

Experimenty pre identifikáciu oxo-zlúčenín

2,4-dinitrofenylhydrazóny oxo-zlúčenín

TLC - Na nachystanej TLC-platničke si ceruzkou jemne vyznačíme štart, cca 1,5 cm od spodu. Na štart nanesieme pomocou sklených kapilár vzorky a štandardy, cca 1-1,5 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 (cca 1,5 pred koncom platničky, alebo keď povie vyučujúci), platničku vytiahneme, ceruzkou označíme čelo TLC, necháme vysušiť a vypočítame retenčné faktory. Keďže 2,4-dinitrofenylhydrazóny sú všetky farebné zlúčeniny, není nutná ďalšia detekcia.

Príprava 2,4-dinitrofenylhydrazónu acetónu – do dlhej skúmavky dáme 2 ml acetónu a 2 ml skúmadla DNHF*. Mala by vzniknúť oranžová kvapalina, ak tam je trochu nerozpusteného je to OK. Pridáme 1 ml vody a zatrepeme – teraz vypadne hydrazón ako oranžová hmota. K tejto suspenzii pridáme 1 ml 96% (alebo denaturovaného) etanolu, varný kamienok a opatrne zahrejme do varu (vodný kúpeľ). Keď sa zmes zahreje do varu, vznikne roztok, skúmavka sa potom dá do studenej vody a po 5-10 minútach vypadnú kryštály 2,4-dinitrofenylhydrazónu acetónu.

* Roztok DNHF a roztoky štandardov veľmi kvalitne farbía kožu (aj oblečenie), jednorazové rukavice sa odporúčajú

Jódoformový test

Do dlhej skúmavky dáme 0,6 ml acetónu, 2 ml destilovanej vody a 2 ml 5% vodného roztoku NaOH a pretrepeme. Teraz do skúmavky budeme pomaly pridávať 5-6 ml Lugolovho roztoku. Svetlo-žltá zrazenina na dne skúmavky je jodoform a teda dôkaz prítomnosti metylu-ketónu*. Ak by ste dali príliš veľa Lugolovho roztoku, a pretrváva hnedá farba, treba opatrne pridať trošku (po kvapkách) 5% roztoku NaOH až kým hnedá farba opäť nezmizne.

* Reakciu dáva aj acetaldehyd (jediný „metyl-aldehyd“) a niektorého jeho acetály

Príprava oxímu

Do dlhej skúmavky dáme 2 ml etanolového roztoku 4-dimetylamínobenzaldehydu, 3 ml 20% vodného roztoku hydroxylamín hydrochloridu, 1 ml 20% vodného roztoku NaOH a 2 ml denaturovaného etanolu – vznikne zrazenina. Pridáme varný kamienok a obsah skúmavky potom uvedieme do varu (vodný kúpeľ). Skúmavku potom dáme do studenej vody a po cca 10 minútach vypadne oxím 4-dimetylamínobenzyldehydu*. Po ochladení pridáme do skúmavky ešte 2 ml 20% vodného roztoku NaOH uzavrieme zátkou a poriadne pretrepeme – roztok (vznik sodnej soli oxímu, ktorá je lepšia rozpustná vo vode).

* Ak by nechcela vznikáť zrazenina, treba vziať do ruky sklenú tyčinku a začať trieť o stenu skúmavky pod hladinou kvapaliny.

Aldolová kondenzácia

Do dlhej skúmavky sa dá 3 ml acetónového roztoku 4-dimetylamínobenzaldehydu, 1 ml 20% vodného roztoku NaOH a 3 ml 96% (alebo denaturovaného) etanolu. Zmes sa poriadne premieša a nechá stáť 20 minút pri izbovej teplote. Po tomto čase je horná vrstva tmavo-žltá až oranžová – vznik nenasýteného ketónu (prebehla kondenzácia).

Zároveň sa spraví slepý pokus - 3 ml acetónu, 1 ml 20% vodného roztoku NaOH a 3 ml 96% (alebo denaturovaného) etanolu. Po rovnakom čase sú obe vrstvy emulzie bezfarebné.

Fehlingov test

Jedna dvojica naváži cca 0,5 g sacharózy a rozpustí ju v cca 10 ml vody miešaním. Druhá dvojica naváži cca 0,5 g glukózy a rozpustí ju v cca 10 ml vody miešaním. Každá dvojica potom vezme dlhú skúmavku, do ktorej dá varný kamienok 2 ml Fehling A a 2 ml Fehling B roztokov a opatrne premieša. Do tmavo modrej kvapaliny sa potom pridá cca 5-6 ml vodného roztoku daného cukru a naraz sa dajú do vodného kúpeľa. V skúmavke kde sa pridala glukóza po krátkom čase (ak vodný kúpeľ v čase ponorenia skúmavky vre!) začne vznikať oranžová zrazenina oxidu meďného – dôkaz redukujúceho cukru (voľná aldehydová skupina, respektíve jej semiacetál). Skúmavka kde je sacharóza ostane bezo zmeny – neredukujúci cukor.