

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE
ZAVOD ZA ORGANSKU KEMIJU

LABORATORIJSKE VJEŽBE
KEMIJA PRIRODNIH I SINTETSKIH POLIMERA

VODITELJICE: dr. sc. Ivana Sokol, Jurja Vukovinski mag. appl. chem.



Akad. god. 2024./2025.
prosinac, 2024.

D-GLUKOSAZON

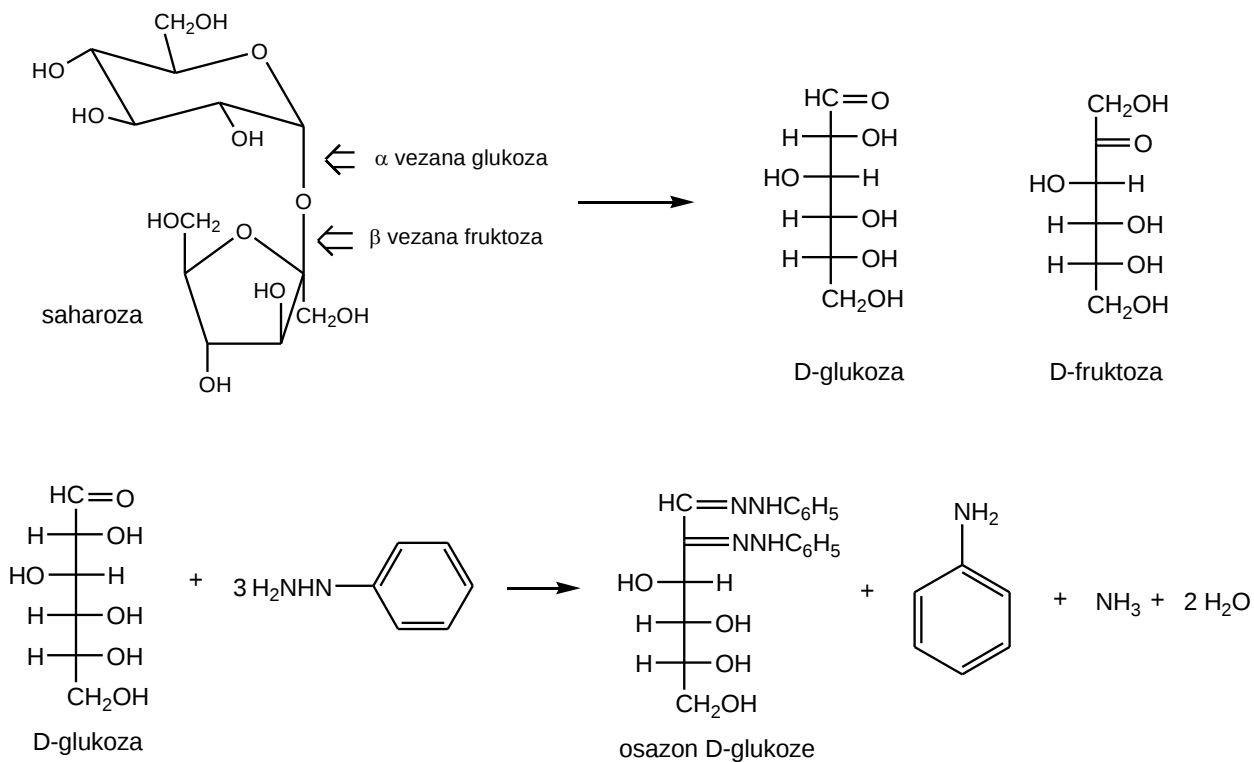
OPĆENITO O OSAZONIMA

Osazoni ili 1,2-difenilhidrazoni, karakteristični žuto obojeni spojevi, nastaju reakcijom monosaharida sa suviškom fenilhidrazina kod povišene temperature. Za razliku od tipičnih karbonilnih spojeva, po molekuli monosaharida troše se tri molekule fenilhidrazina – dva fenilhidrazonska ostatka nalazimo vezana u molekuli osazona a treća molekula reagensa prelazi u anilin ili amonijak. Osazoni nastaju također iz α -dialdehida, α -diketona, α -hidroksialdehida i α -hidroksiketona djelovanjem fenilhidrazina. Osazoni se međusobno razlikuju po talištu, obliku kristala i brzini stvaranja pa se koriste za identifikaciju šećera. Još u prošlom stoljeću, osazoni su bili prvi čvrsti derivati koji su poslužili pri proučavanju strukture šećera. Npr. na osnovi podataka da glukoza, manosa i fruktoza daju isti osazon, moglo se zaključiti da imaju istu konfiguraciju na ugljikovim atomima 3, 4 i 5. Glukoza i manosa su epimerne aldoze koje se razlikuju samo po konfiguraciji na C-2 atomu, a njihov izomer, fruktoza je 2-ketoheksosa. Osazone daju i svi reducirajući disaharidi.

Prilikom reakcije aldehida i ketona (također i nekih monosaharida) s jednim molom fenilhidrazina, nastaju odgovarajući fenilhidrazoni. Takvi spojevi redovito dobro kristaliziraju te pomoću njih možemo izlučiti željene spojeve iz smjese a koji se na drugi način ne bi mogli izolirati.

VJEŽBA 1: PRIPRAVA D-GLUKOSAZONA

Reakcijska shema:



Kemikalije:

2,0 g saharoze (0,00584 mol)

4 ml 2N sumporne kiseline

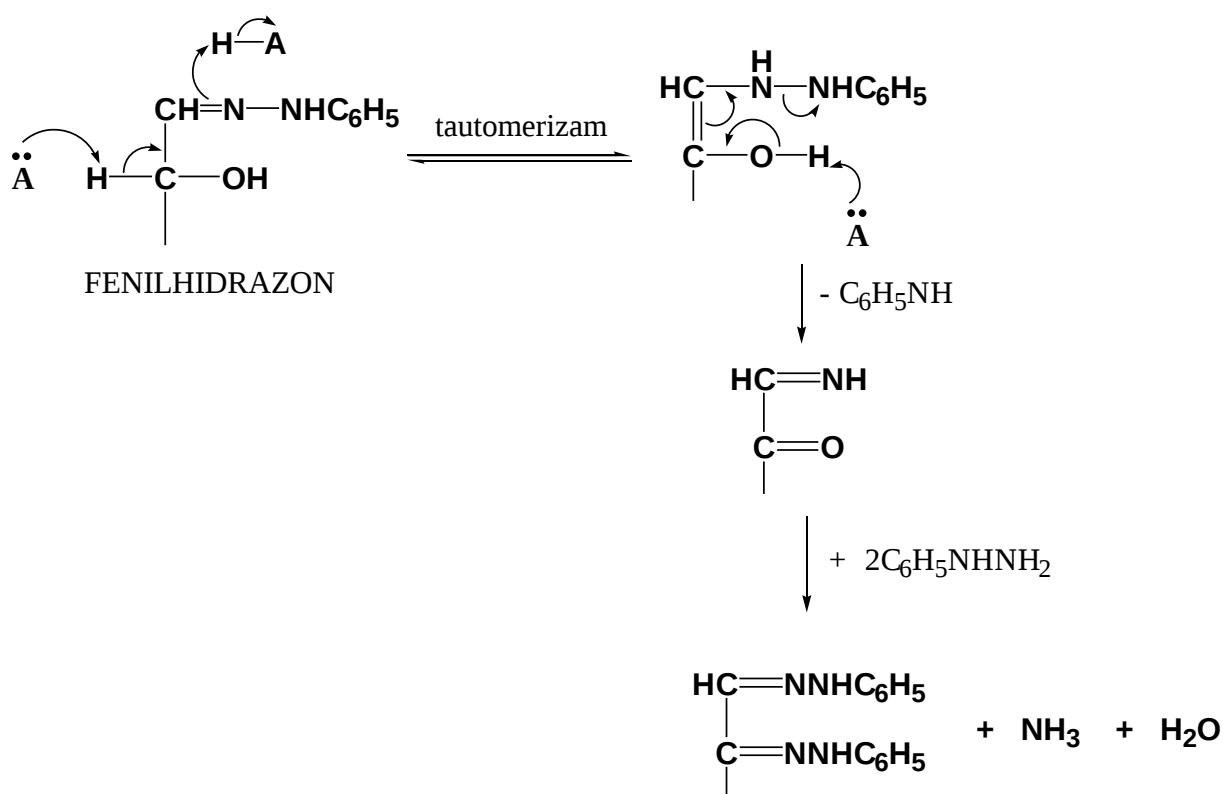
4 g natrij-acetata

20 ml otopine fenil-hidrazin-acetata (4 ml fenilhidrazina + 4 ml ledene octene kiseline + 12 ml destilirane vode)

Postupak:

U Erlenmeyer-ovoj tikvici od 250 mL se otopi 2,0 g saharoze u 60 mL destilirane vode. Bistroj otopini doda se 4 mL 2N sumporne kiseline te se tikvica pokrije sa satnim stakalcem i grije 1 sat preko vodene kupelji. Zatim se u otopinu doda 4 g natrijevog-acetata a nakon što se sve otopilo dodaje se 20 mL otopine fenilhidrazin-acetata. Reakcijska se smjesa grije 1 sat na 60 °C. Izlučeni produkt naglo se ohladi u ledenoj vodi, odflitrira preko Büchnerovog lijevka i ispere s metanolom. Dobije se žuti igličasti produkt. T.t. = 205 °C.

MEHANIZAM PRIPRAVE OSAZONA:



β -PENTAACETIL GLUKOZA

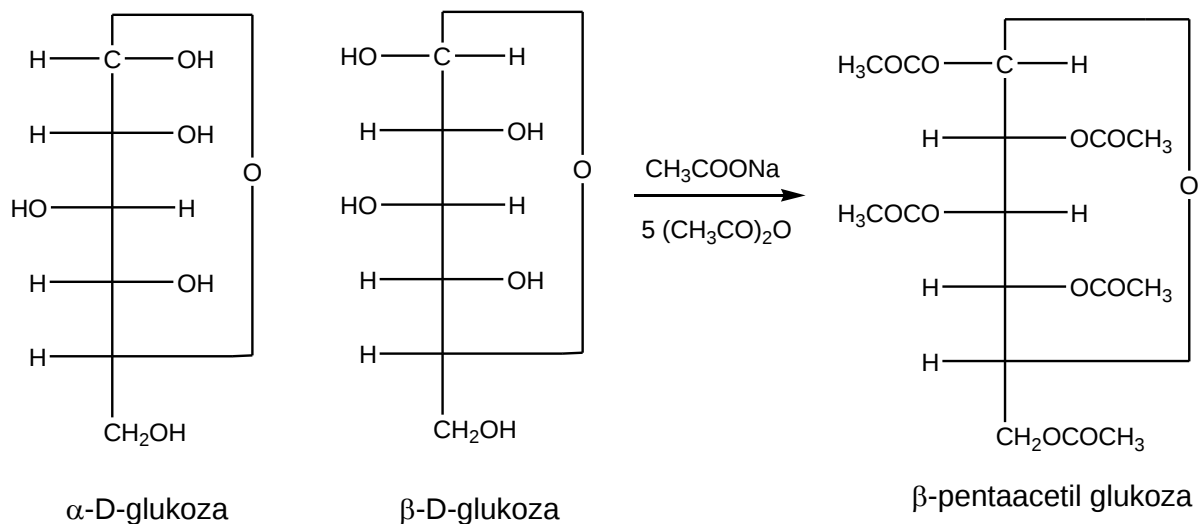
Monosaharide možemo definirati kao polioksi-aldehide i polioksi-ketone s različitim brojem OH skupina kao i različitim brojem C atoma u molekuli. Prve nazivamo aldehyd-šećerima ili **aldozama** a druge keto-šećerima ili **ketozama**.

Aldoze i ketoze se dijele prema broju kisikovih atoma na bioze, trioze, tetroze, pentoze itd. Monosaharidi koji sadrže 6 C atoma, ali samo 5 kisikovih atoma zovu se metil-pentoze ili dezoksiheksoze već prema tome na kojem C atomu nema vezanog kisika. Kako ketoza i aldoza sadrže nekoliko asimetričnih C atoma, u ovom slučaju možemo očekivati optički aktivne spojeve a broj izomera se lako odredi prema broju asimetričnih C atoma. Npr. aldoheksoze sadrže 4 asimetrična C atoma pa stoga možemo očekivati 16 optičkih izomera.

Usljed prisutnosti alkoholnih hidroksilnih skupina, monosaharidi se mogu vezati s halogenidima i anhidridima kiselina u estere dok će zamjenom vodikovih atoma sa alkilima dati etere. Djelovanjem anhidrida octene kiseline na monosaharide nastaju poliacetil derivati. Ako se glukoza grije sa suviškom anhidrida octene kiseline u prisutnosti nekog katalizatora, onda se svih 5 hidroksilnih grupa acetilira. Nastala pentaacetil glukoza može postojati u dvije izomerne forme odgovarajući α - i β -obliku same glukoze. Ako se kao katalizator upotrijebi ZnCl_2 nastaje α -pentaacetil glukoza dok upotrebom natrijevog-acetata kao katalizatora nastaje β -pentaacetil glukoza.

VJEŽBA 2: PRIPRAVA β -PENTAACETIL GLUKOZE

Reakcijska shema:



Kemikalije:

25 mL anhidrida octene kiseline

2,5 g natrijevog-acetata

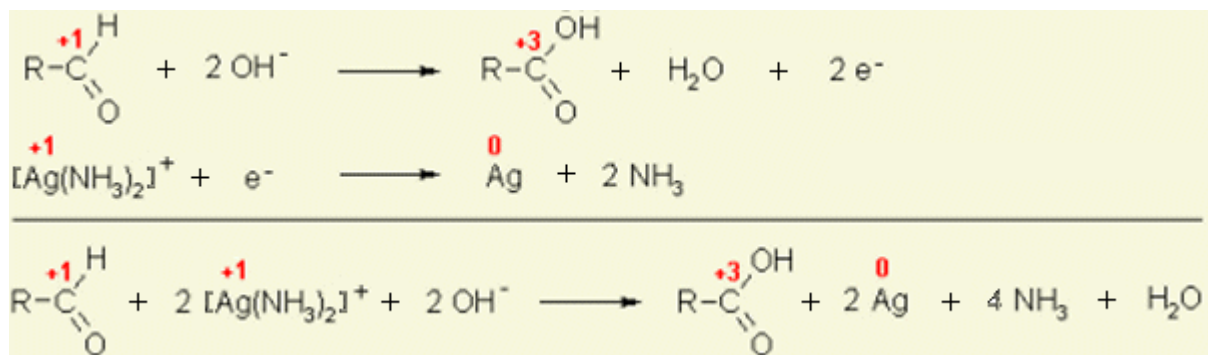
5 g glukoze

Postupak:

U Erlenmeyer-ovu tikvicu od 100 mL ulije se 25 mL anhidrida octene kiseline te se doda 2,5 g bezvodnog natrijevog-acetata. Smjesa se grije na vodenoj kupelji dok se veći dio acetata ne otopi (oko 5 minuta) te se potom dodaje 5 g glukoze u prahu. Za vrijeme dodavanja glukoze, reakcijska se smjesa povremeno mućka. Grije se 1 sat u vodenoj kupelji. Nakon završetka grijanja, reakcijska se smjesa izlije uz jako miješanje u 250 mL ledene vode. Nastali kristali se usitne i ostave stajati još pola sata u vodi. Nastali se produkt profiltrira preko Büchnerovog lijevka i dobro ispere hladnom vodom. Prekristalizira se iz metanola te se dobiju bezbojni kristali. T.t.=130-131 °C.

VJEŽBA 3: TOLLENSOV TEST

Reakcijska shema:



Kemikalije:

150 mL 0,1 M otopine AgNO_3 (2,6 g AgNO_3 otopiti u 150 mL destilirane vode)

10 ml 25%-tne otopine NH_4OH

otopina 4 g glukoze u 10 ml destilirane vode

Postupak:

U Erlenmayerovoj tikvici priredi se 150 ml 0,1 M otopine AgNO_3 . U otopinu se pažljivo ulije 5 ml 25%-tne otopine NH_4OH te promiješa. Potom se doda još 5 ml 25%-tne otopine NH_4OH i dobro promiješa. Otopina se prelije u okruglu tikvicu od 250 ml sa šlifom. Toj otopini se doda posebno priređena otopina 4 g glukoze u 10 ml destilirane vode. Reakcijska smjesa se zagrijava 4-5 minuta na 70°C uz miješanje magnetskim mješačem.

