

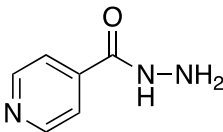
WZÓR Sprawozdania z syntezy preparatu

(jedno sprawozdanie na dwójkę, na kartce/kartkach formatu A4)

Imię i nazwisko *Alicja Nowak*

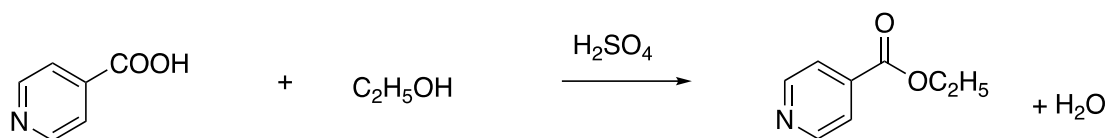
Grupa *A*

Barbara Kowalska

Nazwa preparatu	<i>Izoniazyd</i>
Nazwa chemiczna preparatu	<i>Hydrazyd kwasu izonikotynowego</i>
Wzór strukturalny	
Data rozpoczęcia syntezy:	<i>02.10.2020</i>
Data zakończenia syntezy:	<i>09.10.2020</i>

1. I ETAP SYNTEZY

Równanie reakcji (wzorami, z zachowaniem stechiometrii reakcji)



Proces jednostkowy: *estryfikacja*

1a. Odczynniki i reagenty (substraty, katalizatory, rozpuszczalniki):

Proszę zapoznać się z KARTAMI CHARAKTERYSTYKI wszystkich odczynników używanych w procesie (karty charakterystyki dla odczynników są dostępne w laboratorium):

Odczynnik	Masa molowa M_w [g/mol] Gęstość d [g/cm ³] (w przypadku cieczy)	Ilość moli n	Masa m [g] lub Objętość V [cm ³] (w przypadku cieczy)
<i>Kwas izonikotynowy</i>	123.11 g/mol	0.040 mol	4.92 g
<i>Etanol bezwodny</i>	46.07 g/mol $d = 0.79$ g/cm ³	0.120 mol	5.53 g 7.00 cm ³
<i>Kwas siarkowy (VI) stężony</i>	98.07 g/mol $d = 1.84$ g/cm ³	0.010 mol	0.98 g 0.53 cm ³
<i>Tetrachlorek węgla</i>	-	-	40 cm ³
<i>Węglan sodu bezwodny</i>	-	-	ok. 9 g do pH~9

1b. Uwagi/obserwacje dotyczące wykonania preparatu

(zaobserwowane zmiany barwy roztworu/mieszaniny, wytrącanie lub rozpuszczanie się osadu, odstępstwa od przepisu. Proszę nie przepisywać przepisu !!!)

Po wkropleniu kwasu siarkowego mieszanina zmieniła barwę na żółto-pomarańczową. Ogrzewano w temp. wrzenia przez 3 h (zamiast 5 h uwzględnionych w przepisie). Po ochłodzeniu wylano mieszaninę do zlewki zawierającej ok. 70 ml wody z lodem (powstała mieszanina jasnożółtej barwy). Po stopieniu lodu, do mieszaniny dodawano powoli stały bezwodny węglan sodu do pH ok. 9, mocno mieszając - mieszanina na początku mocno się pieni. Zaobserwowano wydzielanie się oleistej warstwy na powierzchni.

Całość ekstrahowano w rozdzielaczu dwukrotnie tetrachlorkiem węgla (2 x 20 ml), połączone warstwy organiczne wysuszono nad bezwodnym siarczanem (VI) sodu. Po odsączeniu siarczanu z mieszaniny odparowano rozpuszczalnik (na wyparce). Po destylacji w kolbie pozostał olej bladej żółtej barwy. Produkt waży 4.72 g.

1c. Dane produktu

Nazwa chemiczna otrzymanego związku	<i>ester etylowy kwasu izonikotynowego</i>
Wzór sumaryczny	$C_8H_9NO_2$
Masa molowa	<i>151.17 g/mol</i>
Postać i barwa otrzymanego produktu	<i>bladżółty olej</i>
Masa otrzymanego produktu (w gramach, do drugiego miejsca po przecinku)	<i>4.72 g</i>

Obliczenie wydajności reakcji W_1 (w procentach):

W reakcji użyto 0.04 mola kwasu izonikotynowego, powstaje 0.04 mola estru etylowego.

Wydajność teoretyczna otrzymywania estru:

$$0.04 \text{ mol} * 151.17 \text{ g/mol} = 6.05 \text{ g}$$

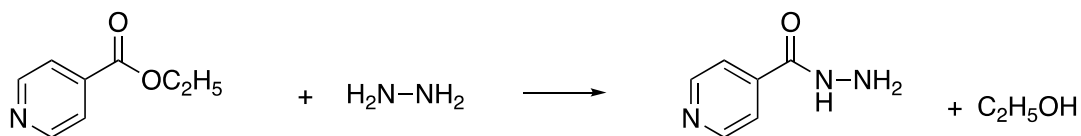
Wydajność procesu:

$$W_1 = (4.72/6.05) * 100\% = 78.02 \%$$

2. II ETAP SYNTEZY

UWAGA: Jeśli preparat jest jednoetapowy, proszę w sprawozdaniu pominąć punkty 2a-3 (nie drukować tego fragmentu) i przejść od razu do punktów 4-5!

Równanie reakcji (wzorami, z zachowaniem stechiometrii reakcji)



Proces jednostkowy: *hydrazynoliza*

2a. Odczynniki i reagenty (substraty, katalizatory, rozpuszczalniki):

Odczynnik	Masa molowa M_w [g/mol] Gęstość d [g/cm ³] (w przypadku cieczy)	Ilość moli n	Masa m [g] lub Objętość V [cm ³] (w przypadku cieczy)
<i>ester etylowy kwasu izonikotynowego</i>	151.17 g/mol $d = 1.01 \text{ g/cm}^3$	0.020 mol	3.02 g 2.99 cm ³
<i>wodzian hydrazyny 60% (60% roztwór wodny hydrazyny)</i>	32.05 g/mol $d = 1.03 \text{ g/cm}^3$	0.060 mol	3.21 g 3.11 cm ³
<i>metanol</i>	-	-	10 cm ³ + 50 cm ³

2b. Uwagi/obserwacje dotyczące wykonania preparatu

(zaobserwowane zmiany barwy roztworu/mieszanki, wytrącanie lub rozpuszczanie się osadu, odstępstwa od przepisu. Proszę nie przepisywać przepisu !!!)

Po 3.5 h ogrzewania estru etylowego kwasu izonikotynowego z hydrazyną zaobserwowano zanik granicy warstw w mieszaninie, wówczas reakcję przerwano a mieszaninę oziębiono w łaźni wodno-lodowej. Po dodaniu 50 ml zimnego metanolu w mieszaninie wytrącił się biały osad, który odsączono pod próżnią, przepłukano małą ilością zimnego metanolu i wysuszono. Osad waży 2.15 g.

Krystalizowano z bezwodnego metanolu. Otrzymano 1.98 g białego krystalicznego osadu.

2c. Dane produktu

Nazwa chemiczna otrzymanego związku	<i>hydrazyd kwasu izonikotynowego</i>
Wzór sumaryczny	$C_6H_7N_3O$
Masa molowa	137.14
Postać i barwa otrzymanego produktu	<i>biały krystaliczny osad</i>
Masa otrzymanego produktu (w gramach, do drugiego miejsca po przecinku)	<i>2.15 g po krystalizacji 1.98 g</i>

Obliczenie wydajności reakcji W_2 (w procentach):

W reakcji użyto 0.02 mola estru etylowego kwasu izonikotynowego, powstaje 0.02 mola hydrazynu kwasu izonikotynowego.

Wydajność teoretyczna otrzymywania hydrazynu:

$$0.02 \text{ mol} * 137.14 \text{ g/mol} = 2.74 \text{ g}$$

Wydajność procesu:

$$W_2 = (1.98/2.74) * 100\% = 72.26 \%$$

3. Wydajność końcowa syntezy (w procentach)

$$W\% = (W_1 * W_2)/100$$

$$W = (78.02 * 72.26)/100 = 56.38 \%$$

4. Ocena czystości preparatu:

Temperatura topnienia

Wartość oznaczona (zakres): 168-170 °C

Wartość literaturowa: 170-171 °C

Chromatografia cienkowarstwowa

Układ rozwijający: *metanol: stęż. amoniak 100:1.5*; detekcja UV 254 nm

$$R_f = 0.47$$

5. Komentarze/wnioski końcowe:

Otrzymany produkt końcowy jest czysty, o czym świadczy zakres zmierzonej temperatury topnienia zbliżony do wartości literaturowej oraz obecność pojedynczej plamy produktu na chromatogramie. Brak innych widocznych plam pochodzących od zanieczyszczeń.

Wydajność całego dwuetapowego procesu wynosi ok. 56%.