

Experimenty pre identifikáciu alkoholov

Estery kyseliny 3,5-dinitrobenzoovej

TLC - Na nachystanej TLC-platničke si ceruzkou jemne vyznačíme štart, cca 1,5 cm od spodu. Na štart naniesieme pomocou sklenených kapilár vzorky a štandardy, cca 1,5 cm od seba, pričom ich polohy zaznačíme. Jednotlivé škvrny by mali mať priemer cca 0,5 cm. Po vyschnutí nanesených škvŕn dáme TLC-platničku do vyvíjacej komory naplnenej elučnou zmesou (cyklohexán-etyl acetát 3,5-1) a necháme vyvíjať. Keď je TLC hotové (čelo je cca 1,5 cm pred koncom platničky, alebo keď povie vyučujúci), platničku vytiahneme, ceruzkou označíme čelo TLC a necháme vysušiť. Po vysušení naniesieme činidlo (**DIGESTOR!**), platničku necháme vysušiť ešte raz a vypočítame retenčné faktory vzoriek.

Detekčné činidlo: Sú to dva roztoky, ktoré spolu v nastrekovači zmiešame v pomere 1:1 až tesne pred aplikáciou. Prvým je roztok SnCl_2 v zriedenej HCl , druhým je roztok 4-dimetylamínobenzaldehydu v etanole okyselenom s HCl (Ehrlichovo činidlo). Po cca 5-10 minútach od nástreku sa objavia tmavo-žlté škvrny.

Príprava derivátu: 0,1-0,15 g 3,5-dinitrobenzoyl chloridu*, varný kamienok a 3 ml alkoholu sa dá do dlhej skúmavky. Obsah skúmavky sa nechá variť vo vodnom kúpeli aspoň 5 minút za vzniku roztoku. Skúmavka sa potom dá do studenej vody a po 10 minútach sa vypadnutý ester ** odfiltruje, nechá vysušiť na filtračnom papieri. Potom sa rozpustia v 3-5 ml acetónu a naniesú na TLC-platničku.

* nádobku s 3,5-dinitrobenzoyl chloridom zatvoríme ihneď ako s ním skončíme robotu!

** ak po danom čase nič nevypadne, vezmeme sklenú tyčinku a začneme s ňou trieť o stenu skúmavky pod hladinou kvapaliny. Ak ani po tomto nič nevypadne pridáme do skúmavky trochu vody

Oxidácia alkoholov s dichromanom draselným

K 1 až 1,5 ml oxidačnej zmesi v dlhej skúmavke sa pridá 3 až 4 ml alkoholu (**ETANOL**) a zmes sa zamieša. Vznik modro-zelenej farby (zmiznutie oranžovo-červenej farby) je kladným výsledkom experimentu. Pokus treba robiť v digestore. Oxidačná zmes je silná žieravina (obsahuje kyselinu sírovú)!!

Oxidácia alkoholov s manganistanom draselným

Do dlhej skúmavky sa najprv dá 1 ml 5% roztoku manganistanu draselného a 1 ml 20% vodného roztoku NaOH . Potom sa do skúmavky pridajú 3 ml alkoholu a skúmavka sa poriadne pretrepe. Jedna dvojica dá etanol a druhá dá izopropylalkohol. Kladným výsledkom je zmiznutie typickej tmavo-fialovej farby manganistanu a vznik hnedej zrazeniny oxidu manganičitého (pri látkach, ktoré sa ťažšie oxidujú môže prechodne vzniknúť tmavo-zelená farba). Skúmavku potom dáme do vodného kúpeľa, vezmeme kus filtračného papiera, na ktorý nakvapkáme trochu Schiffovho skúmadla a tento papierik podržíme nad ústím skúmavky keď bude obsah vriieť. Tam kde bol

etanol by malo na papieri vzniknúť výrazné ružové zafarbenie (prítomnosť aldehydu). Schiffovo skúmadlo je veľmi citlivé aj na teplotu a kopu iných chemikálii, takže papier kde ho dávate by nemal byť dochytený rukami, alebo obliaty inými chemikáliami. Slabé ružové sfarbenie vznikne aj na papieriku nad izopropylalkoholom ale to je OK.