



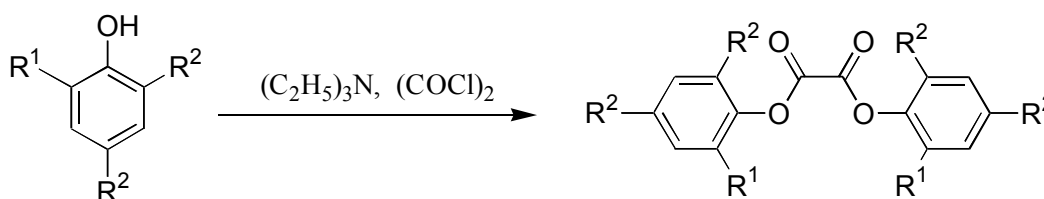
Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

ZADANIE 6AB



SZCZAWIAN BIS(2,4-DINITROFENYLU)

SZCZAWIAN BIS(2,4,6-TRICHLOROFENYLU)



6A: $R^1 = H$, $R^2 = NO_2$

6B: $R^1 = R^2 = Cl$

Odczynniki:

2,4-dinitrofenol ^P (nawązka)	2,30 g	trietyloamina ^P	1,27 g
lub 2,4,6-trichlorofenol ^P (nawązka)	2,48 g	chlorek oksalilu ^P	0,90 g
toluen ^D	50 cm ³	chloroform ^D	20 cm ³

UWAGA: Praca z substancjami toksycznymi i żrącymi wyłącznie pod wyciągiem, obowiązują rękawice ochronne! 2,4-Dinitrofenol silnie barwi skórę i tkaniny na żółto, łatwo przenika przez lateksowe rękawiczki.

^P - pobrać z przygotowalni; ^S - dostępne w szafie; ^D - dostępne pod dygestorium

W kolbie trójszyjnej o pojemności 100 cm³ zaopatrzonej w termometr oraz nasadkę Deana-Starka (zakończoną chłodnicą zwrotną z rurką z bezwodnym CaCl₂) umieścić roztwór odpowiedniego fenolu **1a** lub **1b** w 50 cm³ toluenu. W kolbie należy od razu umieścić mieszalnik magnetyczny, o jak największym możliwym rozmiarze. Trzeci otwór kolby zamknąć septą. Zawartość kolby ogrzewać do łagodnego wrzenia w celu azeotropowego oddestylowania resztek wody pochodzącej z rozpuszczalnika i fenolu.¹

Następnie roztwór ostudzić i kolbę zanurzyć do łaźni chłodzącej umieszczonej na mieszadle magnetycznym. Po schłodzeniu roztworu poniżej temperatury 10 °C, wprowadzić do kolby (za pomocą strzykawki, przez septę), przy ciągłym mieszaniu, 1,27 g trietyloaminy a następnie 0,9 g chlorku oksalilu.² Skonsultować z prowadzącym sposób poboru tych substancji!



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Podczas dodawaniu chlorku oksalilu temperatura mieszaniny nie powinna przekroczyć 10 °C. Po dodaniu chlorku oksalilu łążnię chłodzącą należy usunąć a całość mieszać energicznie przez ok. 1 godzinę. Na tym etapie mieszaninę można też zostawić do następnych zajęć - należy jednak zdemonstrować nasadkę azeotropową i usunąć termometr, zamykając szybko otwory kolby szklanymi korkami.

Rozpuszczalnik należy następnie dokładnie odparować na wyparce¹ a do stałej, suchej pozostałości dodać około 10 cm³ chloroformu, rozetrzeć w nim osad i odsączyć na lejku Hirsha ze spiekim szklanym (nie używać lejków Büchnera). Osad przemyć ok. 10 cm³ chloroformu,³ wysuszyć, zważyć i zmierzyć temperaturę topnienia.

TCPO powinien stanowić zupełnie biały proszek o temperaturze topnienia mieszczącej się w zakresie podanym w wyciągu z Karty Charakterystyki Substancji. DNPO powinien stanowić jasny, beżowy proszek, którego temperatura topnienia może być niższa o kilka stopni niż podają dane literaturowe. Jeśli występuje znaczna różnica temperatury topnienia z danymi literaturowymi, TCPO można oczyścić przez krystalizację z dużej ilości octanu etylu. Nie należy podejmować próby krystalizacji DNPO. Oba szczawiany należy przechowywać w lodówce lub zamrażalniku.

Instrukcja demonstracji chemiluminescencji - patrz ćwiczenie 6C

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

- ¹ Oddestylowany toluen należy umieścić w pojemniku oznakowanym "Zlewki toluenu"
- ² Należy użyć osobnych strzykawek do tych reagentów. Strzykawki po użyciu należy sputkać dokładnie wodą pod dygestorium, rozmontować i pozostawić w "kominku" pod dygestorium do wyschnięcia
- ³ Roztwór po odsączeniu osadu umieścić w pojemniku na odpady F



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

ZADANIE 6C

SZCZAWIAN DIWANILILU



Ćwiczenie wykonuje się w oparciu o oryginalny przepis, zaczerpnięty z Journal of Chemical Education: *A Greener Chemiluminescence Demonstration*, O. Jilani, T. M. Donahue, and M. O. Mitchell, 2011, 88, 786–787. Artykuł dostępny jest *on-line*: <http://pubs.acs.org/doi/pdfplus/10.1021/ed100597n>

Przed przystąpieniem do realizacji należy dokonać tłumaczenia tekstu a następnie zaproponować ewentualne modyfikacje procedury, które mogą być konieczne z przyczyn technicznych i/lub praktycznych.

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

Syntezę można zrealizować w sposób analogiczny jak w ćwiczeniu 6A/B. Nie stosować kwasu solnego do przemywania fazy organicznej ekstraktów. Dodatek NaOH jest kluczowy przy demonstracji chemiluminescencji z użyciem szczawianu diwanililu.

Prezentacja zjawiska chemiluminescencji (ćwiczenia 6A-C)

Przed przystąpieniem do demonstracji zjawiska chemiluminescencji należy wykonać próby z otrzymanymi przez siebie związkami a samą demonstrację wykonywać na sprawdzonych wcześniej produktach i odczynnikach. Wstępne próby można wykonać z fluoroforami takimi jak floksyna, dibenzo[*a,h*]antracen, rodamina B lub rywanol, które są dostępne na sali. Pozostałe fluorofory nie są dostępne na sali, lecz są udostępniane przez prowadzących. Sposób prezentacji chemiluminescencji należy zawsze uzgodnić z prowadzącym zajęcia. Sugerowane jest wykonanie demonstracji dla 3-4 wybranych z tabeli 1 fluoroforów.

Odczynniki:

szczawian diarylu	30 mg	fluorofor	4 mg	NaOH 1M [*]	1 ml
aceton ^D	50 ml	perhydrol ^P	2 ml		

UWAGA: Perhydrol działa silnie żrąco, obowiązują rękawice ochronne!

^P - pobrać z przygotowni; ^S - dostępne w szafie; ^D - dostępne pod dygestorium; ^{*} - należy wykonać samemu



Projekt współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

W kolbie stożkowej o pojemności 100 ml zamykanej korkiem szlifowanym umieścić aceton, porcję odważonego estru oraz fluorofor wybrany z poniższej tabeli. Zawartość kolby mieszać intensywnie kilka minut. Szczawiany arylowe mogą nie rozpuścić się całkowicie, jednak ich zupełne rozpuszczenie nie jest konieczne. W przypadku szczawianu diwanililu należy dodać również roztwór NaOH, w pozostałych przypadkach nie jest to potrzebne.

fluorofor	szczawian arylowy	intensywność i barwa światła
floksyna	TCPO	silna, pomarańczowa
rodamina B	DNPO	umiarkowana, czerwona
rywanol	TCPO lub DNPO	słaba, żółta
dibenzo[<i>a,h</i>]antracen	TCPO lub DNPO	słaba, błękitna
rubren*	DNPO	silna, żółta
perylene*	DNPO	silna, błękitna
9,10-dimetyloantracen*	TCPO lub DNPO	umiarkowana, niebieska
9,10-bis(feniloetynylo)antracen*	DNPO	umiarkowana, zielona

Fluorofory i barwa luminescencji w reakcjach utleniania szczawianów organicznych. *-wskazane fluorofory udostępniane są wyłącznie przez prowadzącego zajęcia, pozostałe dostępne są w znajdującej się na sali szafie z odczynnikami i sprzętem.

Zaciemnić pomieszczenie i za pomocą strzykawki dodać szybko do kolby 2 cm³ perhydrolu. Kolbę zamknąć korkiem i wstrząsnąć energicznie zawartość. Czas trwania i wydajność chemiluminescencji zależy w dużej mierze od rodzaju użytego estru. W przypadku DNPO luminescencja jest wyraźnie silniejsza, lecz szybko zanika w ciągu kilku sekund, natomiast TCPO daje nieco słabszą luminescencję, jednak utrzymuje się ona znacznie dłużej, nawet kilka godzin.

UWAGI I ZAGOSPODAROWANIE ODPADÓW

Roztwory zawierające perylen oraz 9,10-dialkilopochodne antracenu należy zebrać oddzielnie do pojemników wskazanych przez prowadzącego. Pozostałe roztwory należy umieścić w pojemniku na odpady O.