szolgál adszorbensként, vagy a falára vékony filmként felvitt megosztófolyadék. A gázkromatográfiában a gáz elúciós ereje igen kevésbé változtatható. Ezért a különbözőképpen visszatartott komponensek elválasztását az állófázis mennyiségének (kolonna hossz), összetételének megválasztásával és az oszlophőmérséklet szabályozásával (ezért a kolonna pontosan temperálható térben helyezkedik el) érjük el. A kolonna hőmérséklete lehet a mérés alatt azonos (izoterm körülmények) vagy szabályozott körülmények között emelkedő (programozott fűtés). A vizsgálandó mintaelegyet egy fűtött térbe (injektor) adagoljuk, ahol az rögtön elpárolog és az állandóan áramló vivőgáz a gőzöket a kolonnára viszi, ahol azok különböző erősséggel adszorbeálódnak, aminek következtében az egyes komponensek eltérő időben jelennek meg a kolonna végén. A kolonnáról távozó komponensek a detektor egységbe kerülnek, ahol a gázáram összetételének megváltozását detektáljuk. A leghasználatosabb detektor típusok (működési elvük ismertetése nélkül): hővezetőképességi, lángionizációs, elektronbefogásos, tömegspektrometriás. A detektor a gázösszetétel változását valamilyen módon elektromos jellé változtatja, amit azután láthatóvá teszünk, pl. egy vonalíró berendezéssel. A 8. ábra benzol (B), toluol (T) és xilol (X) elegyének gázkromatogramját mutatja be, az I pont a beadagolás időpontja.



8. ábra

A gázkromatográfiában jellemző adat a retenciós idő ( $R_t$ ), ami a minta beadagolásától a valamely komponens megjelenéséig eltelt idő. Megadásakor mindig fel kell tüntetni a kromatográfiai körülményeket is (készülék típus, kolonna típus, hossz, hőmérséklet, megosztó típus, vivőgáz és sebessége). A kromatogramban a csúcsok alatti terület aránya durva közelítéssel megegyezik az elegy komponenseinek tömegarányával (különösen hasonló típusú és illékonyságú, nem nagyon eltérő molekulatömegű anyagok esetén), így a csúcsalatti területek integrálásával megállapítható az elegy összetétele. A gázkromatográfia felhasználható igen alacsony illékonyságú, sőt szilárd vegyületek vizsgálatára is (pl. cukrok,

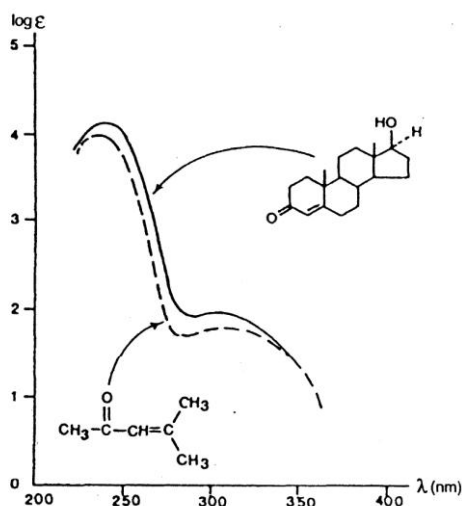
szteroidok). Ilyenkor a vegyületekből egyszerű módszerekkel illékony származékokat készítünk (pl. trifluor-acetátok, trimetilszilil-éterek, metil-észterek), és ezeket analizáljuk. A gáz-kromatográfiának preparatív változata is ismert, amivel desztillációval el nem választható elegyeket választunk szét. Természetesen itt nagyobb méretű oszlopokat használunk, és minta beadagolásánál egyszerre 1-2 ml-t is beadhatunk. Ebben az esetben csak olyan detektort használhatunk, ami a mintát nem károsítja és a detektor egység után egy hűtött frakciószedő berendezést szerelünk fel.

### Spektroszkópiai módszerek.

A megtisztított vegyületek szerkezetének megállapítására, szerkezetigazolásra használt műszeres vizsgálatok egy részét spektroszkópia gyűjtőnéven ismerjük. A spektroszkópiában a vizsgálandó molekula és az elektromágneses sugárzás közötti kölcsönhatást tanulmányozzuk. Ezek a módszerek minden esetben az elektromágneses energia részleges ill. szelektív **abszorpcióját** vizsgálják a hullámhossz vagy azzal analóg mennyiség (hullámszám, frekvencia, foton-energia) függvényében, és általában nem okozzák a molekulán belüli kötések felbomlását. A mérési eredmény, a **spektrum**, az adott módszerre jellemző hullámhossz (vagy analóg mennyiség) tartományban egy, a fényelnyelés mértékével arányos mennyiség ábrázolása. Az alábbiakban röviden ismertetjük az egyes spektroszkópiai módszerek (zárójelben a használt angol rövidítés, az energiatartomány, frekvencia érték, hullámhossz) lényegét és bemutatjuk, milyen információkat nyerhetünk belőlük a vegyületek szerkezetére vonatkozóan, és demonstrációs célból bemutatunk egy-egy spektrumot.

Ultraibolya-látható spektroszkópia (UV-VIS, 600-150 kJ/mol,  $10^{15}$  Hz, 200-800 nm).

Az abszorpció elektronátmenettel kapcsolatos, amikor a molekulában a vegyértékhéjon levő kötő elektronok vagy nemkötő elektronok az alapállapotú kötő pályáról ill. a nemkötő pályáról a magasabb szintű lazító pályára mennek át. A gerjesztéshez szükséges energiát az adott hullámhosszhoz tartozó fény elnyelt fotonjainak energiája szolgáltatja. Az abszorpció helyét a spektrumban a molekulapályák energiaszintjei, intenzitását az elektronátmenet valószínűsége határozza meg. Ezen spektroszkópiai módszernek fontos szerepe van a többszörös kötést tartalmazó, konjugált és aromás rendszerek vizsgálatában. A vizsgálatokat elvégezhetjük az anyag mindhárom halmazállapotában, de leginkább oldatokat vizsgálunk, vigyázva arra, hogy az oldószer a mérési tartományban ne abszorbeáljon. Az alábbi UV-VIS spektrum két, azonos szerkezeti egységet tartalmazó vegyület jellegzetes elnyelését mutatja a hullámhossz függvényében:

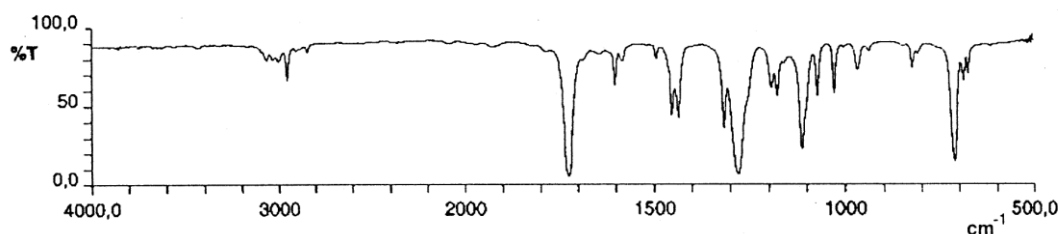


Infravörös spektroszkópia (IR, 46-5 kJ/mol,  $10^{13}$  Hz, 2,5-25  $\mu\text{m}$ , hullámszám 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ ). A molekulában levő atomok állandó rezgő és forgó mozgást végeznek, de mindig meghatározott energiaszinten. Az egyes energiaszintek közötti átmenet az IR sugárzás abszorpciójával váltható ki. Az atomok rezgő mozgásait két nagy csoportba sorolhatjuk:

**vegyértékrezgések:** a kötés irányában mennek végbe és a kötészossz ingadozásával járnak,

**deformációs rezgések:** a kötés irányának változásával, azaz kötészög ingadozással járnak.

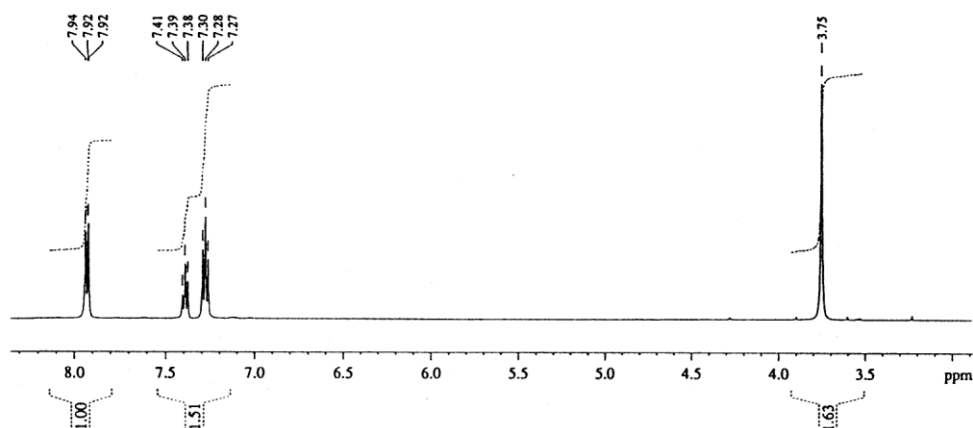
Az IR azért használható szerkezetfelderítési célokra, mert bizonyos kötések, illetve atomcsoportok – csaknem függetlenül a molekula többi részétől - jól meghatározott hullámszám-tartományban nyelnek el, ezért az ismert korrelációs táblázatok segítségével a legfontosabb kötéstípusok, atomcsoportok jelenléte első közelítésben jól megjósolható. A mérések mindhárom halmazállapotban elvégezhetők: a gázokat gázküvetében, folyadékokat oldatban vagy vékony filmként, szilárd anyagokat oldatban vagy KBr-dal összekeverve és pasztillává préselve vizsgáljuk. Az alábbi IR-spektrum a benzooesav-metilészter jellegzetes elnyelését mutatja a hullámszám függvényében:



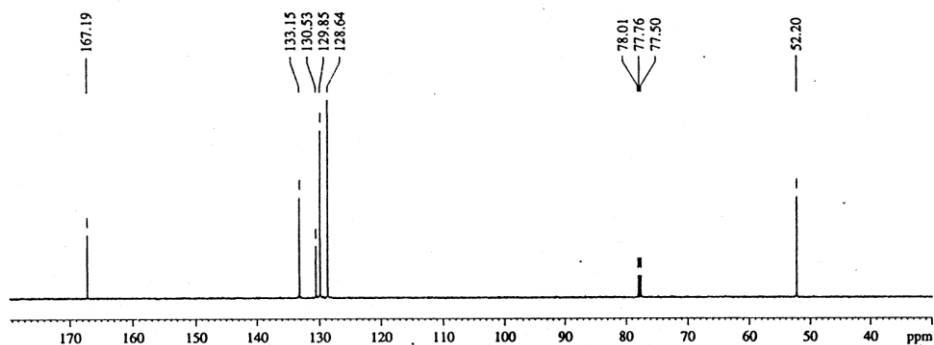
Mágneses magrezonancia spektroszkópia (NMR,  $5 \cdot 10^{-7}$  kJ/mol,  $10^6$ - $10^8$  Hz, 0,5-300 m).

Ismert, hogy bizonyos atommagok mágneses momentummal rendelkeznek. Külső homogén mágneses térben a magspin – mint elemi mágnes – a külső mágneses tér irányához képest parallel vagy antiparallel módon helyezkedhet el. A kétféle orientáció közti kis energiakülönbség a külső térerőtől is függ. A parallel beállítás alacsonyabb energia szintű, mint az antiparallel. Az alacsonyabb energia állapotból a magasabbba való átmenet – ami igen kis energia különbséget jelent – kvantáltan történik. A magasabb energia állapotból való visszatérés energia kibocsátásával jár, amit detektálni lehet. Az atommagok közül azoknak van mágneses momentuma, magspinje, amelyeknek a spinkvantum száma nem egyenlő a nullával. Ilyenek pl. a páratlan tömegszámú atomok, mint pl. a hidrogén, a szén 13-as izotópja (természetes gyakorisága 1,1%), a 19-es F izotóp, stb. Mivel a szerves vegyületekben értelemszerűen mindig van szén (és így a 13-as izotópja is), hidrogént pedig csaknem mindegyik szerves vegyület tartalmaz, a módszer alkalmas a szerves vegyületek szerkezetének pontos felderítésére. A spektrum felvételeket végre lehet hajtani szilárd állapotú anyagon is, de leginkább – itt nem részletezett okok miatt – deuterált oldószerekben (pl.  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{C}_6\text{D}_6$ ) végezzük. A **proton-mágneses rezonancia** ( $^1\text{H}$ -NMR) azon alapszik, hogy a különböző strukturális helyzetű protonok rezonancia frekvenciáját a kémiai környezetük befolyásolja (pl. a szomszédos szénatomokon levő protonok egymás spin állapotát is befolyásolják). A protonok abszorpciós frekvenciájában mutatkozó eltéréseket (különbségeket) a kémiai eltolódással ( $\delta$ ) jellemezzük, és egy referens vegyület rezonanciafrekvenciájára vonatkoztatva a külső tér frekvenciájának milliomod részében, ppm egységben adjuk meg. A protonrezonancia spektroszkópiában ( mint ahogy a szénrezonancia spektroszkópiában is ) ez a referencia vegyület a tetrametilszilán (TMS, amit minden mérésnél a mintához adunk), amelyben csak egyfajta típusú hidrogének találhatók, amelyek alacsony frekvenciánál jól

azonosítható jelet adnak, amit megállapodás szerint 0 ppm eltolódásúnak tekintünk, és a vizsgált vegyület protonjainak kémiai eltolódását ehhez viszonyítjuk. A szerves vegyületekben a protoneltolódások jellemző tartománya 0-15 ppm. A különböző strukturális helyzetű protonok kémiai eltolódása a gyakorlati tapasztalatok alapján hasonló és a rájuk jellemző tartományok korrelációs táblázatokban megtalálhatók. A jelek integrál intenzitása arányos a jelet adó protonok számával, így integrálással azok aránya meghatározható. Az alábbi spektrum a benzoészav-metilészter  $^1\text{H-NMR}$  spektrumát mutatja:



A **szénrezonancia spektrumban** ( $^{13}\text{C-NMR}$ ), ahol az eltolódást ugyancsak a TMS-hoz viszonyítjuk) bizonyos mérési körülmények között szigorúan csak annyi vonal jelenik meg, ahányféle kémiaailag ekvivalens szénatom van. A szénrezonancia-eltolódások többsége 0-220 ppm tartományba esik. Nagyságát többek között a szénatom hibridállapota, rendűsége, és a hozzákapcsolódó szubsztituens elektronegativitása befolyásolja. A jelek intenzitás-arányából nem lehet egyértelműen következtetni a szénatomok számára. A következő spektrum a benzoészav-metilészter  $^{13}\text{C-NMR}$  spektruma:



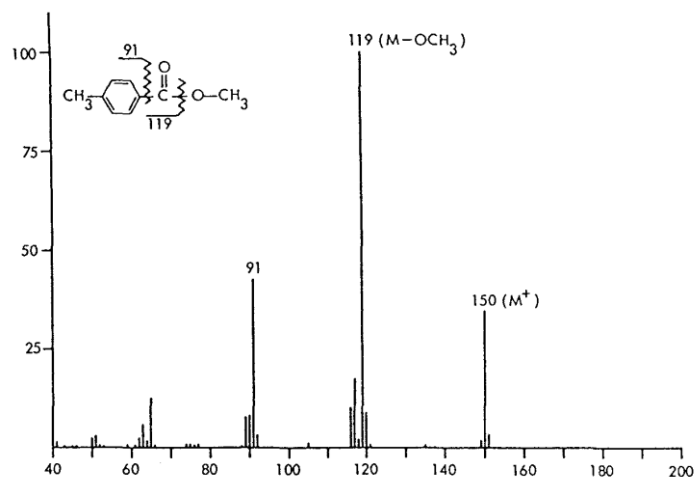
Elektronspin rezonancia spektroszkópia (ESR,  $1-0,01 \text{ kJ/mol}$ ,  $3 \cdot 10^{10} \text{ Hz}$ ,  $0,01-0 \text{ cm}$ ).

Az NMR spektroszkópiához hasonló módszer, amely szabad gyökök mágneses viselkedését tanulmányozza homogén mágneses térben. Mivel a szabad gyökök élettartama rövid, az ESR-spektroszkópia az egyedüli biztos módszer kimutatásukra. Mivel a gyökök mágneses momentuma nagyságrendekkel nagyobb, mint a magok momentuma, vizsgálatukhoz mikrohullámú elektromágneses sugárzás szükséges.

Mint azt az előbbieken említettük, ezek a módszerek a besugárzott energia abszorpcióján alapszanak. Az alábbi két szerkezetmeghatározási módszert is a spektroszkópiai módszerek közé soroljuk, bár elvük más jelenségen alapszik.

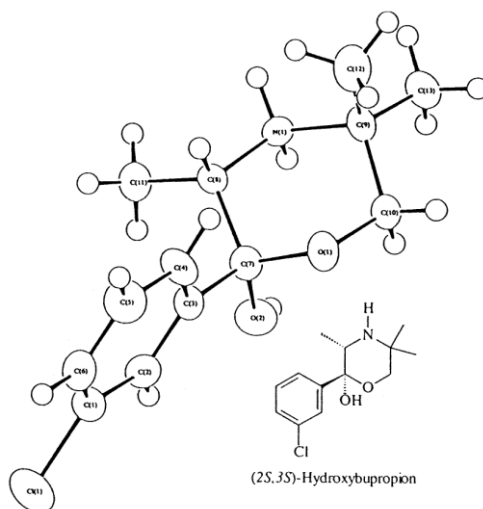
### Tömegspektrometria (MS).

A gőzzé alakított szerves molekulát vákuumban közepes erősségű (40-70 eV) elektronsugárral bombázzák, és az így keletkező, felgyorsított pozitív töltésű molekula fragmenseket a haladási irányukra merőleges mágneses térrel szeparálják, majd detektálják. Az eltérítés mértéke a tömeg/töltés ( $m/z$ ) értékétől függ. A legtöbb esetben a legnagyobb tömegű jel a molekulaiontól ( $M^+$ ) származik, így a módszer alkalmas molekulatömeg meghatározására is. A fragmens ionok tömegszámából és intenzitásából pedig következtetni lehet a molekula felépítésére. Az alábbi MS-spektrum a 4-metilbenzoészav-metilészter spektruma:

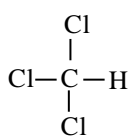
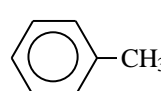


### Röntgen-diffrakciós spektroszkópia (RD)

A módszer a molekula szerkezetét, a kötéshosszakat, kötésszögeket, elektronsűrűségi eloszlásokat, az atomok pontos térbeli elhelyezkedését "fényképszerűen" adja vissza. A módszer alapja az, hogy egy megfelelő méretű kristályt röntgen-sugárral besugároznak. Mivel a röntgen-sugár hullámhossza csaknem olyan nagyságrendű, mint az atomok közötti távolság, a röntgen-sugár az atomokon szóródik (interferencia jelensége). A nyert interferencia foltok detektálása és megfelelő kiértékelése (hosszadalmas és bonyolult művelet) után megkapjuk a molekula térbeli elhelyezkedését. Az alábbi ábra a feltüntetett vegyület RD módszerrel nyert interferogramja alapján megrajzolt képét mutatja:

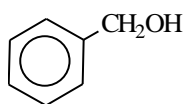


## Kloroform és toluol szétválasztása desztillációval

		
	$\text{CHCl}_3$	$\text{C}_7\text{H}_8$
$M_r$	119,38	92,14
Fp. ( $^{\circ}\text{C}$ )	61	110-111
$\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1,49	0,865
$n_D^{20}$	1,4460	1,4960

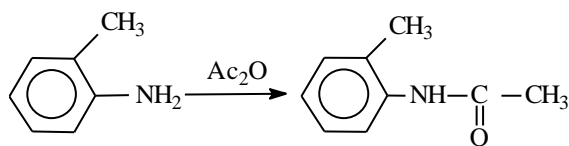
A 40 ml folyadékelegyet száraz gömblombikba öntjük, néhány darab forrkövet teszünk hozzá, a gömblombikot az azbesztháló fölé szereljük, frakcionáló oszlopot helyezünk bele, amelynek a tetejére hőmérővel ellátott desztilláló feltétet szerelünk. A frakcionáló oszlopot alufóliával burkoljuk. A hűtővíz megindítása után az azbeszthálót Bunsen-égővel melegítjük olyan erősséggel, hogy a desztillátumot jól számlálható cseppenként észleljük és az áthaladó gőzök hőmérséklete tartósan ne csökkenjen. A lecsepegő desztillátumot számozott száraz kémcsövekbe gyűjtjük, egy-egy kémcsőbe kb. 7-8 ml folyadékot szedve (ez kb. 1/3 kémcsőnyi mennyiség). Feljegyezzük az egyes frakciók forrásponttartományát, megmérjük a törésmutató értékeket és ezekből grafikus ábrázolás segítségével megállapítjuk az egyes frakciók közelítő összetételét.

## Benzil-alkohol tisztítása vákuumdesztillációval

	
	$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$
$M_r$	108,16
Fp. ( $^{\circ}\text{C}$ )	204-207
	90-93/10 torr
$\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	1,044
$n_D^{20}$	1,5400

Száraz gömblombikba bemérünk 10 ml szennyezett benzil-alkoholt, a gömblombikot az azbesztháló fölé szereljük, hőmérővel ellátott desztilláló feltétet szerelünk rá. A desztilláló feltét megfelelő csiszolatába kapillárist teszünk, ami leér a folyadék aljáig. A hűtővizet megindítjuk. Szedőedényként kis gömblombikot szerelünk. A vízszugárvázattyú csapját teljesen kinyitva a gumicsövet a desztilláló feltét elszívó csonkjára húzzuk és a melegítést elkezdjük. 1-2 ml előpárlat szedése után a melegítést és a vákuumot megszüntetve szedőedényt cserélünk és a desztillációt folytatjuk. Feljegyezzük a frakciók forrásponttartományát és megmérjük a törésmutatóját.

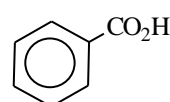
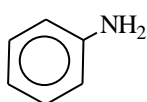
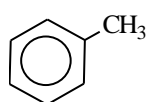
**2-Metilanilin (o-toluidin) kinyerése toluolos oldatából extrakcióval és átalakítása  
N-(2-metilfenil)acetamiddá**



	$C_7H_9N$	$C_4H_6O_3$	$C_9H_{11}NO$
$M_r$	107,13	108,13	149,2
Op.(°C)			110-112
Fp. (°C)	199-200	139	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,004	1,082	
$n_D^{20}$	1,5720	1,3900	

3 ml (28 mmol) 2-metilanilin 15 ml-es toluolos oldatot választótölcsérbe öntünk és 2x15 ml 2 M HCl-oldattal extraháljuk (a vizes fázis az alsó fázis). A maradék toluolt a kihelyezett gyűjtőbe öntjük. Az egyesített vizes fázist 20 %-os NaOH-oldattal meglúgosítjuk (pH=10-11), lehülés után a felszabaduló 2-metilanilint 2x15 ml dietil-éterrel extraháljuk. Az egyesített éteres fázist száraz Erlenmeyer-lombikban izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on megszáritjuk (≈30 perc) és lemért tömegű száraz gömblombikban bepároljuk. A nyers 2-metilanilin tömegét visszamérjük, 15 ml vizet és rázogatás közben kis részletekben 2,5 ml ecetsav-anhidridet adunk hozzá, majd a reakcióelegyet további 10-15 percig rázogatjuk. A lehűtött oldatot szívatással szűrjük, a kristályokat kevés hideg vízzel mossuk. A nyers kristályokat vízben forralással oldjuk Erlenmeyer-lombikban, az oldatot aktív szénnel derítjük és redős papírszűrőn szűrjük. Lehűtés után a kivált kristályokat szívatással szűrjük, megszáritjuk, majd mérjük az olvadáspontot és a tömeget.

**Toluolban oldott anilin és benzoésav szétválasztása extrakcióval**



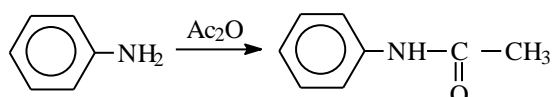
	$C_7H_8$	$C_6H_7N$	$C_7H_6O_2$
$M_r$	92,14	93,13	122,12
Op.(°C)			122-123
Fp. (°C)	110-111	184	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0,865	1,022	
$n_D^{20}$	1,5860	1,4960	

3 ml (33 mmol) anilin és 2 g (16,4 mmol) benzoésav 20 ml toluolos oldatát választótölcsérbe öntjük és 2x15 ml 2 M HCl-oldattal extraháljuk (**A** vizes fázis, amely az anilin hidrokloridot tartalmazza; gyengén savas kémhatású legyen). Ezután a toluolos oldatot 2x15 ml 2 M NaOH-oldattal extraháljuk (**B** vizes fázis, amely a benzoésav Na-sóját tartalmazza, kémhatása gyengén lúgos legyen). A maradék toluolt a kihelyezett gyűjtőbe öntjük.

A **B** vizes oldatot cc. HCl-val megsavanyítjuk (pH=1), a kivált benzoésavat szívatással szűrjük, kevés hideg vízzel mossuk, vízből derítéssel átkristályosítjuk, mérjük tömegét és olvadáspontját.

Az **A** vizes oldatot 20 %-os NaOH-oldattal meglúgosítjuk (pH=10-11), a felszabaduló anilint 2x15 ml dietil-éterrel extraháljuk. Az egyesített éteres fázisokat száraz Erlenmeyer-lombikban izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on megszáritjuk (≈30 perc) és lemért tömegű száraz gömblombikban bepároljuk. A nyers anilin tömegét visszamérjük és acetaniliddé alakítjuk.

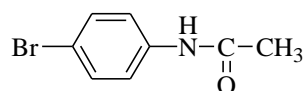
### Acetanilid előállítása



	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub> N	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> NO
M <sub>r</sub>	93,13	108,13	135,17
Op.(°C)			114
Fp. (°C)	184	139	
ρ (g/cm <sup>3</sup> )	1,022	1,082	
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1,5860	1,3900	

Az előző kísérletben kapott nyers anilinhez 15 ml vizet és rázogatózás közben kis részletekben 2,5 ml (25 mmol) ecetsav-anhidridet adunk, majd a reakcióelegyet további 10-15 percig rázogatójuk. A lehűtött oldatot szívatással szűrjük, a kristályokat kevés hideg vízzel mossuk. A nyers kristályokat Erlenmeyer-lombikban vízből (kb. 20 ml víz/g acetanilid) aktív szén szívatással átkristályosítjuk. Lehűtés után a kivált kristályokat szívatással szűrjük, megszáritjuk, majd mérjük az olvadáspontot és a tömeget.

### 4-Brómacetanilid átkristályosítása

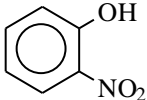
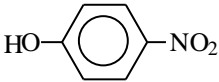


	C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> BrNO
M <sub>r</sub>	214,06
Op. (°C)	168-170

1,5 g szennyezett 4-brómacetanilidet gömblombikba teszünk, hozzáadunk 10 ml metil-alkoholt és forrkövet, a lombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és vízfürdőn melegítjük. Forrás közben a hűtőn keresztül addig adunk hozzá metil-alkoholt, míg az anyag fel nem oldódik. Az oldatot aktív szénrel derítjük, redős szűrőn szűrjük, a szűrletet lehűtjük, a kivált kristályokat szűrjük, száritjuk, mérjük tömegét és olvadáspontját. Kiszámítjuk az átkristályosítás hozamát.



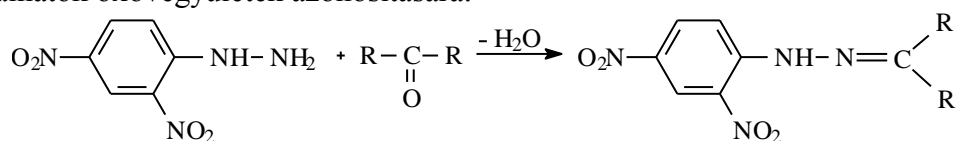
## *o*- és *p*-Nitrofenol elválasztása oszlopkromatográfiával

		
	$C_6H_5NO_3$	$C_6H_5NO_3$
$M_r$	139,11	139,11
Op. (°C)	46	114
Fp. (°C)	214	279

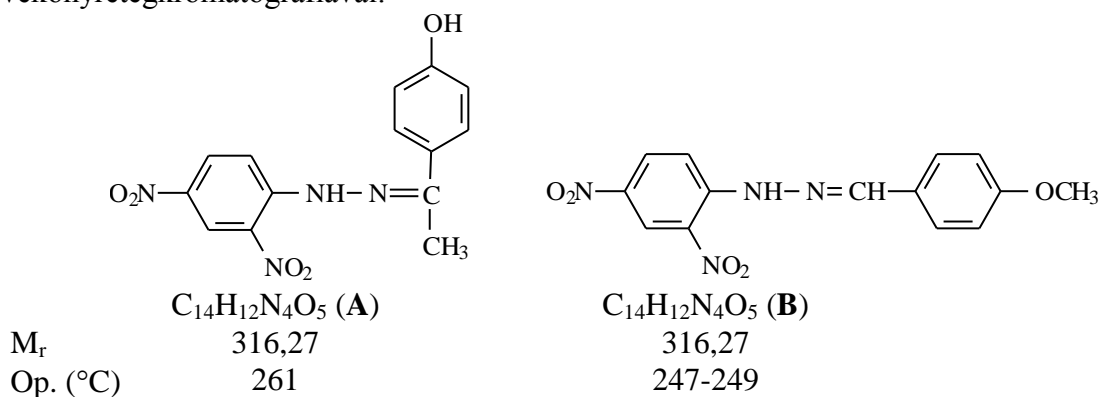
A kromatografáló cső aljába kis vattacsomót helyezünk, amelyre kb. 0,5 cm vastagságban homokot rétegzünk, erre egy szűrőpapír korongocskát helyezünk és az egészet diklórmetánnal átnedvesítjük. 7 g szilikagélt száraz Erlenmeyer-lombikban felfuszpendálunk 15 ml diklórmetánban és a szuszpenziót az oszlopba töltjük. Leülepedés után az adszorbensre ismét szűrőpapír korongot helyezünk, amire homokot rétegzünk kb. 0,5 cm vastagságban és az oszlopot átmoszuk 10 ml diklórmetánnal. Mikor a folyadékszint lesüllyedt a felső homokrétegig, az adszorbensre rávisszük a nitrofenol-keverék 2 %-os diklórmetános oldatát (3 ml), majd az eluálást diklórmetánnal végezzük. Az első színes csepp megjelenésétől kémcsőbe szedjük a lecsepegő oldatot. Miután az oszlopról lemostuk az *o*-nitrofenolt, etilacetát/diklórmetán 1:1 arányú elegyével folytatjuk a *p*-nitrofenol eluálását, egy átmeneti frakciót szedve. Az egyes frakciók tisztaságát vékonyréteg kromatográfiával (VRK) ellenőrizzük, a kiindulási elegyből is felcseppentve a lapra (futtatószer: diklórmetán). Fontos: vigyázzunk arra, hogy az oszlop a kromatografálás során ne levegősödjön le, az adszorbenst mindig fedje az eluálószer.

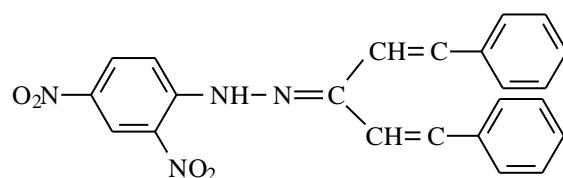
## 2,4-Dinitrofenilhidrazonok vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálata

Az aldehidek és a ketonok a 2,4-dinitrofenilhidrazinnal rendszerint kristályos, könnyen kezelhető színes vegyületeket képeznek, amelyek vékonyréteg-kromatográfiával és olvadáspont méréssel jól azonosíthatók, így a reakcióban képződő 2,4-dinitrofenilhidrazonok jól használhatók oxovegyületek azonosítására:



A gyakorlat során három oxovegyület, a 4-hidroxiacetofenon- (**A**), az ánizsaldehyd- (4-metoxi-benzaldehyd) (**B**) és a dibenzilidénacetone-2,4-dinitrofenilhidrazonjait (**C**) vizsgáljuk vékonyrétegekromatográfiával:



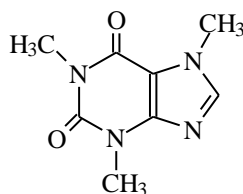


$M_r$  414,42

Op. (°C) 180-181

A három vegyület diklórmetános oldatából kettőt kiválasztunk és külön-külön felcseppentjük szilikagél lapra, majd egy pontba a két vegyület keverékét is. A vékonyréteg lapot a toluolt tartalmazó futtató kádba helyezzük és elvégezzük a kromatogram kifejlését ( amíg az oldószerfront majdnem eléri a lap tetejét). A lapot kivéve megjelöljük az oldószerfront vonalát, a lapot fülke alatt hagyjuk megszáradni és kiszámítjuk az egyes vegyületek  $R_f$  értékét. A vékonyréteg lapot csatoljuk a jegyzőkönyvhöz.

### Koffein kinyerése tea levélből

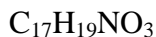
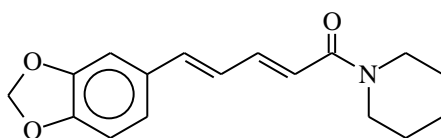


$M_r$  194,13

Op.(°C) 235

Főzőpohárban 50 ml vizet felforralunk, beleteszünk 4 g (2 filtertasak) teafüvet és 10 percig állni hagyjuk. Az oldatot lehűtjük, hozzáadunk 5 ml 1 %-os NaOH-oldatot és extraháljuk 2x15 ml kloroformmal. Az extraktumot megszáritjuk izzított  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -on, kis mintát kiveszünk a VRK vizsgálatra, és az oldatot bepároljuk kis, lemért gömblombikban. A szilárd maradékot visszamérjük, oldjuk forrón 1 ml izopropil-alkoholban, az oldatot hagyjuk lehűlni, 1 ml hexánt adunk hozzá, a kivált anyagot szűrjük, mossuk 1 ml hexán/dietil-éter=1/1 eleggyel. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük, összehasonlítva a nyers extraktummal (futtatószer: toluol/MeOH=8/2).

### Piperin kinyerése őrölt borsból



$M_r$  285,34

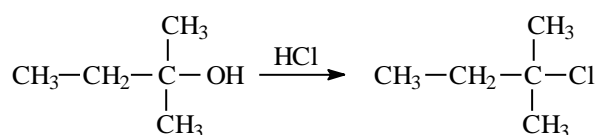
Op.(°C) 130-132

10 g őrölt fekete borsot visszafolyós hűtővel ellátott száraz gömblombikban forralunk 25 ml diklórmetánban 30 percig. A lehűlt elegyet Büchner tölcséren szűrjük, a borsot átmoszuk 5 ml diklórmetánnal. A szűrletet száraz, lemért súlyú gömblombikban gyorsbepárlón szárazra pároljuk, a maradékot eldörzsöljük 5 ml dietil-éterben, majd ismét szárazra pároljuk. A maradékot ismét eldörzsöljük 5 ml dietil-éterben, lehűtjük és a kivált csapadékot szívatással szűrjük, levegőn szárítjuk. Megmérjük a kapott szilárd termék tömegét és olvadáspontját.

Tisztaságát vékonyrétegekromatográfiásan vizsgálhatjuk, szilikagél lapon, aceton/hexán=2/3 oldószerelegyet alkalmazva eluensként.

A kapott szilárd anyagot (vagy a bepárlási maradékot) átkristályosítással tisztíthatjuk. Az anyagot forrás közben oldjuk 5 ml etil-alkoholban, a forró oldatot Erlenmeyer-lombikba öntjük és vizet csepegtetünk hozzá zavarosodásig, forró vízfürdőn ismét felmelegítjük, hogy az elegy kitisztuljon, majd hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni és végül jeges-vizes hűtőben állni hagyjuk (vagy hűtőszekrénybe helyezzük). A kivált kristályokat szívatással szűrjük, levegőn szárítjuk.

### 2-Klór-2-metilbután előállítása

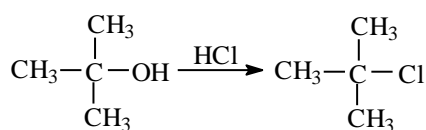


	$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$	$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{Cl}$
$M_r$	88,15	106,6
Fp. (°C)	102	85-86
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0,805	0,866
$n_D^{20}$	1,4050	1,4042

Választótölcsérben 11 ml (0,1 mol) 2-metilbutan-2-olt (*terc*-amil-alkohol) és 25 ml cc. HCl-oldatot rázogatunk 4-5 percig, időnként kinyitva a választótölcsér csapját a nyomáskiegyenlítés céljából. A fázisok elválása után az alsó, savas fázist leengedjük, a felső, szerves fázist mossuk 15 ml hideg vízzel majd 15 ml hideg 5 %-os NaHCO<sub>3</sub>-oldattal (figyelem: a savnyomok hatására szén-dioxid fejlődhet!). A szerves fázist száraz Erlenmeyer-lombikban izzított CaCl<sub>2</sub>-on megszáritjuk és száraz frakcionáló lombikból ledesztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Szerves halogénvegyületek előállítása.  
Nukleofil szubsztitúciós reakciók mechanizmusa.

## 2-Klór-2-metilpropán (*terc*-butil-klorid) előállítása

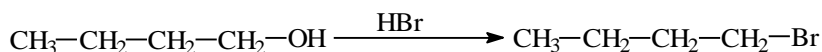


	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Cl}$
$M_r$	74,12	92,57
Op.(°C)	25-26	-25
Fp.(°C)	83	51-52
$\rho(\text{g}/\text{cm}^3)$	0,775	0,851
$n_D^{20}$	1,3870	1,3848

Választótölcsérben 10 ml (0,104 mol) *terc*-butil-alkoholhoz 10 ml-es részletekben 50 ml cc. HCl-oldatot adunk, minden egyes részlet után a választótölcsér tartalmát egy percig rázogattva. A sósav teljes mennyiségének hozzáadása után a reakcióelegyet még 5 percig rázogattjuk (nyomás kiegyenlítés!), majd állni hagyjuk. Az alsó fázist leengedjük, a szerves fázist mossuk 10 ml telített NaCl-oldattal, 2x10 ml telített hideg  $\text{NaHCO}_3$ -oldattal majd 10 ml vízzel, szárítjuk izzított  $\text{CaCl}_2$ -on és frakcionáló lombikból desztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Szerves halogénvegyületek előállítása.  
Nukleofil szubsztitúciós reakciók mechanizmusa.

## 1-Brómbután előállítása



	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Br}$
$M_r$	74,12	137,03
Fp (°C)	117	100-103
$\rho(\text{g}/\text{cm}^3)$	0,81	1,276
$n_D^{20}$	1,3990	1,4390

**A módszer:** Gömblombikban 13,5 g NaBr-ot feloldunk 15 ml vízben, 10 ml (0,109 mol) *n*-butil-alkoholt adunk hozzá, az elegyhez jeges-vizes hűtés közben óvatosan, rázogattás közben 12 ml cc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -at adagolunk. A lombikba porcelándarabokat teszünk és az azbeszthálóra téve visszafolyós hűtőt szerelünk rá. A reakcióelegyet 45 percig gyenge forrásban tartjuk. A visszafolyós hűtőt desztilláló feltétre cseréljük és a desztillációt addig folytatjuk, míg az olajos cseppek eltűnnek a feltét faláról. A desztillátumot választótölcsérbe öntjük, mossuk 10 ml cc. HCl-val, 10 ml vízzel, 10 ml telített  $\text{NaHCO}_3$ -oldattal (szén-dioxid fejlődhet!) és ismét 10 ml vízzel (mindig a nyers termék az alsó fázis). A nyers terméket száraz Erlenmeyer-lombikban izzított  $\text{CaCl}_2$ -on megszáritjuk és frakcionáló lombikból ledesztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

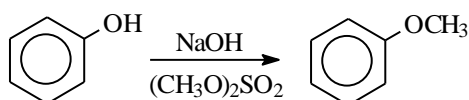
**B módszer:** Gömblombikba 20 ml 48 %-os HBr-oldatot öntünk majd rázogattás közben, kis részletekben 4 ml cc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -at adunk hozzá. A savas elegyhez 13 ml (0,14 mol) *n*-butil-alkoholt adunk, majd részletekben további 4 ml cc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -at. Forrköként porcelándarabokat

teszünk a lombikba és a reakcióelegyet gyengén forraljuk egy órán át. A továbbiakban az előzőekben leírt módon járunk el.

Figyelem: Mindkét módszernél, ha lehetséges, a gyakorlatot fülkében csináljuk, vagy a visszafolyós hűtő végére gáznyeletű csapdát szereljük.

Elméleti anyag: Szerves halogénvegyületek előállítása.  
Nukleofil szubsztitúciós reakciók mechanizmusa.

### Anizol (fenil-metil-éter) előállítása



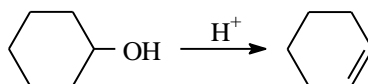
	$C_6H_6O$	$C_2H_6O_4S$	$C_7H_8O$
$M_r$	94,11	126,13	108,14
Op.(°C)	40-42		
Fp. (°C)	182	188	154
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )		1,333	0,995
$n_D^{20}$		1,3865	1,5160

Gömblombikban 3 g (32 mmol) fenolt feloldunk 17 ml 2 M NaOH-oldatban és kis részletekben, rázogatás közben 3 ml (32 mmol) dimetil-szulfátot adagolunk hozzá, majd a reakcióelegyet 20 percig forraljuk. Lehűlés után 2x15 ml dietil-éterrel extraháljuk, az egyesített éteres fázist mossuk 10 ml 10 %-os  $NH_4OH$ -oldattal, 10 ml 10 %-os NaOH-oldattal, 10 ml telített NaCl-oldattal, majd izzított  $Na_2SO_4$ -on megszáritjuk, az oldószert bepároljuk és a maradékot frakcionáló lombikból desztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Megjegyzés: a dimetil-szulfát erős **méreg**, a bőrön át is felszívódik. Ha a bőrre jut, bő vízzel, majd híg ammóniumhidroxid-oldattal kell lemosni. Ha fenol jut a bőrre, szappanos vízzel, majd bő vízzel mossuk le!

Elméleti anyag: Éterek előállítása és reakciói.

### Ciklohexén előállítása



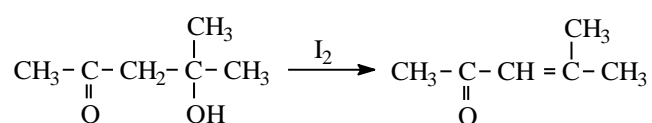
	$C_6H_{12}O$	$C_6H_{10}$
$M_r$	100,16	82,15
Fp.(°C)	161	83
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0,963	0,811
$n_D^{20}$	1,4650	1,4460

100 ml-es gömblombikba 10 ml (96,1 mmol) ciklohexanolat teszünk, 1 ml cc.  $H_2SO_4$ -at adunk hozzá óvatosan, az elegyet jól összerázzuk, forrkövet teszünk bele. A lombikot

azbesztháló fölé szereljük, desztilláló feltétet helyezünk rá. A reakcióelegyet gázlánggal melegítjük úgy, hogy az átdesztilláló gőzök hőmérséklete ne haladja meg a 100 °C-ot. A desztillációt addig folytatjuk, míg kb. 1-1,5 ml folyadék marad a lombikban. A desztillátumot választótölcsérbe öntjük, az alsó, vizes fázist leengedjük, a szerves fázist mossuk 10 ml telített NaHCO<sub>3</sub>-oldattal, szárítjuk izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on és száraz frakcionáló lombikból ledesztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Olefinek előállítási reakciói.  
Alkoholok savkatalizálta dehidratációja.

#### 4-Metilpent-3-én-2-on (mezitiloxid) előállítása



	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O
M <sub>r</sub>	116,16	98,14
Fp. (°C)	158-162	128-130
ρ (g/cm <sup>3</sup> )	0,938	0,86
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1,4240	1,4458

#### A módszer:

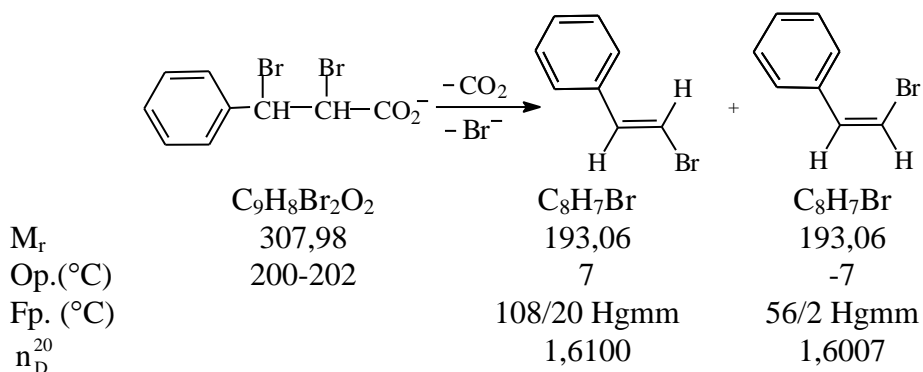
Száraz 100 ml-es gömblombikba bemérünk 15 ml (0,121 mol) 4-hidroxi-4-metilpentan-2-ont (diaceton-alkohol), hozzáadunk 1-2 jód kristályt és forrkövet. A gömblombikot az azbesztháló fölé szereljük, desztilláló feltétet szerelünk rá és óvatosan forralni kezdjük olyan sebességgel, hogy az átdesztilláló gőzök hőmérséklete ne lépje túl a 100°C-t. A kidesztillált kétfázisú elegyet választótölcsérbe öntjük, az alsó vizes fázist leengedjük, a felső szerves fázist száraz Erlenmeyer lombikban izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on megszáritjuk (min. 30 perc), majd frakcionáló lombikból ledesztilláljuk.

#### B módszer:

Száraz 100 ml-es gömblombikba bemérünk 30 ml (0,242 mol) 4-hidroxi-4-metilpentan-2-ont (diaceton-alkohol), hozzáadunk 1-2 jód kristályt és forrkövet. A gömblombikot az azbesztháló fölé szereljük, a gömblombikra jól szigetelt frakcionáló kolonnát, arra desztilláló feltétet szerelünk rá és óvatosan forralni kezdjük. A következő forráspontú frakciókat szedjük: (a) 80 °C-ig (aceton és kevés meztitiloxid), (b) 80-125 °C (kétfázisú, víz és meztitiloxid), (c) 125-131 °C (majdnem tiszta meztitiloxid). A (b) frakciót választótölcsérben szétválasztjuk, a szerves fázist a (c) frakcióhoz öntjük, az egyesített szerves fázist izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on szárítjuk (30 perc), és száraz desztillálóberendezésben ledesztilláljuk.

Elméleti anyag: Eliminációs reakciók mechanizmusa.  
Olefinek előállítása

**(2*R*\*,3*S*\*)-2,3-Dibróm-3-fenilpropánsav dekarboxilatív eliminációja**  
(*E*)- és (*Z*)-(2-brómvinil)benzol előállítása

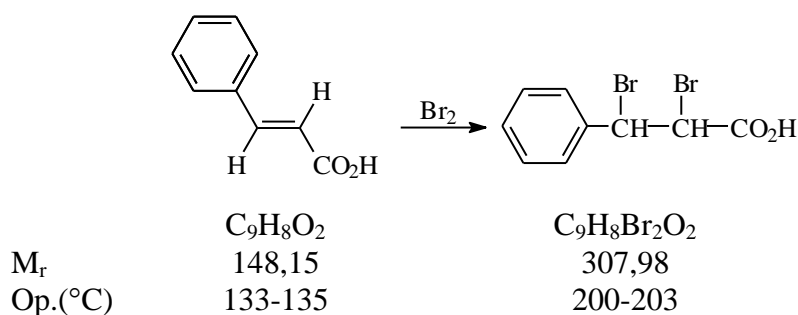


**Elimináció vízben:** 4 g (13 mmol) 2,3-dibróm-3-fenilpropánsavat forralunk 50 ml 10 %-os Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-oldatban 30 percig. A lehűlt reakcióelegyet extraháljuk 2x20 ml dietil-éterrel, az egyesített éteres oldatot szárítjuk izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on (legalább 30 percig), bepároljuk lemerít, száraz gömblombikban, a nyers terméket visszamérjük, és az összetételt gázkromatográfiásan meghatározzuk.

**Elimináció 2-butanonban:** 2 g (6,5 mmol) 2,3-dibróm-3-fenilpropánsavat és 2 g vízmentes, porított K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-ot forralunk 30 ml vízmentes bután-2-onban (etil-metil-ke-ton) másfél órán át. A lehűlt reakcióelegyet 20 ml vízre öntjük, a szerves fázist elválasztjuk, szárítjuk izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on (legalább 30 percig), bepároljuk lemerít, száraz gömblombikban, a nyers terméket visszamérjük, és az összetételt gázkromatográfiásan meghatározzuk.

Elméleti anyag:      Eliminációs reakciók mechanizmusa.

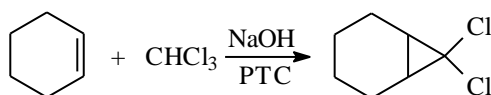
**(2*R*\*,3*S*\*)-2,3-Dibróm-3-fenilpropánsav előállítása**



Erlenmeyer-lombikban 5 g (33,7 mmol) fahéjsavat feloldunk kb. 30 ml kloroformban (ha kell, gyengén melegítjük előmelegített azbeszthálón). A szobahőmérsékletű oldathoz fülke alatt, rázogatás közben becsepegtetünk 4 ml 10 M kloroformos brómoldatot. A beadagolás után a reakcióelegyet óraüveggel lefedve még 20 percen át szobahőmérsékleten állni hagyjuk, időnként megrázogatva, majd jeges-vizes hűtőben lehűtjük és a kivált kristályokat zsugorított üvegszűrőn szűrjük, néhány ml hideg kloroformmal mossuk. A nyers terméket átkristályosítjuk CHCl<sub>3</sub>-ből.

Elméleti anyag:      Olefinek reakciói.  
Az elektrofil addíciós reakciók mechanizmusa.

### 7,7-Diklórbiciklo[4.1.0]heptán előállítása

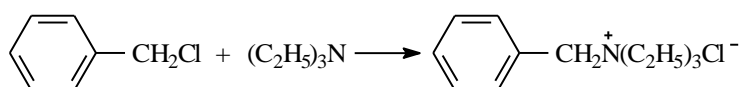


	$C_6H_{10}$	$CHCl_3$	$C_7H_{10}Cl_2$
$M_r$	82,15	119,38	165,15
Fp. (°C)	83	61	195-198
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0,811	1,492	1,21
$n_D^{20}$	1,4460	1,4460	1,5026

250 ml-es gömblombikban 15 g NaOH-ot feloldunk 15 ml vízben. A lehült oldathoz hozzáadunk 1 g benziltriethylammónium-kloridot, majd 10 ml (98 mmol) ciklohexént. A lombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és keverés közben (mágneses keverő) a hűtőn keresztül hozzáadunk 25 ml kloroformot. Ha a reakcióelegy nagyon melegszik, csapvizes fürdővel hűtjük. A kevertetést egy órán át folytatjuk. Ezután 50 ml vizet adunk az elegyhez, 2x20 ml dietil-éterrel extraháljuk, az egyesített szerves oldatot mossuk 30 ml telített NaCl-oldattal, megszárítjuk izzított  $CaCl_2$ -on. Az étert, az el nem reagált ciklohexént és kloroformot bepároljuk 40 °C-os vízfürdőn és a maradékot frakcionáló lombikból desztilláljuk. A fő frakciót 180 °C-tól gyűjtjük.

Elméleti anyag: Karbének elektronszerkezete, reakciókészsége.

### Benziltriethylammónium-klorid előállítása (fázistranszfer katalizátor)



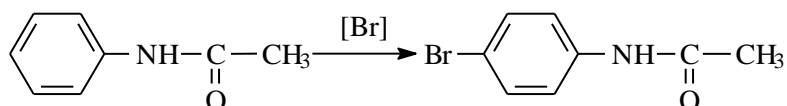
	$C_7H_7Cl$	$C_6H_{15}N$	$C_{13}H_{22}ClN$
$M_r$	126,59	101,19	227,78
Op.(°C)			185 (bomlik)
Fp.(°C)	65/11Hgmm	88-89	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,1	0,726	
$n_D^{20}$	1,5390	1,4010	

Megjegyzés: a reagensek és az oldószer vízmentesek és frissen desztilláltak legyenek. Száraz gömblombikba bemérünk 4 ml bután-2-ont és 5 ml (43,4 mmol) benzil-kloridot. A lombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és a hűtőn keresztül az oldathoz adagolunk 6,3 ml (45,2 mmol) triethylamint. A reakcióelegyet 1 órán át forraljuk, lehülés után 5 ml dietil-étert adunk hozzá és zsugorított üvegszűrőn szívatással szűrjük. A szilárd terméket mossuk 5 ml hideg, vízmentes acetonnal, szárítjuk.

Elméleti anyag: Aminok reakciói.



#### 4-Brómacetanilid előállítása



	$\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$	$\text{C}_8\text{H}_8\text{BrNO}$
$M_r$	135,17	214,07
Op.(°C)	114	168-169

#### A módszer:

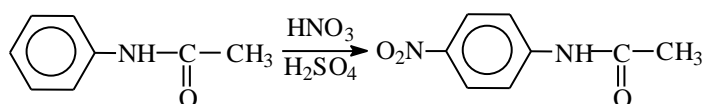
Gömb lombikban 1 g (7,4 mmol) acetanilidet feloldunk 8 ml jégcetben, hozzáadunk 3,2 g (10 mmol) piridínium-bromid-perbromidot, a gömb lombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és a reakcióelegyet kb. 60 °C-os vízfürdőn tartjuk, időnként rázogattva, 30 percen át. A meleg reakcióelegyet főzőpohárban levő 30 ml víz és 4 ml telített NaHSO<sub>3</sub> elegyére öntjük, majd jeges-vizes fürdőben lehűtjük. A kivált anyagot Büchner-tölcséren szűrjük, kevés hideg vízzel mossuk és a nyers terméket 75 %-os vizes MeOH-ból átkristályosítjuk.

#### B módszer:

Erlenmeyer-lombikban 2 g (14,8 mmol) acetanilidet feloldunk 10 ml ecetsavban és rázogattás közben lassan hozzácsepegtetünk 13 ml 1,35 M ecetsavas brómoldatot. A reakcióelegyet szobahőmérsékleten 30 percig állni hagyjuk, időnként rázogattva, utána 100 ml vízre öntjük. A kivált csapadékot szűrjük és 75 %-os vizes MeOH-ból átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Az aromás elektrofil szubsztitúció és az irányítási szabályok.

#### 4-Nitroacetanilid előállítása

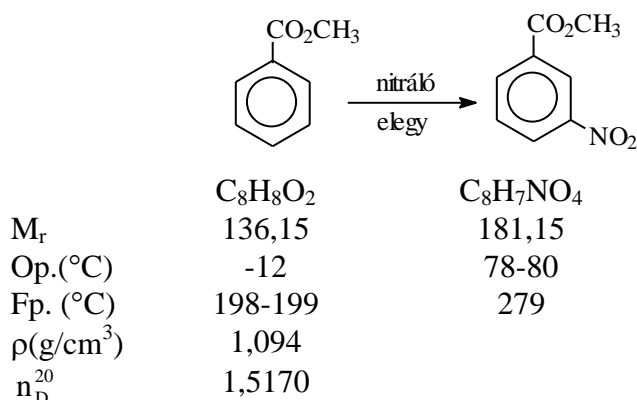


	$\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$	$\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3$
$M_r$	135,17	180,15
Op.(°C)	114	214-216

Erlenmeyer-lombikban 2,7 g (20 mmol) acetanilid és 5 ml jégcet elegyéhez óvatosan keverés közben 5 ml cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-at adunk. Az oldatot jeges-vizes fürdőben lehűtjük 10°C alá és kevertetés közben hozzácsepegtetjük a lehűtött nitrálásavat (1,8 ml cc. HNO<sub>3</sub> és 1,2 ml cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> elegye) olyan ütemben, hogy a reakcióelegy hőmérséklete a 15 °C-ot ne haladja meg, majd keverés közben szobahőmérsékletre hagyjuk melegedni. Óvatosan kb. 30 g tört jégre öntjük, a jég elolvadása után a kivált csapadékot szívatással szűrjük, 4x20 ml hideg vízzel savmentesre mossuk és 95%-os etil-alkoholból átkristályosítjuk. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük, összehasonlítva a kiindulási vegyülettel és a vizes mosás anyalúgjával (futtatószer: hexán/EtOAc=5/4).

Elméleti anyag: Az aromás elektrofil szubsztitúció és az irányítási szabályok.

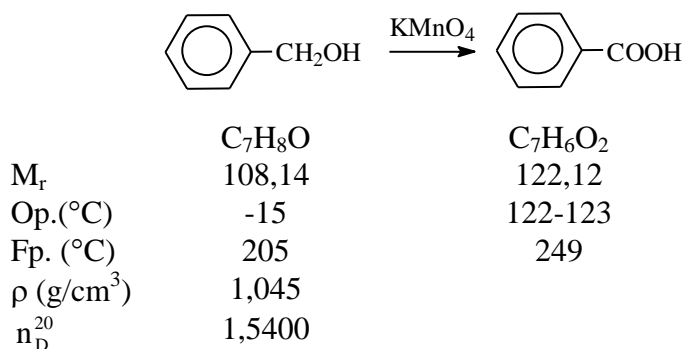
### 3-Nitrobenzoészav-metil-észter előállítása



Mágneses keverővel ellátott Erlenmeyer-lombikba bemérünk 12 ml cc.  $H_2SO_4$ -at, jeges-vizes fürdőben lehütjük és hozzáadunk 6,1 g (5,6 ml, 45 mmol) benzoészav-metil-észtert. Az elegyhez keverés és hűtés közben lassan hozzácsepegtetjük 4 ml cc.  $H_2SO_4$  és 4 ml cc.  $HNO_3$  hűtött elegyét olyan sebességgel, hogy a reakcióelegy hőmérséklete a 10-15 °C-os legyen (5-6 csepp/perc), majd a kevertetést még 15 percig ezen a hőmérsékleten folytatjuk. A reakcióelegyet kb. 50 g tört jégre öntjük, a jég elolvadása után a kivált csapadékot szűrjük, hideg vízzel savmentesre mossuk és MeOH-ból átkristályosítjuk. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: diklórmetán/hexán=1/1).

Elméleti anyag: Az aromás elektrofil szubsztitúció és az irányítási szabályok.

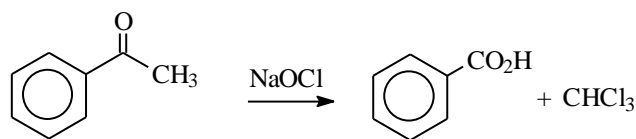
### Benzoészav előállítása benzil-alkoholból



250 ml-es gömblombikban 10 ml vízben feloldunk 1 g  $Na_2CO_3$ -ot, az oldathoz hozzáadunk 1,3 ml (12,5 mmol) benzil-alkoholt, a gömblombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és gyenge forrás közben a hűtőn keresztül becsepegtetjük 3 g  $KMnO_4$  60 ml vizes oldatát (kb. 1 óra alatt). Vigyázzunk, hogy az adagolás alatt a forrás végig egyenletes legyen! A meleg oldatot Büchner-tölcséren szűrjük, a víztiszta szűrletet cc. HCl-oldattal megsavanyítjuk (pH=1). Lehűtés után a kivált csapadékot szűrjük és vízből átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Karbonsavak előállítása.  
Oxidációs módszerek a szerves kémiában.

### Benzoésav előállítása haloform reakcióval



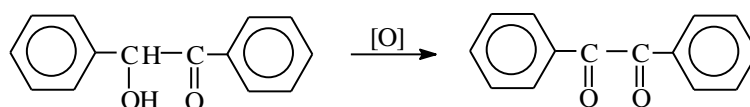
	$C_8H_8O$	$C_7H_6O_2$	$CHCl_3$
$M_r$	120,15	122,12	119,38
Op.(°C)	19-20	122-123	-63
Fp. (°C)	202	249	61
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,03		1,492
$n_D^{20}$	1,5325		1,4460

Gömbloblikba bemérünk 2 ml (17,1 mmol) acetofenont és 60 ml háztartási HYPO-t. A reakcióelegyet 50 °C-os vízfürdőn kevertetjük 60 percen át. A reakcióelegyet lehűtjük, 10 ml dietil-éterrel extraháljuk, a vizes oldatot fülke alatt, keverés közben lassan cc. HCl-oldattal megsavanyítjuk, jeges-vizes fürdőben lehűtjük, a kivált csapadékot szűrjük, hideg vízzel mossuk és vízből átkristályosítjuk.

Figyelem: A kísérlet csak akkor eredményes, ha a HYPO megfelelő töménységű.

Elméleti anyag: A haloform reakció mechanizmusa.  
Oxidációs reakciók a szerves kémiában.

### Benzil előállítása



	$C_{14}H_{12}O_2$	$C_{14}H_{10}O_2$
$M_r$	212,25	210,23
Op.(°C)	135-137	94-95

#### A módszer (oxidáció Jones-reagenssel):

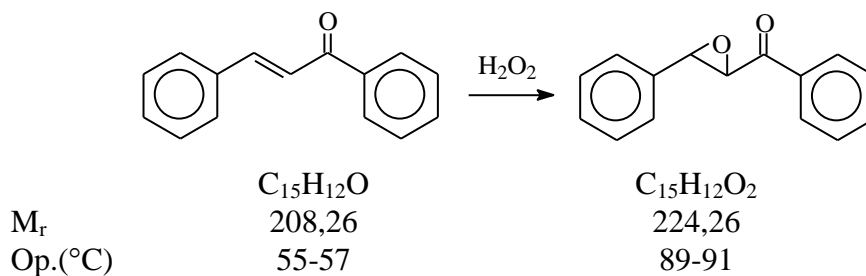
Erlenmeyer-lombikban max. 25 ml acetonban feloldunk 1 g (4,71 mmol) benzoint. Az oldathoz rázogatás közben kis részletekben Jones-oxidálószer adagolunk mindaddig, míg az oxidálószer színe 20 perc után is megmarad (kb. 3 ml szükséges). A reakcióelegyet kb. 50 ml jeges vízhez öntjük, a kivált csapadékot szűrjük, 75 %-os vizes MeOH-ból átkristályosítjuk. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: kloroform/hexán=7/3).

#### B módszer (oxidáció cc. HNO<sub>3</sub>-val):

Gömbloblikba 1 g (4,71 mmol) benzoint és 6 ml cc. HNO<sub>3</sub>-oldatot teszünk és az elegyet forró vízfürdőn melegítjük, időnként megrázogatva, 40 percig (2 fázis jelenik meg). A reakcióelegyet kb. 40 ml hideg vízre öntjük, jeges-vizes fürdőben állni hagyjuk, majd a kivált csapadékot szűrjük, mossuk kevés hideg vízzel, a nyers terméket 75 %-os vizes MeOH-ból átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Oxovegyületek előállítása.  
Oxidációs módszerek a szerves kémiában.

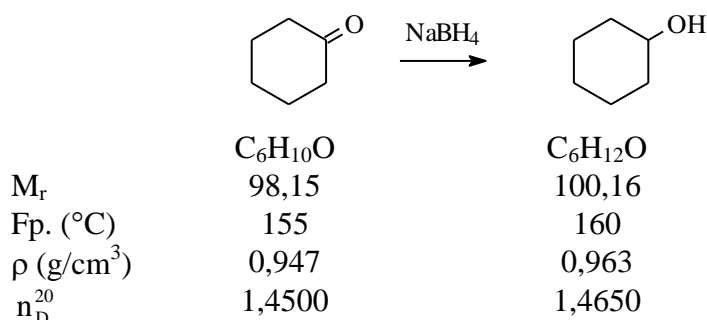
### (2*R*\*,3*S*\*)-2,3-Epoxi-1,3-difenilpropán-1-on előállítása



Erlenmeyer-lombikban 30 ml MeOH-ban feloldunk 1,1 g (5,3 mmol) (*E*)-1,3-difenil-2-propén-1-ont, az oldathoz hozzáadunk 5 ml 2 M NaOH-oldatot. Az így kapott oldatot mágneses keverővel kevertetjük 5 percig, majd keverés közben hozzácsepegtetünk 2 ml 30%-os  $\text{H}_2\text{O}_2$ -oldatot. A reakcióelegyet kevertetjük 20 percig, jeges-vizes fürdőben lehűtjük és keverés közben 10 ml vizet csepegtetünk hozzá. A kivált csapadékot szűrjük és 75 %-os vizes EtOH-ból átkristályosítjuk. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: hexán/EtOAc=4/1).

Elméleti anyag: Olefinek oxidációs reakciói.

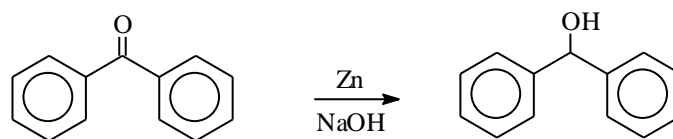
### Ciklohexanol előállítása



Erlenmeyer-lombikban 10 ml víz és 7,5 ml (72,3 mmol) ciklohexanon elegyéhez rázogatás közben részletekben beadagolunk 0,75 g  $\text{NaBH}_4$ -et (ha a reakcióelegy melegszik, vizes fürdőbe állítjuk a lombikot). A redukálószer beadagolása után további 20 percig rázogatjuk a reakcióelegyet, majd a felesleg fémhidrid elbontása céljából óvatosan 4 ml 10 %-os HCl-oldatot adunk hozzá. A vizes elegyet 2x20 ml dietil-éterrel extraháljuk, az egyesített szerves fázist mossuk 10 ml telített  $\text{NaHCO}_3$  oldattal, szárítjuk izzított  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -on, az oldószert száraz gömbömbikban bepároljuk, a maradékot visszamérjük és száraz frakcionáló lombikból ledesztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Alkoholok előállítása.  
Redukciós módszerek a szerves kémiában.

### Benzhidrol (difenilmetil-alkohol) előállítása



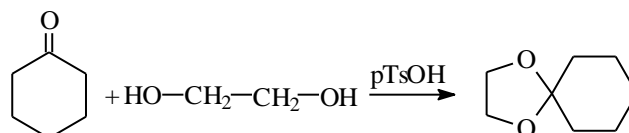
	$C_{13}H_{10}O$	$C_{13}H_{12}O$
$M_r$	182,22	184,23
Op.(°C)	49-51	69
Fp. (°C)	305	298

Gömblobbikba bemérünk 2,5 g (13,7 mmol) benzofenont, 25 ml 96 %-os EtOH-t, 2,5 g Zn port és 2,5 g NaOH-ot. A gömblobbikra visszafolyós hűtőt szerelünk és mágneses keverővel kevertetjük, míg a reakcióelegy szobahőmérsékletre hűl (a reakció exoterm). A reakcióelegyet Büchner-tölcséren szűrjük, a szilárd anyagot mossuk 2 ml forró EtOH-lal. A szűrletet 100 ml jeges vízbe öntjük, amelyet előzőleg 5 ml cc. HCl-oldattal megsavanyítunk. A kivált szilárd anyagot 80 %-os vizes EtOH-ból átkristályosítjuk és levegőn megszárítjuk. A VRK vizsgálatot szilikagél lapon hexán/EtOAc=4/1 eluenssel végezzük.

Megjegyzés: a reakcióelegyből kiszűrt, át nem alakult Zn port nem szabad hagyni megszáradni, mert pirofóros! A szűrőpapírt a rajta levő szilárd anyaggal együtt vizet tartalmazó főzőpohárba helyezzük.

Elméleti anyag: Alkohokok előállítása.  
Redukciós módszerek a szerves kémiában.

### 1,4-Dioxaspiro[4.5]dekán előállítása (ketál képzés)

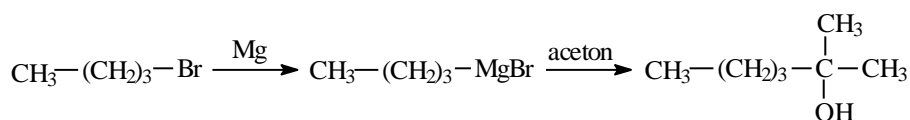


	$C_6H_{10}O$	$C_2H_6O_2$	$C_8H_{14}O_2$
$M_r$	98,15	62,07	142,20
Fp. (°C)	155	197	175-180
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0,947	1,113	1,028
$n_D^{20}$	1,4500	1,4310	1,4583

100 ml-es gömblobbikba bemérünk 7 ml (67,5 mmol) ciklohexanont, 3,9 ml (70 mmol) etilén-glikolt, 30 ml benzolt és néhány *p*-toluolszulfonsav kristályt. A lombikba mágneses keverőbotot teszünk, vízszeparátor feltétet szerelünk rá és a reakcióelegyet forraljuk és kevertetjük, míg a vízképződés meg nem szűnik (elméleti mennyiség 1,2 ml). Lehűlés után a reakcióelegyet mossuk 5 ml 10 %-os NaOH-oldattal, 2x10 ml vízzel, vízmentes K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-on szárítjuk, a benzolt bepároljuk és a maradékot frakcionáló lombikból desztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Oxovegyületek nukleofil addíciós reakciói.

## 2-Metilhexán-2-ol előállítása

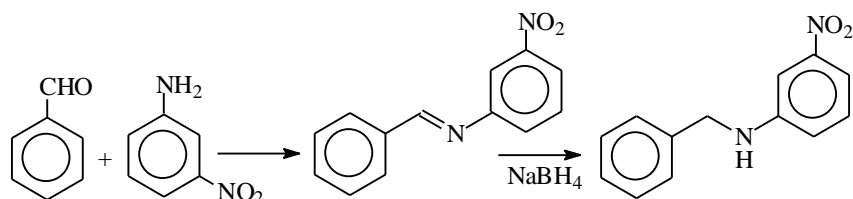


	$\text{C}_4\text{H}_9\text{Br}$	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	$\text{C}_7\text{H}_{16}\text{O}$
$M_r$	137,03	58,08	116,20
Fp. (°C)	100-103	56	141
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,276	0,791	0,812
$n_D^{20}$	1,4396	1,3590	1,4170

Száraz 3-nyakú gömblombikba, amelyet kalciumkloridos csővel ellátott visszafolyós hűtővel, csepegtető tölcserrel szerelünk fel, bemérünk 1,7 g (70 mmol) Mg forgácsot, két jódkristályt, mágneses keverőt teszünk bele és annyi vízmentes dietil-étert öntünk hozzá, hogy a Mg-ot elfedje. A csepegtető tölcserben 7,8 ml (73 mmol) 1-brómbutánt feloldunk 20 ml vízmentes dietil-éterben, az oldatból 2-3 ml-t a magnéziumhoz csepegtetünk. Amikor a komplexképződés megindul, lassú keverés közben a halogénvegyület éteres oldatát becsepegtetjük olyan sebeséggel, hogy a reakcióelegy gyengén forrjon, majd a beadagolás után a reakcióelegyet kevertetjük és forraljuk mindaddig, míg a Mg el nem reagál. A lombikot jeges-vizes fürdőbe állítva keverés közben becsepegtetjük 5,2 ml (70 mmol) acetont 20 ml vízmentes dietil-éteres oldatát, a reakcióelegyet szobahőmérsékleten fél óráig kevertetjük, majd kb. 25 g tört jégre öntjük. A jég elolvadása után annyi 10 %-os HCl-oldatot adunk hozzá, hogy a csapadék feloldódjon. A fázisokat elválasztjuk, a vizes fázist extraháljuk 2x10 ml dietil-éterrel, az egyesített éteres oldatot mossuk 2x10 ml telített NaHCO<sub>3</sub>-oldattal, 2x10 ml telített NaCl-oldattal, megszáritjuk izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on, az étert bepároljuk, a maradékot frakcionáló lombikból desztilláljuk.

Elméleti anyag: Alkohokok előállítása.  
Oxovegyületek nukleofil addíciós reakciói.  
Halogénvegyületek reakciói.

## N-Benzil-3-nitroanilin előállítása



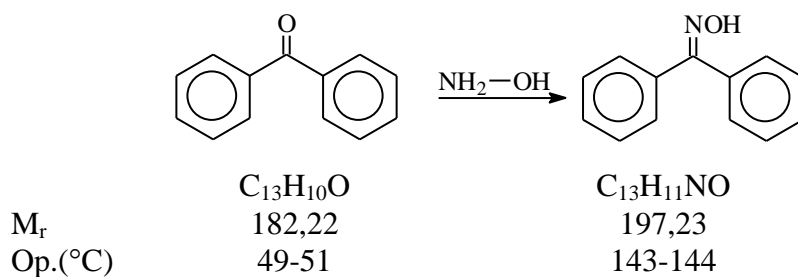
	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}$	$\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$	$\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$	$\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$
$M_r$	106,12	138,13	226,24	228,25
Op. (°C)		112-114	70-7	106
Fp. (°C)	179			
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,044			
$n_D^{20}$	1,5450			

Erlenmeyer-lombikban 1,1g (7,96 mmol) *m*-nitroanilint oldunk 10 ml EtOH-ban, hozzáadunk 1,5 ml (14,7 mmol) benzaldehydet. A reakcióelegyet időnként rázogattva állni hagyjuk kb. 20 percig, lehűtjük, a kivált csapadékot Büchner-tölcséren szűrjük, alaposan lenyomkodjuk, kevés mintát kiveszünk VRK vizsgálathoz.

A Schiff-bázist gömblombikban oldjuk 20 ml MeOH-ban és rázogattás közben, kis részletekben hozzáadunk 0,5 g NaBH<sub>4</sub>-et. A redukálószer beadagolása után a reakcióelegyet rázogattjuk még 15 percig, majd kevergetés közben kb. 50 ml hideg vízre öntjük, az elegyet lehűtjük, a kivált csapadékot Büchner-tölcséren szűrjük és MeOH-ból átkristályosítjuk. A kivált kristályokat szűrjük, tisztaságukat VRK-val is ellenőrizzük, összehasonlítva a közti termékkel (futtatószer: hexán/EtOAc=8/2).

Elméleti anyag: Aminok előállítása és bázicitása.  
Oxovegyületek kondenzációs reakciója nitrogéntartalmú vegyületekkel.

### Benzofenon-oxim előállítása

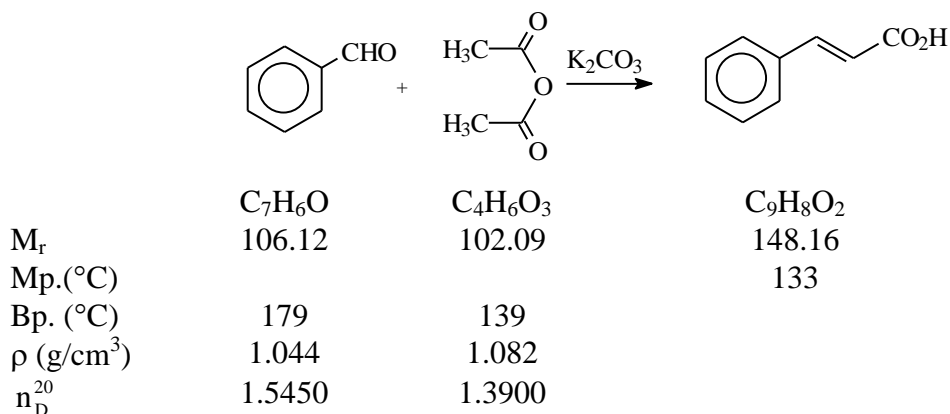


Gömblombikba bemérünk 2,5 g (13,7 mmol) benzofenont, 1,5 g (21,6 mmol) hidroxilammónium-kloridot, 7 ml 96%-os etil-alkoholt és 1 ml vizet. Rázogatás közben, részletekben hozzáadunk 2,8 g (70 mmol) szilárd NaOH-ot (ha a reakcióelegy nagyon melegszik, hideg vízzel hűtjük). A reakcióelegyet gyengén forraljuk 30 percen át, majd a lehült reakcióelegyet 50 ml víz és 7,5 ml cc. HCl elegyéhez öntjük. A kivált csapadékot szűrjük, mossuk hideg vízzel, majd metil-alkoholból átkristályosítjuk (≈4 ml/g).

Figyelem: az oxim levegőn állva bomlik!

Elméleti anyag: Oxovegyületek kondenzációs reakciói.

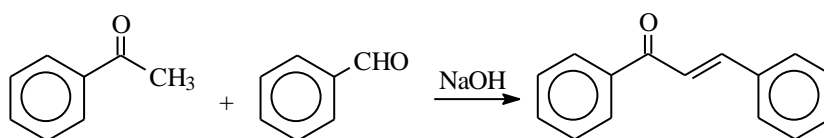
### Preparation of (*E*)-3-phenylpropenoic acid (Cinnamic acid)



Place 1.7 g of powdered anhydrous potassium carbonate, 5.6 ml (58 mmol) of acetic anhydride, and 3.8 ml (37,4 mmol) of freshly distilled benzaldehyde in a 100-ml dry round-bottomed flask. Attach a water-cooled condenser to the flask, and heat the mixture very gently, with frequent swirling, until evolution of gas stops. Then, very gently reflux the mixture for 45 minutes. At the end of the heating period, add to the flask a solution of 6.7 g of potassium hydroxide dissolved in 60 ml of water (basic pH!). Swirl the flask thoroughly until all the solid material dissolves. Transfer the mixture to a separatory funnel and, after the solution has cooled to room temperature, extract with 15 ml ether to remove the unreacted benzaldehyde. Separate the layers. To the aqueous layer in a beaker slowly add, with stirring, concentrated hydrochloric acid until the solution is acidic (pH=1). Cool the solution in an ice-water bath. Collect the precipitate on a Büchner funnel by suction filtration. Wash the precipitate with a little cold water. Purify by recrystallization from a mixture of 3 parts water and 1 part methanol.

Theoretical background: Preparation of carboxylic acids.  
Condensation of carbonyl compounds with carbanions.

**(E)-1,3-Difenilprop-2-én-1-on (benzilidénacetofenon) előállítása**



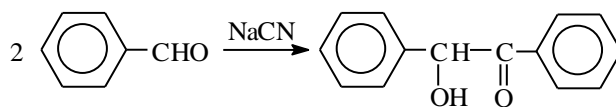
	$C_8H_8O$	$C_7H_6O$	$C_{15}H_{12}O$
$M_r$	120,15	106,12	208,26
Op.(°C)	19-20		55-57
Fp. (°C)	202	178-179	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,03	1,044	
$n_D^{20}$	1,5325	1,5450	

Erlenmeyer-lombikban 2,2 g NaOH-ot feloldunk 20 ml vízben, hozzáadunk 12 ml EtOH-t és 5,2 g (43 mmol) acetofenont, a lombikot jeges-vizes hűtőbe állítjuk és rázogatás közben hozzáadagolunk 4,4 ml (43 mmol) benzaldehydet (a reakcióelegy hőmérséklete 20-25 °C körül legyen). A beadagolás után a reakcióelegyet, időnként összerázva, szobahőmérsékleten állni hagyjuk 2 órán át, majd hűtőszekrénybe tesszük. A kivált csapadékot szűrjük, kevés hideg vízzel semlegesre mossuk és átkristályosítjuk 50 °C-os EtOH-ból (1g nyers terméket kb. 5 ml EtOH old ezen a hőmérsékleten). A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: hexán/EtOAc=7/3).

Elméleti anyag: Oxovegyületek kondenzációs reakciói.



**Benzoin előállítása**  
(Aciloin kondenzáció)



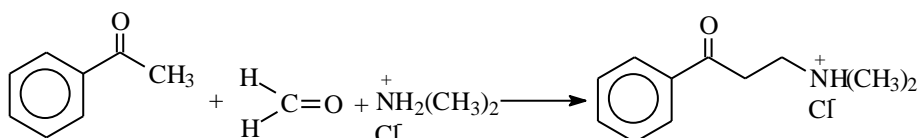
	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}$	$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_2$
$M_r$	106,12	212,24
Op.(°C)		135-137
Fp. (°C)	178-179	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,044	
$n_D^{20}$	1,5450	

**Figyelem!** A NaCN erős mérég. Ha a bőrfelületre jut, bő vízzel azonnal le kell mosni. A NaCN-ot tartalmazó anyagot **tilos** a lefolyóba kiönteni. Semlegesítés céljából az előre elkészített vasszulfát oldatba kell önteni.

Gömlombikban 4,8 ml (47 mmol) benzaldehydet oldunk 7 ml EtOH-ban, az oldathoz 5 ml 10 %-os vizes NaCN-oldatot adunk. A lombikra visszafolyós hűtőt szerelve a reakcióelegyet 1 órán át gyengén forraljuk. A meleg oldatot főzőpohárba öntjük, jeges-vizes fürdőbe állítjuk 20 percig, a kivált kristályokat szűrjük és EtOH-ból átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Az aciloinkondenzáció mechanizmusa.  
Az oxovegyületek oxido-redukciós reakciói.

**(2-Benzoiletil)-dimetilammónium-klorid előállítása**  
(Mannich-reakció)

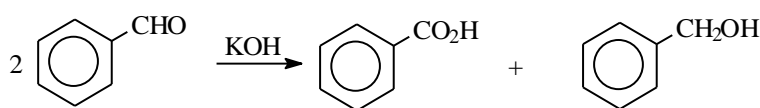


	$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}$	$\text{CH}_2\text{O}$	$\text{C}_2\text{H}_8\text{ClN}$	$\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{ClNO}$
$M_r$	120,15	30,03	81,55	213,7
Op.(°C)	19-20		170-173	155-157
Fp. (°C)	202			
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,03			
$n_D^{20}$	1,5325			

Gömlombikba bemérünk 2,65 g (32,5 mmol) vízmentes dimetilammónium-kloridot, 1 g (33 mmol) paraformaldehydet, 3 ml (25 mmol) acetofenont és 5 ml 96 %-os EtOH-t. Az elegyhez 4-5 csepp cc. HCl-oldatot adunk és forraljuk vízfürdőn másfél órán át. A reakcióidő végén az oldatnak homogénnek és átlátszónak kell lennie. A meleg oldatot főzőpohárba öntjük, 20 ml acetont adunk hozzá és jeges-vizes fürdőbe helyezük. A kivált szilárd anyagot szűrjük, mossuk 2 ml hideg acetonnal. Az átkristályosításhoz feloldjuk 5 ml forró EtOH-ban és a meleg oldathoz 25 ml acetont adunk. Hűtés után a kivált kristályokat szűrjük, szárítjuk.

Elméleti anyag: A Mannich-reakció mechanizmusa.

### Cannizzaro-reakció



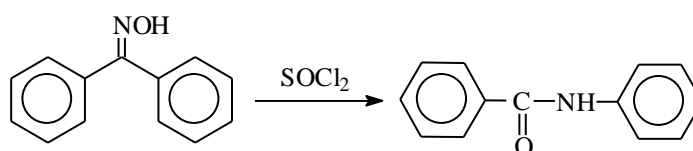
	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}$	$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$	$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$
$M_r$	106,12	122,12	108,14
Op.(°C)	26	122-123	-15
Fp. (°C)	178-179		205
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,044		1,045
$n_D^{20}$	1,5440		1,5400

Erlenmeyer lombikban 6 g KOH-ot feloldunk 5,5 ml vízben, az oldatot lehűtjük és hozzáadunk 6 ml (60 mmol) benzaldehidet és a reakcióelegyet rázogattuk, míg stabil emulziót nem kapunk. A reakcióelegyet egy hétig állni hagyjuk, majd annyi vizet adunk hozzá, míg a csapadék fel nem oldódik. Az oldatot extraháljuk 2x10 ml dietil-éterrel. A vizes oldatot félretesszük. Az éteres oldatot mossuk 5 ml telített NaHSO<sub>3</sub>-oldattal, 10 ml telített Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-oldattal majd 10 ml telített NaCl-oldattal, szárítjuk izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on, az étert bepároljuk, és a maradékot frakcionáló lombikból desztilláljuk néhány csepp előpárlatot szedve.

A félretett vizes oldatot cc. HCl-oldattal megsavanyítjuk, a kivált csapadékot szűrjük és vízből átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: A Cannizzaro- és a Tyiscsenko-reakció mechanizmusa.

### Benzanilid előállítása (Beckmann-átrendeződés)

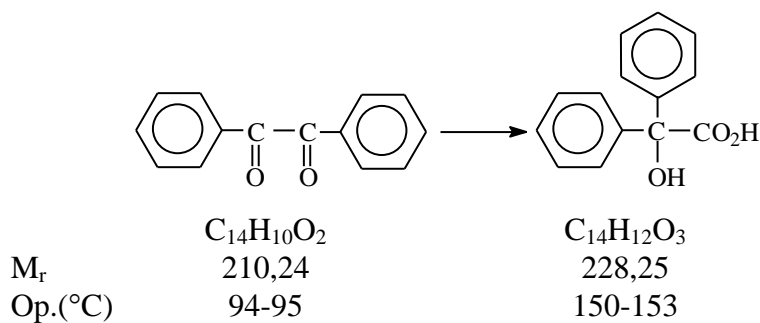


	$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}$	$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}$
$M_r$	197,23	197,23
Op.(°C)	141	164-166

Gömb lombikban 2 g (10,1 mmol) száraz benzofenon-oximot feloldunk 25 ml vízmentes dietil-éterben, az oldathoz hozzáadunk 3,5 ml szulfinil-dikloridot (tionil-klorid) és a reakcióelegyet előmelegített vízfürdőn forraljuk 20 percig, majd gyorsbepárlón az oldószert bepároljuk. A maradékhoz óvatosan 30 ml hideg vizet adunk, a kivált olajat szétdörzsöljük és a vizet óvatosan leöntjük a szilárd részről, amit EtOH-ból átkristályosítunk.

Elméleti anyag: A Beckmann-átrendeződés mechanizmusa.  
Oximok előállítása és reakciói.

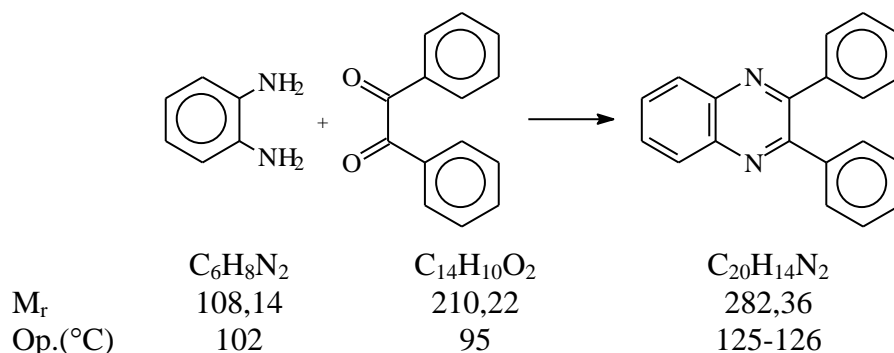
### Benzilsav előállítása



Gömblobbikban 3,5 g KOH-ot feloldunk 7 ml vízben, 10 ml EtOH-t és 3,5 g (16,7 mmol) benzilt adunk hozzá, majd a reakcióelegyet forró vízfürdőn melegítjük 20 percen át. A meleg oldatot kiöntjük főzőpohárba, amit jeges-vizes fürdőbe állítunk. A hűtésre kiváló benzilsav káliumsót szűrjük, kevés hideg EtOH-lal mossuk, feloldjuk 35 ml vízben, cc. HCl-oldattal kisavanyítjuk, a kivált csapadékot szűrjük, mossuk hideg vízzel, a nyers terméket vízből átkristályosítjuk csontszénes derítést alkalmazva.

Elméleti anyag: Anionoid átrendeződések.

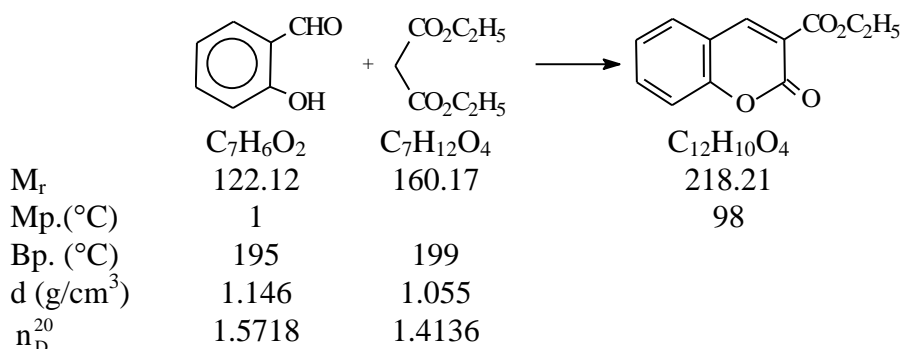
### 2,3-Difenilkinoxalin előállítása



Gömblobbikban 2,1 g (10 mmol) benzilt feloldunk 8 ml 96 %-os EtOH-ban óvatos melegítéssel, hozzáadjuk 1,1 g (10 mmol) tisztított *o*-feniléndiamin 8 ml 96 %-os EtOH-lal készült oldatát és a reakcióelegyet gyengén forraljuk 30 percen át. A meleg reakcióelegyhez vizet csepegtetünk zavarosodásig, hagyjuk lehűlni, majd jeges-vizes fürdőben állni hagyjuk 30 percen át. A kivált szilárd anyagot szűrjük, 96%-os EtOH-ból, derítéssel átkristályosítjuk. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: kloroform).

Elméleti anyag: Hattag heterociklusos vegyületek.

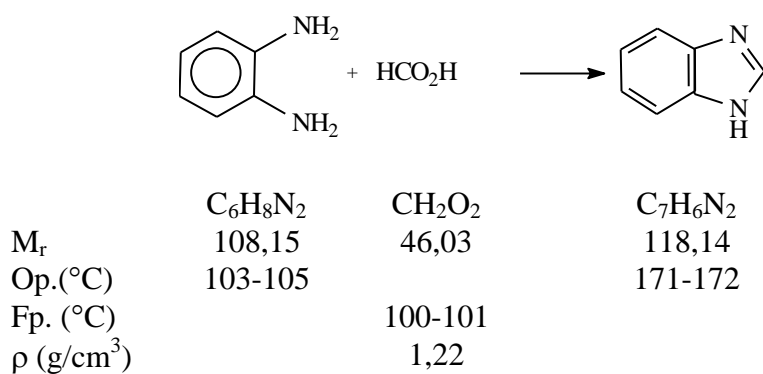
### Preparation of 3-Carboethoxycoumarin



In a 100-ml round-bottomed flask equipped with a reflux condenser are placed 2.7 ml (25 mmol) of salicylaldehyde, 4.2 ml (27.5 mmol) of diethyl malonate, and 10 ml of absolute ethanol. To this mixture are added successively 0.25 ml of piperidine and 3 drops of glacial acetic acid, and the solution is heated under reflux for 2 hours. The hot solution is transferred to an Erlenmeyer flask, the reaction flask is rinsed with 2 ml of ethanol, and the ethanol rinse and 15 ml of hot water are added to the solution. The solution is then allowed to cool without agitation until crystals begin to form. At that point the mixture is cooled in an ice-water bath with stirring from time to time. The crystalline product is collected by filtration and washed with a chilled mixture of 4 ml of ethanol and 6 ml of water. After recrystallization from 95% ethanol and drying in air, colorless crystals are obtained.

Theoretical background: Malonic ester synthesis.  
Types of heterocyclic compounds.

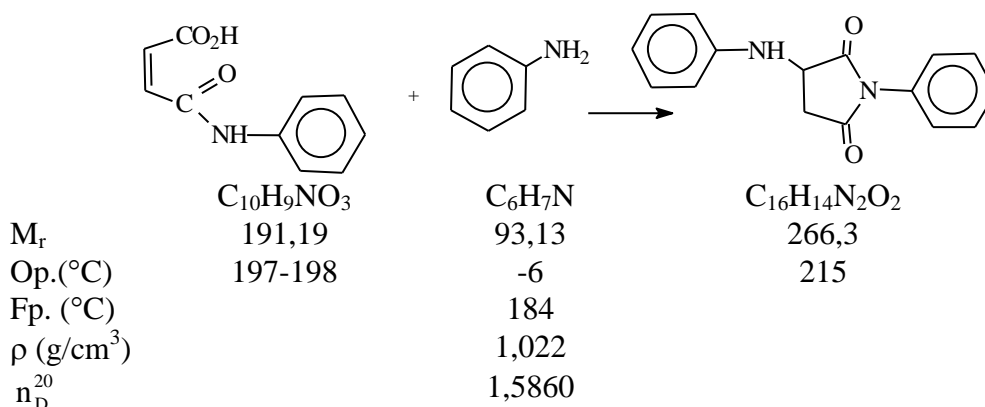
### Benzimidazol előállítás



Gömblobbikba bemérünk 2 g (18,5 mmol) o-feniléndiamint, 1,7 ml 90%-os hangyasavat. A lombikra visszafolyós hűtőt szerelünk és a reakcióelegyet forró vízfürdőn 1 órán át melegítjük. A lehűtött elegyhez lassan, rázogatózás közben 10%-os NaOH oldatot adunk semleges pH-ig. A kivált csapadékot szűrjük és vízből, derítéssel átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Öttagú heterociklusos vegyületek.

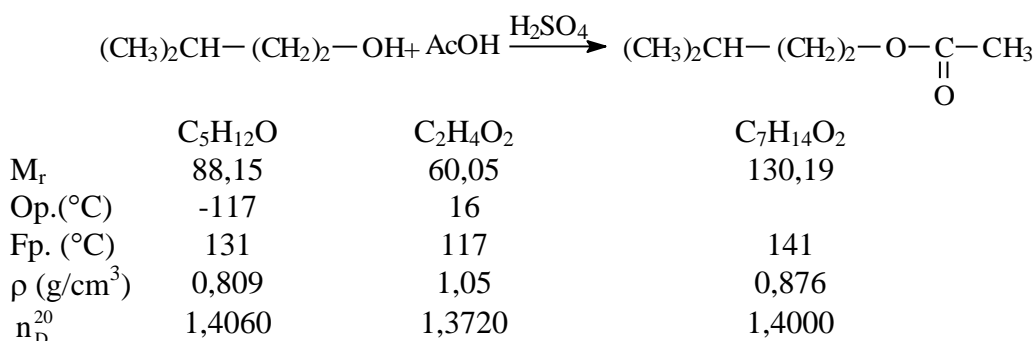
### 1-Fenil-3-fenilaminopirrolidin-2,5-dion előállítása



Gömblobbikba bemérünk 1,9 g (10 mmol) maleanilidsavat, 1 ml (11 mmol) anilint, 10 ml jégcetet és az elegyet forraljuk 30 percig. Lehűlés után a szilárd terméket szűrjük, mossuk kevés hideg EtOH-lal és benzolból vízfürdőn átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Heterociklusos vegyületek típusai.

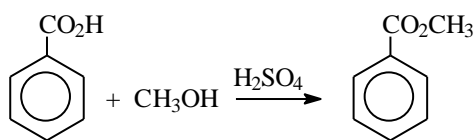
### Izopentil-acetát előállítása



Gömblobbikba bemérünk 8 ml (73 mmol) izopentil-alkoholt, 11 ml (0,19 mol) jégcetet és óvatosan 1,8 ml cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-at. A kénsavat alaposan elhomogenizáljuk az oldatban és a reakcióelegyet gyengén forraljuk 45 percig. A lehűlt oldatot választótölcsérbe öntjük és mossuk 25 ml vízzel, 2x15 ml telített NaHCO<sub>3</sub>-oldattal (gázfejlődés!), 15 ml telített NaCl-oldattal. A nyers terméket izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on szárítjuk és fracionáló lombikból desztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.

### Benzooesav-metil-észter előállítása

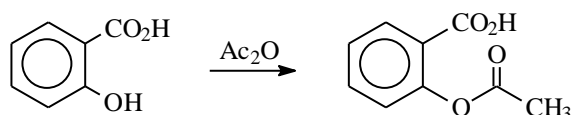


	$C_7H_6O_2$	$CH_4O$	$C_8H_8O_2$
$M_r$	122,12	32,04	136,15
Op.(°C)	122-123		
Fp. (°C)		65	198-199
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )		0,791	1,094
$n_D^{20}$		1,3290	1,5170

Gömbloblikba bemérünk 6 g (49,1 mmol) benzooesavat, 25 ml (0,62 mol) vízmentes MeOH-t és 1,5 ml cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-at és a reakcióelegyet forraljuk egy órán át. A MeOH felesleg felét bepároljuk, a maradékhoz lehülés után 50 ml vizet adunk és az elegyet extraháljuk 2x15 ml dietil-éterrel. Az éteres fázist mossuk 10 ml vízzel, 10 ml telített NaHCO<sub>3</sub>-oldattal, 10 ml telített NaCl-oldattal, szárítjuk izzított Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-on, az étert bepároljuk és a maradékot frakcionáló lombikból desztilláljuk, kevés előpárlatot szedve.

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása.  
Az észterképződés és hidrolízis mechanizmusa.

### 2-Acetoxibenzooesav (acetilszalicilsav) előállítása

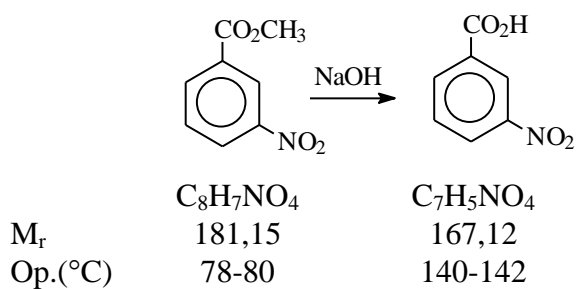


	$C_7H_6O_3$	$C_4H_6O_3$	$C_9H_8O_4$
$M_r$	138,12	102,09	180,16
Op.(°C)	158-160		138-140
Fp. (°C)		139	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )		1,082	
$n_D^{20}$		1,3900	

Egy kis gömbloblikba bemérünk 1,4 g (10 mmol) szalicilsavat, 2 ml ecetsav-anhidridet és 3 csepp cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-at. Az elegyet 60 °C-os vízfürdőn melegítjük 30 percig, időnként megrázogatva. Ezután hozzáadunk 20 ml vizet és jeges-vizes fürdőben lehütjük. A kivált csapadékot szűrjük és a nyers terméket ecetsavas vízből átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.

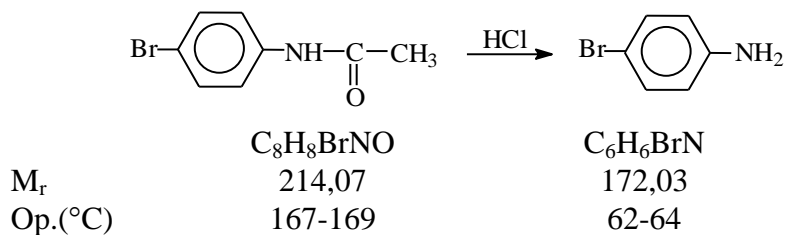
### 3-Nitrobenzoészav előállítása



Gömbloblikba 3 g (16,6 mmol) 3-nitrobenzoészav-metil-észtert és 30 ml 1,25 M-os NaOH-oldatot teszünk és az elegyet forraljuk, míg homogén oldatot nem kapunk. A meleg reakcióelegyet hígítjuk egyenlő térfogatú vízzel és jeges-vizes hűtés, keverés közben cc. HCl-oldattal megsavanyítjuk. A kivált csapadékot szűrjük és átkristályosítjuk 1 %-os HCl-oldatból.

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.

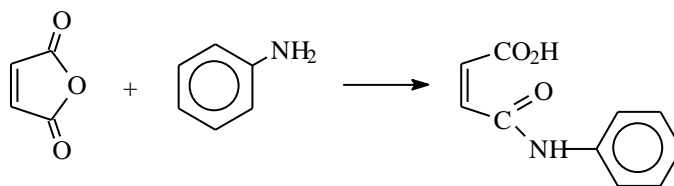
### 4-Brómanilin előállítása



Gömbloblikban 3,8 g (17,7 mmol) 4-brómacetanilidet oldunk 7 ml EtOH-ban, az oldatot forrásig melegítjük és a forrásban levő oldathoz a hűtőn keresztül 5 ml cc. HCl-oldatot adagolunk, majd a forralást 40 percen át folytatjuk. A reakcióelegyet hígítjuk 30 ml vízzel, a visszafolyós hűtőt desztilláló feltétre cseréljük és kidesztillálunk kb. 20 ml folyadékot. A maradékot 20 ml jeges vízhez öntjük és keverés közben lassan 10 %-os NaOH-oldattal átlúgosítjuk. A kiváló olajos termék lassan megszilárdul. A kivált anyagot szűrjük, mossuk hideg vízzel és vizes EtOH-ból átkristályosítjuk. A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: benzol/MeOH=9/1).

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.

### Maleanilidsav előállítása

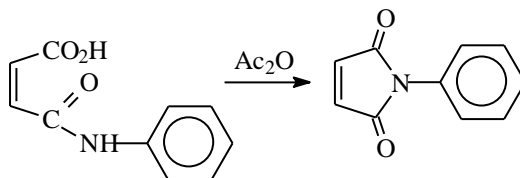


	$C_4H_2O_3$	$C_6H_7N$	$C_{10}H_9NO_3$
$M_r$	98,06	93,13	191,19
Op.(°C)	54-56		197-198
Fp. (°C)	200	184	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	1,022		
$n_D^{20}$		1,5860	

Erlenmeyer-lombikban 2 g (20,4 mmol) porított maleinsav-anhidridet feloldunk 10 ml jégecetben, majd hűtés, rázogatós közben 10 perc alatt becspegetünk 2 ml (21 mmol) anilint, majd az elegyet még 20 percig rázogatójuk. A szilárd anyagot szűrjük, mossuk kevés hideg EtOH-lal. A végtermék tisztasága megfelelő további reakciókhoz, vagy EtOH-ból átkristályosítható.

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.

### N-Fenilmaleimid előállítása



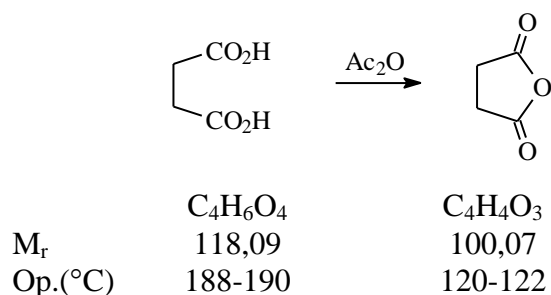
	$C_{10}H_9NO_3$	$C_{10}H_7NO_2$
$M_r$	191,19	173,18
Op.(°C)	197-198	85-87

Gömbloblikba bemérünk 0,35 g vízmentes NaOAc-ot, 3,5 ml ecetsav-anhidridet és 1,9 g (10 mmol) maleanilidsavat. A reakcióelegyet forró vízfürdőn melegítjük 30 percig, majd 10 ml jeges vízre öntjük. Kevergetés közben a termék kiválik, szűrjük, megszáritjuk és ciklohexánból derítéssel vízfürdőn átkristályosítjuk ( $\approx 25$  ml/g). A termék tisztaságát VRK-val is ellenőrizzük (futtatószer: EtOAc/hexán=6/4).

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.



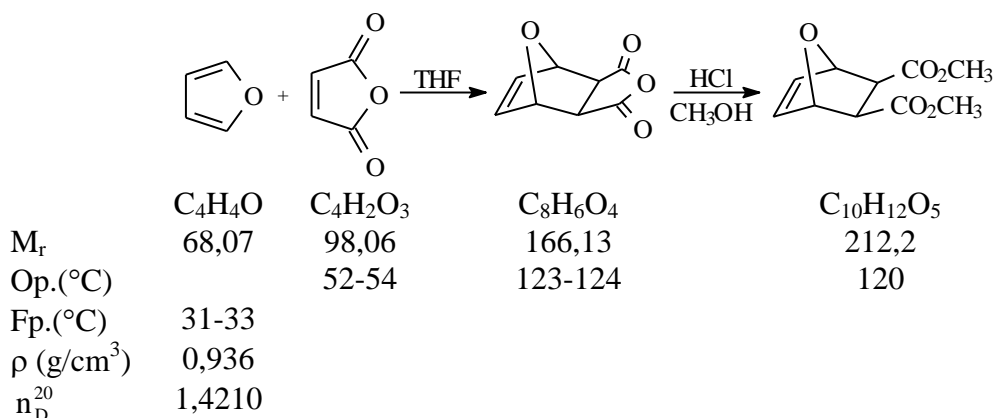
## Borostyánkősav-anhidrid előállítása



Gömblobikban 2,6 g (25 mmol) borostyánkősavat és 4,8 ml (50 mmol) ecetsav-anhidridet, időnként rázogtatva, vízfürdőn gyengén forralunk, míg homogén oldatot nem kapunk, majd a forralást folytatjuk még ugyanannyi ideig. Az elegyet főzőpohárba öntjük, jeges-vizes fürdőbe állítjuk, a kivált csapadékot szűrjük, mossuk 2x5 ml dietil-éterrel, szárítjuk,  $CHCl_3$ -ből átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Karbonsavszármazékok előállítása és reakciói.

## 7-Oxabicyclo[2.2.1]hept-5-én-2 $exo$ ,3 $exo$ -disav-dimetil-észter előállítása

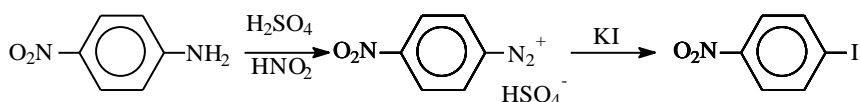


Jól záró száraz fiolában rázogtatás közben feloldunk 12 ml tetrahydrofuranban 4 g (40,7 mmol) porított maleinsav-anhidridet, majd hozzáadunk 2,7 ml (37,1 mmol) furánt, és a reakcióelegyet elrakjuk egy hétre. A kivált kristályokat szűrjük, mossuk 4 ml hideg tetrahydrofuranal, megszáritjuk, mérjük tömegét és olvadáspontját. Kis mintát félreteszünk VRK vizsgálatra, a sav-anhidrid többi részét az alábbi eljárás alapján átalakítjuk észterré.

5 g (mmol) sav-anhidridet és 10 ml metil-alkoholt kis gömblobikba teszünk, hozzácsepegtetünk rázogtatás közben 0,5 ml cc. HCl-at. A lombikba forrkövet teszünk, visszafolyós hűtőt szerelünk rá és a reakcióelegyet forraljuk 2 órán át. A forró oldatot kis Erlenmeyer lombikba öntjük, engedjük szobahőmérsékletre hűlni, majd jeges-vizes hűtőbe állítjuk. A kivált kristályokat szűrjük, 4 ml hideg metil-alkohollal mossuk, szárítjuk.

Elméleti anyag: Diels-Alder reakciók.  
Karbonsavszármazékok reakciói.  
Nukleofil acil szubsztitúciók.

### *p*-Jód-nitrobenzol előállítása

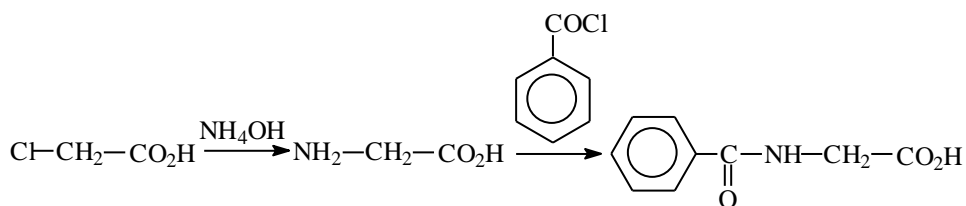


	$\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2$	$\text{C}_6\text{H}_4\text{INO}_2$
$M_r$	138,13	249,01
Op.(°C)	149-151	175-177

Egy 100 ml-es Erlenmeyer-lombikban keverés közben 25 ml vízhez óvatosan hozzáadunk 2,5 ml cc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -at, majd 2,5 g (18 mmol) *p*-nitroanilint. Az oldatot jeges-vizes hűtőben 10 °C alá hűtjük és keverés közben, lassú ütemben hozzáadjuk 1,25 g  $\text{NaNO}_2$  6 ml vízzel készült hideg oldatát. Az adagolás közben a reakcióelegy hőmérséklete ne haladja meg a 10 °C-ot (1-2 karbamid kristály hozzáadásával a feleslegben levő salétromossavat elbontjuk). Az így elkészült hideg diazónium-só oldatot keverés közben egy nagyobb főzőpohárban levő 4,2 g (25 mmol) KI 10 ml vízzel készült oldatához adjuk kis részletekben, és a kevergetést addig folytatjuk, míg a nitrogénfejlődés megszűnik. A kivált csapadékot szűrjük és 95 %-os EtOH-ból átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Diazóniumvegyületek előállítása és reakciói.

### *N*-Benzoilglicin (hippursav) előállítása

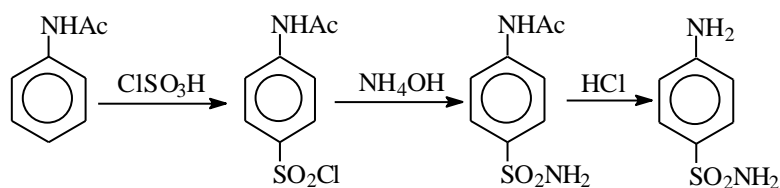


	$\text{C}_2\text{H}_3\text{ClO}_2$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$	$\text{C}_7\text{H}_5\text{ClO}$	$\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$
$M_r$	94,50	75,07	140,57	179,18
Op.(°C)	62	240	-1	188-190
Fp. (°C)			198	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )			1,211	
$n_D^{20}$			1,5230	

3,1 g (33 mmol) klórecetsavat feloldunk 5 ml vízben, hozzáadunk 35 ml tömény ammóniumhidroxid-oldatot és a reakcióedényt lezárva állni hagyjuk egy hétig. 10 ml 40 %-os NaOH-oldat hozzáadása után fülke alatt kb. 20 ml-nyi térfogatra pároljuk (az ammónia szaga ne legyen érezhető). A lehűlt oldathoz gömblombikban 2,5 ml (21,5 mmol) benzoil-kloridot adunk, az elegyet rázogattjuk, míg a benzoil-klorid szaga már nem érezhető. Ezután a reakcióelegyet kb. 10 g tört jég és 10 ml cc. HCl elegyére öntjük (az elegy pH-ja savas legyen), a kivált csapadékot szűrjük, kevés hideg vízzel mossuk, vízből derítéssel átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Aminokarbonsavak előállítása és reakciói.

***p*-Aminobenzolszulfonamid (szulfanilsavamid) előállítása**

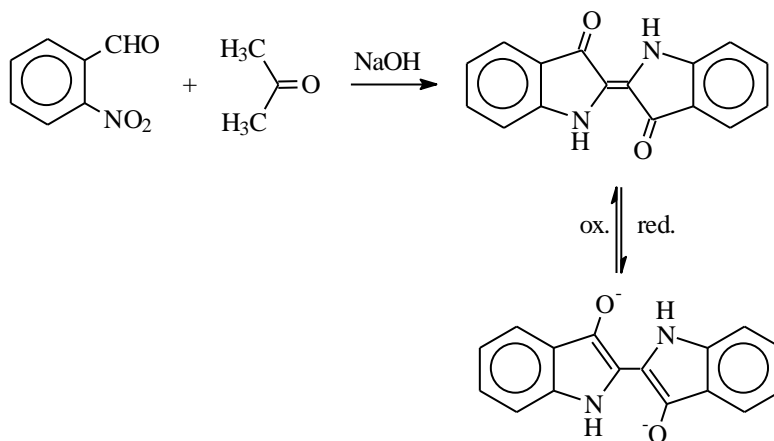


	$C_8H_9NO$	$C_8H_8ClNO_3S$	$C_8H_{10}N_2O_3S$	$C_6H_8N_2O_2S$
$M_r$	135,17	233,67	214,33	172,19
Op.(°C)	114	145-148(bomlik)	139	164-165

Erlenmeyer-lombikba 4 ml (60 mmol) klórkénsavat teszünk, 10-15 °C-ra hűtjük és kis részletekben 1,4 g (10,3 mmol) acetanilidet adunk hozzá, majd a reakcióelegyet vízfürdőn 60-70 °C-on egy órán át melegítjük. Lehűtés után kb. 30 g tört jégre öntjük, a jég elolvadása után a kivált csapadékot szűrjük, hideg vízzel mossuk. Az így nyert nyers *p*-acetaminobenzolszulfonsav-kloridot 5 ml tömény  $NH_4OH$ -oldattal összerázzuk és kb. 30 percig 70 °C-os vízfürdőn tartva rázogatójuk. Lehűlés után 10 %-os  $H_2SO_4$ -oldattal átsavanyítjuk, hűtjük, a kivált csapadékot szűrjük, kevés hideg vízzel mossuk. A kapott nyers *p*-acetaminobenzolszulfonsavamidot gömblombikban 10 ml 10 %-os HCl-oldatban egy órán át forralva hidrolizáljuk, vízzel kétszeresére hígítjuk, forrón csontszénnel derítjük az oldatot, szűrjük, a szűrletet óvatosan szilárd  $Na_2CO_3$ -tal semlegesítjük (gázfejlődés!). Hűtés után a kivált csapadékot szűrjük és vízből átkristályosítjuk.

Elméleti anyag: Szulfonsavak és származékaik.

**Festés indigóval**



	$C_7H_5NO_3$	$C_3H_6O$	$C_{16}H_{10}N_2O_2$
$M_r$	151,12	58,08	262,27
Op.(°C)	45		>300
Fp. (°C)		56	
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )		0,791	
$n_D^{20}$		1,3590	

Erlenmeyer-lombikban 5 ml acetonban feloldunk 0,5 g 2-nitrobenzaldehydet, az oldathoz 5 ml vizet adunk. Az elegyhez rázogatás közben kis részletekben hozzáadunk 2,5 ml 1 M NaOH-oldatot (a reakció kissé exoterm). A reakcióelegy lehűtése után a kivált csapadékot Büchner-tölcséren szűrjük és mossuk 10 ml vízzel. A kiszűrt anyagot a szűrőpapírral együtt főzőpohárban levő 10 ml 1 M NaOH-oldatba tesszük és felforraljuk az elegyet. 2 ml 10 %-os nátriumditionit-oldatot adunk hozzá egyszerre, majd kis részletekben további redukálószerrel, míg az indigó feloldódik és sárgás-zöldes oldatot kapunk. A meleg oldatot főzőpohárban levő 50 ml vízhez öntjük és egy textildarabot az így kapott oldatba teszünk és állni hagyjuk benne kb. 5 percig, néhányszor megforgatva. A textildarabot óraüvegre tesszük és megszáritjuk, közben a levegő oxigénjének hatására megtörténik az oxidáció.

### Kimutatási és származékkészítési reakciók

A reakciókat általában tiszta, száraz kémcsőben végezzük. Az oldatok készítéséhez használt oldószerek desztilláltak legyenek és a vizes oldatok készítéséhez is desztillált vizet használunk. Fontos, hogy a különböző minták és reagensek kimérésére használt pipettákat ne cseréljünk össze, mert hamis eredményeket kapunk. Ugyancsak ajánlatos a reagensoldatokat frissen készíteni és ugynevezett vakpróbákat is végezni. A vizsgálandó mintából, ha csak külön nincs feltüntetve, folyadék esetén 3-4 cseppet, szilárd esetén egy spatulahegynyi (~20 mg) anyagot használunk. Származékkészítés esetén a kapott szilárd anyag átkristályosítása után az olvadáspont meghatározásával az ismeretlen vegyület általában azonosítható.

### Szénhidrogének

**Brómozási próba:** A vizsgálandó mintát oldjuk 0,5 ml diklórmétánban és 4-5 csepp 0,05 M diklórmétános brómoldatot adunk hozzá. Ha nem tapasztalunk színváltozást, az elegyhez néhány vasforgácsot adunk és gyengén megmelegítjük. A gőzteret desztillált vízzel megnedvesített pH-papírral megvizsgáljuk.

**Megjegyzés:** A fenolok, enolok, aminok, aldehidek és ketonok szintén reagálnak brómmal.

**Kálium-permanganátos próba:** A vizsgálandó mintát oldjuk 0,5 ml acetonban és hozzáadunk 2-3 csepp 1 %-os vizes  $\text{KMnO}_4$ -oldatot.

**Megjegyzés:** Könnyen oxidálható funkciós csoportokat tartalmazó vegyületek (fenolok, primer és szekunder alkoholok, aldehidek) szintén pozitív próbát adnak.

### Szerves halogénvegyületek

**Beilstein-próba:** Bunsen-égő színtelen lángjában egy rézdrót végét kiizzítjuk. A lehűlt rézdrótot a vizsgálandó mintába mártjuk, majd a színtelen gázláng széléhez tartjuk.

**Megjegyzés:** A próba érzékeny, de csak magasabb forráspontú vegyület esetén ad megbízható eredményt.

**Ezüst-nitrátos próba:** A vizsgálandó mintához adjunk 1 ml telített etil-alkoholos ezüst-nitrát-oldatot. Az összerázott elegyet hagyjuk állni szobahőmérsékleten 5 percig. Ha csapadék jelenik meg, adjunk hozzá 2 csepp 5 %-os salétromsavat. Ha nincs csapadék kiválás,

melegítsük enyhén az elegyeket (70 °C-os vízfürdőn), míg nem észlelünk csapadék kiválást, vagy zavarosodást. Ekkor ezekben az esetekben is elvégezzük a salétromsavas kezelést.

**Megjegyzés:** A különböző reakciókészségű szerves halogénszármazékok különböző idő alatt reagálnak az ezüst-nitráttal. A salétromsavas kezelés azért szükséges, hogy megbizonyosodjunk, a kivált csapadék vagy a zavarosodás valóban ezüst-halogenid-e (ami nem oldódik salétromsavban).

**Próba acetonos nátrium-jodid-oldattal:** A vizsgálandó mintához 1 ml 12 %-os acetonos nátrium-jodid-oldatot adunk és összerázva 5 percig szobahőmérsékleten állni hagyjuk. Ha nem észlelünk változást, az elegyet 50 °C-os vízfürdőben tartjuk 10 percig, majd lehűtjük.

**Megjegyzés:** A reagens oldatot mindig frissen készítjük és barna üvegben tartjuk. A próba azon alapszik, hogy a képződő NaCl vagy NaBr nem oldódik acetonban. A reakció sebessége a szerves halogénszármazék reakciókészségétől, és a halogén minőségétől is függ.

## Alkohokok

**Lucas-próba:** A vizsgálandó alkoholból 0,2 ml-t 2 ml Lucas-reagenssel elegyítünk, az elegyet összerázva állni hagyjuk szobahőmérsékleten. Ha nincs változás 3-4 perc alatt, az oldatot 50 °C-os vízfürdőben melegítjük 2-3 percig.

**Reagens készítés:** 60 g frissen izzított ZnCl<sub>2</sub>-ot oldunk 42 ml cc. HCl-oldatban.

**Megjegyzés:** A próbát csak vízoldható alkohokok adják. Az alkohokok szerkezetüktől függően eltérő sebességgel reagálnak a reagenssel. A képződő alkil-halogenid, mivel nem oldódik a reagensben, külön fázisként vagy opalizációként jelentkezik.

**Oxidáció Jones-reagenssel:** A vizsgálandó mintát oldjuk 1 ml acetonban, majd az oldathoz 1-2 csepp Jones-reagenst adunk.

**Reagens készítés:** 6,7 g CrO<sub>3</sub>-ot feloldunk 6 ml cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-ban. Óvatosan 30 ml desztillát vízhez öntjük, majd az így kapott oldatot desztillált vízzel 50 ml-re hígítjuk.

**Megjegyzés:** A próbát az aldehidek is adják, valamint hosszabb idő alatt az olefinek is. A használt aceton tisztaságát vakpróbával ellenőrizni kell.

**3,5-Dinitrobenzoátok készítése:** Kémcsőbe 0,2 g 3,5-dinitrobenzoil-kloridot és 8-10 csepp vizsgálandó alkoholt teszünk, az elegyet 70 °C-os vízfürdőn melegítjük 5 percig, lehűtjük és 2 ml vizet adunk hozzá. A kivált szilárd anyagot szűrjük, alaposan mossuk 5 ml telített Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-oldattal, szűrjük, 5 ml vízzel mossuk és vizes EtOH-ból átkristályosítjuk.

**Megjegyzés:** Lehetőleg frissen készített savkloridot használjunk.

## Fenokok

**Vas(III)-kloridos-próba:** A vizsgálandó mintát oldjuk 1 ml vízben (esetleg kevés EtOH-lal az oldódást elősegíthetjük), majd az oldathoz adjunk 2 csepp frissen készült 0,5 %-os vizes vas(III)-klorid-oldatot.

**Megjegyzés:** A fenokok FeCl<sub>3</sub>-dal színes komplexet adnak. A szín az aromás vegyület szubsztituenseitől függ. A próbát az enokok is adják.

**Brómos-víz-próba:** A vizsgálandó mintához adjunk 5 ml vizet, majd rázogatás közben cseppenként telített brómos vizet, amíg annak színe megmarad.

**Megjegyzés:** A próbát az aromás aminok is adják.

## Enolok

**Kompleképzési reakció réz(II)-ionokkal:** A vizsgálandó mintához adjunk 5-6 csepp vizes telített réz(II)-acetát oldatot, többször alaposan rázzuk össze.

**Megjegyzés:** A próbát más, jó komplexképző sajátsággal rendelkező vegyületek (fenolok, aminok,  $\alpha$ -aminosavak, többértékű alkoholok) zavarhatják.

**Oxo-enol tautóméria vizsgálata:** 2 ml 0,6 M metil-alkoholos acetecetészter-oldathoz adjunk egy csepp frissen készült 0,5 %-os vizes vas(III)-klorid-oldatot, majd gyorsan annyi 0,1 M metil-alkoholos bróm-oldatot, hogy az enol-komplex jellemző színe eltűnjön. Mérjük azt az időt, ami alatt az eredeti szín (természetesen a hígabb oldat miatt kisebb intenzitással) visszaáll.

## Aminok

**Bázikusság vizsgálata:** A vizsgálandó mintához 1 ml desztillált vizet adunk és univerzális indikátorpapírral kémleljük az oldat pH-ját.

**Salétromossavas próba:** A vizsgálandó mintát oldjuk 0,5 ml cc. HCl-oldatban, jeges-vizes fürdőben lehűtjük (ha anyagkiválást észlelünk, víz hozzáadásával feloldjuk). A hideg oldathoz 3-4 csepp előzetesen lehűtött 20 %-os vizes nátrium-nitrit-oldatot adunk. Figyeljük meg a változást.

**Hinsberg-próba:** A vizsgálandó mintához 1,5 ml 10 %-os NaOH-oldatot adunk, majd óvatosan 2-3 csepp benzolszulfonil-kloridot és 10 percig szobahőmérsékleten rázogatójuk (a reakcióelegynek lúgos kémhatásúnak kell lennie!). Ha nincs anyagkiválás, az elegy felét egy másik kémcsőben savanyítsuk meg 10 %-os HCl-oldattal és figyeljük meg a változást. Ha az eredeti lúgos reakcióelegyben anyagkiválást (olajos vagy szilárd) tapasztalunk, adjunk 1 ml vizet hozzá. Ha nem oldódik, az oldatot távolítsuk el pipettával és a maradékhoz adjunk 1 ml 10 %-os HCl-oldatot.

**Megjegyzés:** A próba magasabb szénatomszám ( $C_{10}$  felett) esetén nem alkalmazható megbízhatóan.

**Pikrát képzés:** A vizsgálandó mintát oldjuk 1 ml EtOH-ban, hozzáadunk 1 ml telített etil-alkoholos pikrinsav-oldatot, és az oldatot forró vízfürdőben melegítjük 2-3 percig, majd hagyjuk lassan lehűlni.

## Oxovegyületek

**Oxidáció  $KMnO_4$ -oldattal:** A vizsgálandó mintát oldjuk 0,5 ml DMF-ban és hozzáadunk 1 ml 1 %-os  $KMnO_4$ -oldatot és rázogatójuk.

**Oxidáció Jones-reagenssel:** A vizsgálandó mintát oldjuk 0,5 ml DMF-ban és hozzáadunk 1-2 csepp Jones-reagenst, összerázzuk és hagyjuk néhány percig állni. Ha nincs változás, enyhén melegítsük meg.

**Jodoform-próba:** A vizsgálandó mintát oldjuk 2 ml vízben és 1 ml 10 %-os NaOH-oldatot adunk hozzá. Cseppenként annyi reagenst adagolunk hozzá, hogy a reagens oldat színe megmaradjon. Gyengén melegítjük néhány percig (ha az oldat színe megváltozik, még adunk hozzá reagenst), néhány csepp NaOH-oldatot adunk hozzá és hígítjuk 5 ml vízzel.

**Reagens készítés:** 100 ml vízben oldunk 25 g KI-ot és 12,5 g jódot.

**Megjegyzés:** A próbát a metil-keetonok és az R-CH(OH)-CH<sub>3</sub> képletű alkoholok adják.

**2,4-Dinitrofenilhidrazon készítés:** A vizsgálandó mintához vagy minimális EtOH-lal készült oldatához 3-4 ml reagenst adunk. Az elegyet enyhén megmelegítjük. A kivált szilárd anyagot szűrjük és EtOH-ból átkristályosítjuk.

**Reagens készítés:** 1 g 2,4-dinitrofenilhidrazint oldjunk 5 ml cc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-ban, az oldatot óvatosan, kevergetés közben 8 ml víz és 25 ml EtOH elegyéhez adjuk.

**Tollens-próba:** Zsírtalanított kémcsőben 1 ml Tollens-reagenshez 3 csepp 1 %-os aldehid-oldatot adunk, az elegyet összerázzuk és forró vízfürdőbe helyezzük.

**Reagens készítés:** 10 ml 5 %-os vizes ezüst-nitrát-oldathoz adjunk 10 csepp 10 %-os NaOH-oldatot, majd rázogatás közben cseppenként annyi tömény ammónium-hidroxid-oldatot, hogy a csapadék éppen feloldódjék.

**Megjegyzés:** Redukáló szénhidrátok kimutatására használják. A reagenst mindig frissen kell készíteni és a maradékot ki kell önteni.

### Karbonsavak és karbonsavszármazékok

**Savamid készítés:** Kis gömblombikban kb. 0,1 g vizsgálandó mintához 0,5 ml szulfinil-dikloridot adunk, visszafolyós hűtőt szerelünk rá és 20-30 percig 80-90 °C-os vízfürdőn tartjuk. Lehűlés után 3-4 ml hideg tömény ammónium-hidroxid-oldatot adunk hozzá és rázogatva 2-3 percig forró vízfürdőn tartjuk. Lehűtjük, a csapadékot szűrjük, mossuk 2 ml vízzel, 2 ml híg HCl-oldattal, 2 ml híg NaOH-oldattal és 2 ml vízzel, majd EtOH-ból vagy vizes EtOH-ból átkristályosítjuk.

**Észter hidrolízis:** A vizsgálandó mintát 3 ml 2 N NaOH-oldattal forraljuk, míg a vízben nem oldódó észteres fázis eltűnik. A lehűtött oldatot cc. HCl-oldattal kisavanyítjuk, a kivált karbonsavat szűrjük, vízzel mossuk, átkristályosítjuk.

**Megjegyzés:** A próba csak vízben nem oldódó, szilárd halmazállapotú karbonsavak esetén alkalmazható.

**Hidroxámsav-próba:** A vizsgálandó mintához 0,5 ml 0,5 M etil-alkoholos hidroxil-ammónium-klorid-oldatot adunk, majd 2 M KOH-oldat hozzáadásával pH=9-re lúgosítjuk. Az elegyet forrásig melegítjük, majd lehűtés után 5 %-os HCl-oldattal pH=3-ra savanyítjuk, végül 1-2 csepp 5 %-os vas(III)-klorid-oldatot adunk hozzá.

**Megjegyzés:** A reakció színváltozással jár. A próbát, eltérő reakciósebességgel, észterek, savanhidridek, savkloridok, laktonok adják.

**Aminosavak ninhidrin-próbája:** A vizsgálandó mintát 1 ml ninhidrin reagenssel felforraljuk és a színváltozást feljegyezzük.

**Reagens előállítás:** 90 %-os vizes EtOH-lal készítünk 0,2 %-os ninhidrin-oldatot.

## Vegyszerekkel kapcsolatos tudnivalók

A vegyszerekkel történő műveletek során nemcsak az adott vegyület tisztaságát, fizikai adatait, kémiai tulajdonságait kell ismerni, hanem mindazokat az előírásokat is, amelyeket be kell tartani a vegyszerrel történő munka során, valamint az adott vegyszer egészségkárosító hatásait is. Mindezen adatokat egy jól elkészített vegyszercímke tartalmazza (lásd alább). A biztonságos munkavégzés szempontjából fontos, hogy értsük a címkén szereplő **veszélyességi piktogramokat** (vagy az ezeket szimbolizáló betűjeleket), a vegyszer **méregkategória** és **veszélyességi** besorolását, a veszélyre, kockázatra utaló **R-** (risk=kockázat) mondatok és a biztonságos használatra utaló **S-** (safety=biztonság) mondatok jelentését. Ezeknek feltüntetését a 143/1997 (IX.3.) kormányrendelet kötelezővé teszi. Meg kell jegyezni, hogy ezek hiánya a vegyszercímkén vagy a vegyszer-katalógusban nem azt jelenti, hogy az illető vegyszer veszélytelen! A gyakorlatra történő felkészülés azt is magába foglalja, hogy a felhasználandó vegyszerek ezen besorolásaival megismerkedjünk. Ezt elősegítendő, a receptekben szereplő vegyszereket feltüntettük, melléjük írva a rájuk vonatkozó, vegyszer-katalógusokból származó jelöléseket.

## Vegyszercímke

The diagram shows a chemical label for 'Etanol absz.' (Absolute Ethanol) with 18 numbered arrows pointing to specific parts of the label. The label includes manufacturer information (REANAL), product name, net weight (0.79 kg), volume (1000 ml), and detailed quality specifications in both Hungarian and English. It also features hazard symbols (M-III, F V-B) and RID/ADR codes (R:11, S:7-16, RID/ADR:3/3b).

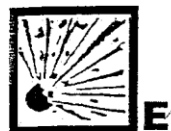
1. minőségi követelmények magyarul
2. összegképlet
3. méregkategóriák
4. Reanal Rt. cikkszám
5. minőség
6. magyar megnevezés
7. a kiserelés nettó tömege (ha térfogatós)
8. CARN szám
9. a kiserelés nettó mennyisége

10. a minőség színjelölése
11. minőségi követelmények angolul
12. "R"- és "S"- mondatok magyarul
13. veszélyjelölő piktogram
14. veszélyességi besorolás
15. angol megnevezés
16. "R"- és "S"- számok RID/ADR osztály
17. gyártási szám
18. "R"- és "S"- mondatok angolul



Méregkategóriák		Veszélyességi besorolások	
M-I	erős mérgező	V-A	kifejezetten veszélyes
M-II	mérgező	V-B	veszélyes
M-III	gyenge mérgező	V-C	mérsékelt veszélyes
M-IV	gyakorlatilag nem mérgező	V-D	gyakorlatilag nem veszélyes

### Veszélyességi piktogramok és betűjeleik



**E**

Robbanásveszélyes (E)



**O**

Égést tápláló (Oxidáló) (O)



**T**

Mérgező (T), erősen mérgező (T+)



**F**

Könnyen gyulladó (F), rendkívül gyúlékony (F+)



**C**

Maró (C)



**X**

Ingerlő (Xi), ártalmas (Xn)



**N**

Környezetre veszélyes (N)

A vegyületekkel, vegyi anyagokkal kapcsolatos veszélyközlés gyakorlati eszközei az un. **Nemzetközi Kémiai Biztonsági Kártyák (ICSC)**, amelyek az egészség és biztonság szempontjából leglényegesebb tudnivalókat foglalják össze az egyes vegyi anyagokról röviden, érthető és használható formában. Az angol változat megtalálható az alábbi címen:

[www.ilo.org/public/english/protection/safework/cis/products/icsc/index.htm](http://www.ilo.org/public/english/protection/safework/cis/products/icsc/index.htm)

A kártyák magyar változata, amely tartalmazza az adott vegyi anyagra vonatkozó magyar szabályozást is az alábbi címen található:

[www.fjokk.hu/magyaricsc/index.htm](http://www.fjokk.hu/magyaricsc/index.htm)

### **A vegyületek veszélyeire/kockázataira utaló R mondatok**

- 1** Száraz állapotban robbanásveszélyes
- 2** Ütés, súrlódás, tűz vagy más gyújtóforrás robbanást okozhat.
- 3** Ütés, súrlódás, tűz vagy egyéb gyújtóforrás rendkívüli mértékben növeli a robbanásveszélyt.
- 4** Nagyon érzékeny, robbanásveszélyes fémvegyületeket képez.
- 5** Hő hatására robbanhat.
- 6** Levegővel érintkezve vagy anélkül is robbanásveszélyes.
- 7** Tüzet okozhat.
- 8** Éghető anyaggal érintkezve tüzet okozhat.
- 9** Éghető anyaggal érintkezve robbanásveszélyes.
- 10** Kevésbé tűzveszélyes.
- 11** Tűzveszélyes.
- 12** Fokozottan tűzveszélyes.
- 13** Fokozottan tűzveszélyes cseppfolyósított gáz.
- 14** Vízzel hevesen reagál.
- 14/15** Vízzel hevesen reagál és közben fokozottan tűzveszélyes gázok képződnek.
- 15** Vízzel érintkezve fokozottan tűzveszélyes gázok képződnek.
- 15.1** Savval érintkezve fokozottan tűzveszélyes gázok képződnek.
- 15/29** Vízzel érintkezve fokozottan tűzveszélyes és mérgező gázok képződnek.
- 16** Oxidáló anyaggal érintkezve robbanásveszélyes.
- 17** Levegőn öngyulladó.
- 18** A használat során robbanásveszélyes/tűzveszélyes gáz-levegő elegy keletkezhet.
- 19** Robbanásveszélyes peroxidokat képezhet.
- 20** Belélegezve ártalmas.
- 20/21** Belélegezve és bőrrel érintkezve ártalmas.
- 20/21/22** Belélegezve, bőrrel érintkezve és lenyelve ártalmas.
- 20/22** Belélegezve és lenyelve ártalmas.
- 21** Bőrrel érintkezve ártalmas.
- 21/22** Bőrrel érintkezve és lenyelve ártalmas.
- 22** Lenyelve ártalmas.
- 23** Belélegezve mérgező (toxikus).
- 23/24** Belélegezve és bőrrel érintkezve mérgező.
- 23/24/25** Belélegezve, bőrrel érintkezve és lenyelve mérgező.
- 23/25** Belélegezve és lenyelve mérgező.
- 24** Bőrrel érintkezve mérgező (toxikus).
- 24/25** Bőrrel érintkezve és lenyelve mérgező.

<b>25</b>	Lenyelve mérgező (toxikus).
<b>26</b>	Belélegezve nagyon mérgező (toxikus).
<b>26/27</b>	Belélegezve és bőrrel érintkezve nagyon mérgező.
<b>26/27/28</b>	Belélegezve, bőrrel érintkezve és lenyelve nagyon mérgező.
<b>26/28</b>	Belélegezve és lenyelve nagyon mérgező.
<b>27</b>	Bőrrel érintkezve nagyon mérgező (toxikus).
<b>27/28</b>	Bőrrel érintkezve és lenyelve nagyon mérgező.
<b>28</b>	Lenyelve nagyon mérgező (toxikus).
<b>29</b>	Vízzel érintkezve mérgező gázok képződnek.
<b>30</b>	A használat során tűzveszélyessé válik.
<b>31</b>	Savval érintkezve mérgező gázok képződnek.
<b>31.1</b>	Lúggal érintkezve mérgező gázok képződnek.
<b>32</b>	Savval érintkezve nagyon mérgező gázok képződnek.
<b>33</b>	A halmozódó (kumulatív) hatások miatt veszélyes.
<b>34</b>	Égési sérülést okoz.
<b>35</b>	Súlyos égési sérülést okoz.
<b>36</b>	Szemizgató hatású.
<b>36/37</b>	Szemizgató hatású, izgatja a légutakat.
<b>36/37/38</b>	Szem- és bőrizgató hatású, izgatja a légutakat.
<b>36/38</b>	Szem- és bőrizgató hatású.
<b>37</b>	Izgatja a légutakat.
<b>37/38</b>	Bőrizgató hatású, izgatja a légutakat.
<b>38</b>	Bőrizgató hatású.
<b>39</b>	Nagyon súlyos és maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/23</b>	Belélegezve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/23/24</b>	Belélegezve és bőrrel érintkezve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/23/24/25</b>	Belélegezve, bőrrel érintkezve és lenyelve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/23/25</b>	Belélegezve és lenyelve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/24</b>	Bőrrel érintkezve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/24/25</b>	Bőrrel érintkezve és lenyelve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/25</b>	Lenyelve mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/26</b>	Belélegezve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/26/27</b>	Belélegezve és bőrrel érintkezve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/26/27/28</b>	Belélegezve, bőrrel érintkezve, lenyelve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/26/28</b>	Belélegezve és lenyelve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/27</b>	Bőrrel érintkezve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
<b>39/27/28</b>	Bőrrel érintkezve és lenyelve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.

- 39/28** Lenyelve nagyon mérgező: nagyon súlyos, maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40** Maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/20** Belélegezve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/20/21** Belélegezve és bőrrel érintkezve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/20/21/22** Belélegezve, bőrrel érintkezve, lenyelve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/20/22** Belélegezve és lenyelve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/21** Bőrrel érintkezve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/21/22** Bőrrel érintkezve és lenyelve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 40/22** Lenyelve ártalmas: maradandó egészségkárosodást okozhat.
- 41** Súlyos szemkárosodást okozhat.
- 42** Belélegezve túlérzékenységet okozhat (szenzibilizáló hatású lehet).
- 42/43** Belélegezve és bőrrel érintkezve túlérzékenységet okozhat (szenzibilizáció).
- 43** Bőrrel érintkezve túlérzékenységet okozhat (szenzibilizáló hatású lehet).
- 44** Zárt térben hő hatására robbanhat.
- 45** Rákot okozhat (karcinogén hatású lehet).
- 46** Öröklődő genetikai károsodást okozhat (mutagén hatású lehet).
- 47** Születési rendellenességeket okozhat.
- 48** Hosszú időn át hatva súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/20** Hosszabb időn át belélegezve ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/20/21** Hosszabb időn át belélegezve és bőrrel érintkezve ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/20/21/22** Hosszabb időn át belélegezve, bőrön és szájon keresztül a szervezetbe jutva ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/20/22** Hosszabb időn át belélegezve és szájon át a szervezetbe jutva ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/21** Hosszabb időn át bőrrel érintkezve ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/21/22** Hosszabb időn át bőrrel érintkezve és szájon át a szervezetbe jutva ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/22** Szájon keresztül hosszabb időn át a szervezetbe jutva ártalmas: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/23** Hosszabb időn át belélegezve mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/23/24** Hosszabb időn át belélegezve és bőrön keresztül a szervezetbe jutva mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/23/24/25** Hosszabb időn át belélegezve, bőrön és szájon keresztül a szervezetbe jutva mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/23/25** Hosszabb időn át belélegezve és szájon keresztül a szervezetbe jutva mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/24** Hosszabb időn át bőrrel érintkezve mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/24/25** Bőrön és szájon keresztül hosszabb időn át a szervezetbe jutva mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.
- 48/25** Szájon keresztül hosszabb időn át a szervezetbe jutva mérgező: súlyos egészségkárosodást okozhat.

- 49 Belélegezve rákot okozhat (karcinogén hatású lehet).
- 50 Nagyon mérgező a vízi szervezetekre.
- 50/53 Nagyon mérgező a vízi szervezetekre, a vízi környezetben hosszantartó károsodást okozhat.
- 51 Mérgező a vízi szervezetekre.
- 51/53 Mérgező a vízi szervezetekre, a vízi környezetben hosszantartó károsodást okozhat.
- 52 Ártalmas a vízi szervezetekre.
- 52/53 Ártalmas a vízi szervezetekre, a vízi környezetben hosszantartó károsodást okozhat.
- 53 A vízi környezetben hosszantartó károsodást okozhat.
- 54 Mérgező a növényvilágra.
- 55 Mérgező az állatvilágra.
- 56 Mérgező a talaj szervezeteire.
- 57 Mérgező a méhekre.
- 58 A környezetben hosszantartó károsodást okozhat.
- 59 Veszélyes az ózonrétegre.
- 60 A fertilitást (fogamzóképeséget vagy nemzőképeséget) károsíthatja.
- 61 A születendő gyermekre ártalmas lehet.
- 62 A fertilitásra (fogamzóképeségre vagy nemzőképeségre) ártalmas lehet.
- 63 A születendő gyermeket károsíthatja.
- 64 Szoptatott csecsemőt károsíthatja.
- 65 Lenyelve ártalmas, aspiráció (idegen anyagnak a légutakba beszívása) esetén tüdőkárosodást okozhat.
- 66 Ismételt expozíció a bőr kiszáradását vagy megrepedezését okozhatja.
- 67 Gőzök álmoságot vagy szédülést okozhatnak.

#### A vegyületekkel kapcsolatos óvintézkedésekre utaló S mondatok

- 1 Elzárva tartandó.
- 1/2 Elzárva és gyermekek számára hozzáférhetetlen helyen tartandó.
- 2 Gyermekek kezébe nem kerülhet.
- 3 Hűvös helyen tartandó.
- 3/14 Hűvös helyen, ...-tól/-től távol tartandó [az összeférhetetlen anyag(oka)t a gyártó határozza meg].
- 3/7 Az edényzet jól lezárva, hűvös helyen tartandó.
- 3/7/9 Az edényzet jól lezárva, hűvös, jól szellőző helyen tartandó.
- 3/9 Jól szellőző helyen tartandó.
- 3/9/14 Hűvös, jól szellőző helyen, ...-tól/-től távol tartandó [az összeférhetetlen anyag(oka)t a gyártó határozza meg].
- 3/9/14/49 Hűvös, jól szellőző helyen, ...-tól/-től távol, csak az eredeti edényzetben tárolható [az összeférhetetlen anyag(oka)t a gyártó határozza meg].
- 3/9/49 Hűvös, jól szellőző helyen, csak az eredeti edényben tárolható.
- 4 Lakóterülettől távol tartandó.
- 5 ... alatt tartandó (a folyadékot a gyártó határozza meg).
- 5.1 Víz alatt tartandó
- 5 Petróleum alatt tartandó
- 5 Paraffinolaj alatt tartandó

- 6** ... alatt tartandó (az inert gázt a gyártó határozza meg).
- 6.1** Nitrogén alatt tartandó
- 6.2** Argon alatt tartandó
- 6.3** Szén-dioxid alatt tartandó
- 7** Az edényzet légmentesen lezárva tartandó.
- 7/8** Az edényzet légmentesen lezárva, szárazon tartandó.
- 7/9** Az edényzet légmentesen lezárva és jól szellőző helyen tartandó.
- 7/47** Az edényzet légmentesen lezárva ... °C hőmérsékletet nem meghaladó helyen tárolható (a hőmérsékletet a gyártó határozza meg).
- 8** Az edényzet szárazon tartandó.
- 9** Az edényzet jól szellőző helyen tartandó.
- 12** A tartályt nem szabad légmentesen lezárni.
- 13** Élelmiszertől, italtól és takarmánytól távol tartandó.
- 14** ...-tól/-től távol tartandó [az összeférhetetlen anyago(ka)t a gyártó határozza meg].
- 15** Hőhatástól távol tartandó.
- 16** Gyújtóforrástól távol tartandó - Tilos a dohányzás.
- 17** Éghető anyagoktól távol tartandó.
- 18** Az edényzetet óvatosan kell kezelni és kinyitni.
- 20** Használat közben enni, inni nem szabad.
- 20/21** A használat közben enni, inni és dohányozni nem szabad.
- 21** Használat közben tilos a dohányzás.
- 22** Az anyag porát nem szabad belélegezni.
- 23** A keletkező gázt/füstöt/gőzt/permetet nem szabad belélegezni (a gyártó határozza meg).
- 24** A bőrrel való érintkezés kerülendő.
- 24/25** Kerülni kell a bőrrel való érintkezést és a szembejutást.
- 25** Kerülni kell a szembejutást.
- 26** Ha szembe jut, bő vízzel azonnal ki kell mosni és orvoshoz kell fordulni.
- 27** A szennyezett ruhát azonnal le kell vetni/venni.
- 27/28** Ha az anyag a bőrre jut, a szennyezett ruhát rögtön le kell vetni és a bőrt kellő mennyiségű ...- val/-vel azonnal le kell mosni (az anyagot a gyártó határozza meg).
- 28** Ha az anyag a bőrre kerül, ...-val/vel bőven azonnal le kell mosni (az anyagot a gyártó határozza meg).
- 28.1** Ha az anyag a bőrre kerül, vízzel bőven azonnal le kell mosni
- 28.2** Ha az anyag a bőrre kerül, szappanos vízzel bőven azonnal le kell mosni
- 29** Csatornába engedni nem szabad.
- 29/35** Csatornába engedni nem szabad. Az anyagot és edényzetét megfelelő módon ártalmatlanítani kell.
- 29/56** Csatornába engedni nem szabad, az anyagot és az edényzetét a veszélyes- vagy speciális hulladék gyűjtőhelyre kell vinni.
- 30** Soha nem szabad vízzel keverni.
- 33** A sztatikus feltöltődés ellen védekezni kell.
- 34** A rázkódás és súrlódás ellen védekezni kell.
- 35** Az anyagot és az edényzetét megfelelő módon ártalmatlanítani kell.
- 35.1** Az anyagot és az edényzetét 2%-os NaOH-oldattal ártalmatlanítani kell.
- 36** Megfelelő védőruházatot kell viselni.

- 36/37** Megfelelő védőruházatot és védőkesztyűt kell viselni.
- 36/37/39** Megfelelő védőruházatot, védőkesztyűt és szem-/arcvédőt kell viselni.
- 36/39** Megfelelő védőruházatot és szem-/arcvédőt kell viselni.
- 37** Megfelelő védőkesztyűt kell viselni.
- 37/39** Megfelelő védőkesztyűt és arc-/szemvédőt kell viselni.
- 38** Ha a szellőzés elégtelen, megfelelő légzőkészüléket kell használni.
- 39** Szem-/arcvédőt kell viselni.
- 40** A padlót és a beszennyeződött tárgyakat ...-val/-vel kell tisztítani (az anyagot a gyártó határozza meg).
- 40.1** A padlót és a beszennyeződött tárgyakat sok vízzel kell tisztítani
- 41** Robbanás vagy tűz esetén a keletkező gázokat nem szabad belélegezni.
- 42** Füst-/permetképződés esetén megfelelő légzésvédőt kell viselni (típusát a gyártó adja meg).
- 43** Tűz esetén ...-val/-vel oltandó (az anyagot a gyártó határozza meg). Ha a víz használata fokozza a veszélyt, "Víz használata tilos" mondatot is hozzá kell tenni.
- 43.1** Vízzel oltandó
- 43.2** Vízzel és poroltóval oltandó
- 43.3** Vízzel tilos oltani, poroltóval oltandó
- 43.4** Vízzel tilos oltani, szén-dioxiddal oltandó
- 43.6** Vízzel tilos oltani, homokkal oltandó
- 43.7** Vízzel tilos oltani, homokkal, szén-dioxiddal és poroltóval oltandó
- 44** Rosszullét esetén orvoshoz kell fordulni. Ha lehetséges, a címkét meg kell mutatni.
- 45** Baleset vagy rosszullét esetén azonnal orvost kell hívni. Ha lehetséges, a címkét meg kell mutatni.
- 46** Lenyelése esetén azonnal orvoshoz kell fordulni, az edényt/csomagolóburkolatot és a címkét az orvosnak meg kell mutatni.
- 47** ... °C feletti hőmérsékleten nem tárolható (a gyártó határozza meg).
- 47/49** ... °C hőmérsékleten, csak az eredeti edényzetben tárolható (a hőmérsékletet a gyártó határozza meg).
- 48** ...-val/-vel nedvesen tartandó (az anyagot a gyártó határozza meg).
- 48.1** Vízzel nedvesen tartandó
- 49** Csak az eredeti edényzetben tárolható.
- 50** ...val/-vel nem keverhető (az anyagot a gyártó határozza meg).
- 50.1** Savval nem keverhető
- 50.2** Lúggal nem keverhető
- 50.3** Erős savval, erős lúggal, színesfémekkel és azok sóival nem keverhető
- 51** Csak jól szellőztetett helyen használható.
- 52** Nagy felületű, tartózkodásra alkalmas helyiségekben nem használható.
- 53** Kerülni kell az expozíciót, - használatához külön utasítás szükséges.
- 56** Az anyagot és edényzetét veszélyes-, vagy speciális hulladék gyűjtőhelyre kell vinni.
- 57** A környezetszennyezés elkerülésére megfelelő edényzetet kell használni.
- 59** A hulladékanyag visszanyeréséhez/újrahasznosításához a gyártótól/forgalmazótól kell tájékoztatást kérni.
- 60** Az anyagot és/vagy edényzetét veszélyes hulladékként kell ártalmatlanítani.
- 61** Kerülni kell az anyag környezetbe jutását.

- 62 Lenyelés esetén hánytatni tilos: azonnal orvoshoz kell fordulni és megmutatni az edényzetet vagy a címkét.
- 63 Belégzés miatt bekövetkező baleset esetén a sérültet friss levegőre kell vinni és biztosítani számára a nyugalmat.
- 64 Lenyelés esetén a száját vízzel öblítjük ki (csak abban az esetben ha a sérült nem eszméletlen).

**A receptekben szereplő vegyszerek méreg-besorolása, veszélyességi fokozata, a veszélyességi piktogram betűjele, R-mondatok, S-mondatok**  
(ha a vegyszer nem szerepel a felsorolásban, nem jelenti hogy veszélytelen)

**Oldószer**

Aceton:	M-III	V-C	F	R:11	S:9-16-23-33
Benzol:	M-III	V-A	F,T	R:11-48/23/24/25-45	S:16-29-44-53
Bután-2-on:	M-III	V-B	F,Xi	R:11-36/37	S:9-16-25-33
Ciklohexán:	M-IV	V-C	F	R:11	S:9-16-33
Dietil-éter:	M-II	V-A	F+	R:12-19	S:9-16-29-33
Diklórmétán:	M-III	V-A	Xn	R:40	S:23-24/25-36/37
Ecetsav:	M-III	V-A	C	R:10-35	S:2-23-26
Etil-acetát:	M-IV	V-C	F	R:11	S:16-23-29-33
Etil-alkohol:	M-III	V-B	F	R:11	S:7-16
Etilénglikol:	M-III	V-B	Xn	R:22	S:2
Hexán:	M-IV	V-B	F,Xn	R:11-48/20	S:9-16-24/25-29-51
Izopropil-alkohol:	M-III	V-A	F	R:11	S:7-16
Kloroform:	M-II	V-A	Xn	R:22-38-40-48/20/22	S:36-37
Metil-alkohol:	M-II	V-A	F,T	R:11-23/25	S:2-7-16-24-45
Tetrahidrofurán:	M-III	V-B	F,Xi	R:11-19-36/37	S:16-29-33
Toluol:	M-III	V-B	F,Xn	R:11-20	S:16-25-29-

33

**Szervetlen vegyszerek**

AgNO <sub>3</sub> :	M-II	V-A	C	R:34	S:26-45
Bróm:	M-I	V-A	C,T+,N	R:26-35	S:7/9-26-45-61
CaCl <sub>2</sub> :	M-III	V-C	Xi	R:36	S:22-24
CrO <sub>3</sub> :	M-II	V-A	O,T	R:45-8-35-43	S:53-45
Cu(OAc) <sub>2</sub> :	M-III	V-C	Xn	R:22	S:24
FeCl <sub>3</sub> :			Xn,C	R:34	S:26-39
HBr oldat:	M-II	V-A	C	R:34-37	S:7/9-26-36/37/39-45
cc.HCl:	M-I	V-A	C	R:34-37	S:26-36/37/39-45
cc.HNO <sub>3</sub> :	M-II	V-A	C	R:35	S:2-23-26-27
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> :	M-II	V-A	C	R:34	S:3-26-36/37/39-45
cc.H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> :	M-II	V-A	C	R:14-35-37	S:26-30-36/37/39-45
HYP0-oldat:			Xi	31-36/38	S:3/7-23-26-28.1-45
Jód:	M-III	V-B	Xn	R:20/21	S:23-25
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> :			Xn	R:20/21/22-36/37/38	S:22-26
KJ:					S:22-24/25
Klórkénsav:			C	R:14-35-37	S:26-45
KMnO <sub>4</sub> :	M-II	V-A	O,Xn	R:8-22	S:2
KOH:	M-II	V-A	C	R:35	S:2-26-37/39



NaBH <sub>4</sub> :			F,T	R:14/15-25-34	S:14-26-36/37/39
NaBr:					S:22-24/25
NaCN:	M-I	V-A	T+	R:26/27/28-32	S:1/2-7-28-29-45
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> :	M-II	V-B	Xi	R:36	S:22-26
NaHCO <sub>3</sub> :					S:22-24/25
NaHSO <sub>3</sub> :			Xi	R:36/37/38	S:26-36
NaI:					S:22-24/25
NaNO <sub>2</sub> :	M-II	V-A	O,T	R:8-25	S:45
NaOAc:					S:22-24/25
NaOH:	M-II	V-A	C	R:35	S:2-26-27-37/39
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> :					S:22-24/25
NH <sub>2</sub> OH*HCl:			Xn	R:34-43	S:26-36/37/39-45
NH <sub>4</sub> OH-oldat:	M-II	V-A	C	R:34-36/37/38	S:7-26
SOCl <sub>2</sub> :			C	R:14-20/22-29-35	S:26-36/37/39-45
ZnCl <sub>2</sub> :	M-II	V-A	C	R:34	S:7/8-28

### Szerves vegyületek

Acetanilid:			Xn	R:22	S:22-24/25
Acetecetészter:			Xi	R:36/37/38-41	S:26-36
Acetofenon:	M-II	V-B	Xn	R:22-36/38	S:26
2-Acetoxibenzoészter:			T	R:23/24/25-36/37/38	S:22-26-36/37/39-45
Anilin:	M-II	V-A	T,N	R:20/21/22-23/24/25-40-50	S:28-36/37-45-61
Anizol:				R:10	S:7-21
Benzaldehid:	M-II	V-B	Xn	R:22	S:24
Benzanilid:					S:22-24/25
Benzhidrol:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
Benzil:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
Benzil-alkohol:	M-III	V-B	Xn	R:22	S:24
Benzil-klorid:	M-II	V-A	T	R:22-23-36/37/38-41-45	S:53-45
Benzilsav:			Xn	R:22	S:36
Benzimidazol:			Xn	R:20/21/22	S:36
Benzoészter:			Xn	R:22-36	S:24
Benzilidén-acetofenon:			Xn	R:22-36/37	S:22-36/37/39-45
Benzoészter-metil-észter:			Xn	R:22	S:23-24/25
Benzofenon:			Xn,N	R:36/37/38-50/53	S:26-36-60-61
Benzoil-klorid:	M-II	V-A	C	R:34	S:26-45
Benzolszulfonsav-klorid			C	R:20/22-34-42/43	S:23-26-36/37/39-45
Benziltriethylammónium-klorid:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
Borostyánkősav:			Xi	R:36	S:26
Borostyánkősav-anhidrid:			Xi	R:36/37	S:25
4-Brómacetanilid:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
1-Brómbután:			Xi	R:10-36/37/38-52/53	S:16-26-36-60-61
n-Butil-alkohol:	M-II	V-B	Xn	R:10-20	S:16
terc-Butil-alkohol:	M-III	V-B	F,Xn	R:11-20	S:9-16
4-Brómanilin:			Xn	R:21/22-36/37/38-43	S:26-37/39

Ciklohexanol:	M-III	V-B	Xn	R:20/22-37/38	S:24/25
Ciklohexanon:		M-II	V-B	Xn	R:10-20 S:25
Ciklohexén:			F,Xn	R:11-21/22	S:16-29-33-36/37
Diaceton-alkohol:	M-III	V-B	Xi	R:36	S:24/25
Dimetilammónium-klorid:			Xn	R:26-36/37/38	S:26-36/37
Dimetil-szulfát:	M-I	V-A	T+	R:45-25-26-43	
3,5-Dinitrobenzoil-klorid:			C	R:5-34-40	S:26-36/37/39-45
2,4-Dinitrofenilhidrazin			Xn,E	R:1-22-36/38	S:35
Ecetsav-anhidrid:	M-II	V-A	C	R:10-34	S:26
Fahéjsav:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
<i>o</i> -Feniléndiamin:	M-II	V-B	T,N	R:20/21-25-36-40-43-50/53-68	S:28-36/37-45-60/61
<i>N</i> -Fenilmaleimid:			T	R:25	S:36/37/39-45
Furán:	M-II	V-B	F+,T	R:45-12-19-20/22-38-48/22-52/53	S:53-45-61
Fenol:	M-II	V-A	T	R:24/25-34	S:2-28-44
Glicin:					S:22-24/25
Hangyasav:	M-II	V-A	C	R:34	S:2-23-26
Hippursav:					S:22-24/25
Klórecetsav:			T,N	R:25-34-50	S:23-37-45-61
2-Klór-2-metilbután:			F,Xi	R:11-36/37/38	S:16-26-36
2-Klór-2-metilpropán:			F	R:11	S:16-29-33
Koffein:			T	R:25	S:22-24/25
Izopentil-acetát:				R:10-11	S:23-25
Izopentil-alkohol:	M-II	V-A	Xn	R:10-20	S:24/25
Maleinsav-anhidrid:			C	R:22-34-42/43	S:22-26-36/37/39
Malonsav-dietil-észter:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
2-Metilanilin:	M-II	V-B	T,N	R:45-23/25-36	S:53-45-61
2-Metilhexán-2-ol:				R:10	S:16
4-Metilpent-3-én-2-on:			Xn	R:10-20/21/22	S:25
Ninhidrin:			Xn	R:20/21/22	S:7/9
4-Nitroacetanilid:			Xi	R:36/37/38	S:26-36
3-Nitroanilin:			T	R:23/24/25-33	S:28-36/37-45-61
4-Nitroanilin:			T	R:23/24/25-33	S:28-36/37-45-61
2-Nitrobenzaldehyd:			Xn	R:22-36/37/38	S:26
3-Nitrobenzoesav:			Xi	R:36/37/38	S:26
3-Nitrobenzoesav-metilészter:					S:22-24/25
<i>o</i> -Nitrofenol:	M-II	V-A	Xn	R:22-25/53	S:26-36
<i>p</i> -Nitrofenol:	M-II	V-A	Xn	R:20/20/22-33	S:28
Paraformaldehid:	M-II	V-B	Xn	R:22-36/37/38-40-43	S:22-26-36/37
<i>terc</i> -Pentil-alkohol:			F,Xn	R:11-20	S:9-16-24/25
Pikrinsav:	M-II	V-A	T,E	R:2-4-23/24/25	S:35-37-45
Piperidin:	M-I	V-A	F,T	R:11-23/24-34	S:16-26-27-45
Piperin:			Xn	R:22	S:22-24/25
Szalicilaldehyd:			Xn	R:21/22-36/38	S:26-36/37
Szalicilsav:				R:22-36/38	S:26-39
Trietilamin:	M-II	V-A	F,Xi	R:11-36/37	S:16-26-29

7/9

## Felhasznált forrásmunkák

1. *Szerves kémiai praktikum* (Szerk. Orosz György) Nemzeti Tankönyvkiadó ,Budapest 1998.
2. Berényi Sándor, Kovács Lajos, Patonay Tamás, Somsák László: *Szerves kémiai praktikum I.* (Kossuth Egyetemi Kiadó, Debrecen, 1995).
3. Berényi Sándor, Patonay Tamás: *Szerves kémiai praktikum II.* (Kossuth Egyetemi Kiadó, Debrecen, 1996).
4. Dr. Lipták Andrásné, Dr. Herczeg Pál: *Szerves Kémiai Praktikum III.* (KLTE, Debrecen, 1991).
5. Vogel's *Textbook of Practical Organic Chemistry* 5<sup>th</sup> ed. (Longmann, London, 1989).
6. *Journal of Chemical Education* 1985-2000-es évfolyamai.
7. Mei Tak Yip, D.R. Dalton: *Organic Chemistry in the Laboratory* (D.Van Nostrand Co., New York, 1979).
8. J. R. Mohrig, D.C. Neckers: *Laboratory Experiments in Organic Chemistry* (Van Nostrand Co., New York, 1979).
9. D. Todd: *Experimental Organic Chemistry* (Prentice-Hall, Inc., New Jersey, 1979).
10. *Organic Reactions*, Coll. Vol. I-IV.
11. *The Merck Index*, 10<sup>th</sup> ed., Merck&Co. Inc. USA 1983.
12. Reanal Finomvegyszergyár Rt. *Vegyszer katalógus* és a 66. oldalon feltüntetett URL cím.