

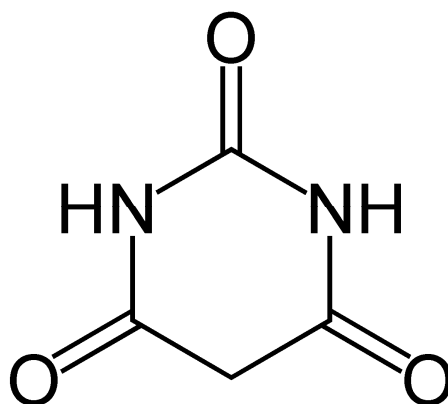


ŠOLSKI CENTER CELJE

Srednja šola za kemijo, elektrotehniko in računalništvo

SINTEZA BARBITURNE KISLINE

raziskovalna naloga



Avtor:

Matic Lešnik, K-4.a

Mentorica:

Mojca Drofenik Čerček, univ. dipl. ing. kem. teh.

Celje, 2011

KAZALO

1. POVZETEK.....	1
2. UVOD.....	2
3. TEORETIČNI DEL.....	3
3.1 NEKAJ O BARBITURATIH.....	3
3.2 LASTNOSTI BARBITURNE KISLINE.....	6
3.3 TEORETIČNE OSNOVE SINTEZE.....	8
3.3.1 REAKCIJSKI MEHANIZMI.....	8
3.4 METODE, UPORABLJENE RI SINTEZI.....	10
3.4.1 SEGREVANJE S POVRATNIM HLADILNIKOM.....	10
3.4.1.1 POMEMBNEJŠI SESTAVNI DELI APARATURE ZA SEGREVANJE S POVRATNIM HLADILNIKOM	10
3.4.2 KONCENTRIRANJE.....	12
3.4.2.1 POMEMBNEJŠI SESTAVNI DELI APARATURE ZA KONCENTRIRANJE.....	12
3.4.3 PREKRISTALIZACIJA.....	13
3.4.3.1 POMEMBNEJŠI SESTAVNI DELI APARATURE ZA PREKRISTALIZACIJO...	13
3.4.4 DOLOČANJE TALIŠČA S TALILNIM MIKROSKOPOM.....	14
3.4.5 IR SPEKTROSKOPIJA.....	16
4 PRAKTIČNI DEL.....	17
4.1 PRIPRAVA KEMIKALIJ.....	17
4.2 SINTEZA BARBITURNE KISLINE.....	18
4.3 ČIŠČENJE BARBITURNE KISLINE.....	19
4.4 IDENTIFIKACIJA PRODUKTA.....	20
4.4.1 DOLOČANJE TALIŠČA.....	20
4.4.2 IR SPEKTER.....	21
4.5 IZRAČUNAVANJE IZKORISTKA.....	23

4.6 RAZPRAVA.....	24
5. ZAKLJUČEK.....	26
6. VIRI.....	27
7. ZAHVALA.....	29

KAZALO SLIK:

Slika 1: Kapsuli seconala.....	3
Slika 2: Steklenica veronala.....	4
Slika 3: Luminal z embalažo.....	4
Slika 4: Barbiturna kislina.....	6
Slika 5: Barbiturna kislina.....	6
Slika 6: Sestavljena aparatura za segrevanje s povratnim hladilnikom.....	10
Slika 7: Bučka z okroglim dnom.....	10
Slika 8: Vrste hladilnikov.....	11
Slika 9: Hladilnik.....	11
Slika 10: Sušilna cev.....	11
Slika 11: Erlenmajerica.....	12
Slika 12: Postopek prekrystalizacije.....	13
Slika 13: Kristalizirka.....	13
Slika 14: Talilni mikroskop.....	14 in 20
Slika 15: Taljenje kristalov.....	14
Slika 16: Kristal v ravnotežju.....	15
Slika 17: Gibanje atomov v molekuli.....	16
Slika 18: Gibanje atomov v molekuli.....	16
Slika 19: Gibanje atomov v molekuli.....	16
Slika 20: Čisti natrij.....	17
Slika 21: Reakcijska zmes.....	18

Slika 22: Sušilna cev.....	18
Slika 23: Nakisan produkt.....	19
Slika 24: IR spekter sintetiziranega produkta.....	21
Slika 25: IR spekter barbiturne kisline iz knjige, ki je podana kot vir 1.....	21
Slika 26: IR spekter barbiturne kisline z internetne strani.....	22

KAZALO TABEL:

Tabela 1: Najpogostejši barbiturati.....	5
Tabela 2: Identifikacija, lastnosti in nevarnosti	7
Tabela 3: Kemikalije.....	17
Tabela 4: Kemikalije	18
Tabela 5: Kemikalije	19
Tabela 6: Temperature tališča produkta.....	20
Tabela 7: Meritve.....	23

1 POVZETEK

Naloga predstavlja organsko sintezo barbiturne kisline, čiščenje in identifikacijo produkta z določitvijo temperature tališča in infrardeče (IR) spektroskopije.

Kot zdravilo proti nespečnosti so se na trgu pojavili mnogi antidepresivi in pripomočki za spanje. Med najbolj učinkovite produkte spadajo **barbiturati**, ki priključijo spanec z znižanjem možganske aktivnosti in ostalega živčnega sistema. Barbiturati so kemijski derivati **barbiturne kisline**. Po IUPAC nomenklaturi se barbiturna kislina imenuje 2,4,6-trihidroksipirimidin, ponekod pa lahko zasledimo tudi N,N'-malonilsečnina in 4-hidroksiuracil.

2 UVOD

Namen naloge je bil izvesti organsko sintezo snovi v šolskem laboratoriju ob zavedanju, da je vedno prisotna negotovost, ki lahko ob spremembi zunanjih pogojev privede do čisto drugačnih končnih produktov. Med brskanjem po knjigah sem naletel na primer sinteze barbiturne kisline, ki je izhodiščna substanca za sintezo uspaval - barbituratov, kar je naredilo nalogo še bolj zanimivo.

Nalogo sem pričel s preučevanjem literature, praktično izvedbo sinteze in identifikacijo nastalega produkta z določitvijo temperature tališča in infrardeče spektroskopije.

Zastavil sem si naslednjo **hipotezo**:

Predpostavil sem, da bom v šolskem laboratoriju uspel sintetizirati barbiturno kislino po navodilih iz literature in jo uspešno identificiral z določitvijo temperature tališča ter IR spektroskopijo.

3 TEORETIČNI DEL

3.1 NEKAJ O BARBITURATIH

Poznamo približno 2500 sintetiziranih barbituratov. Vsi so bili klinično testirani, vendar jih je bilo na trgovske police postavljenih le približno 50. Nekaj najbolj pogostih barbituratov je naštetih v tabeli 1 in so razvrščeni glede na čas delovanja.

Na splošno velja, da dolžina stranskih verig ali prisotnost dvojnih vezi zmanjšuje čas delovanja barbituratov. Poleg tega dolžina verig zmanjšuje tudi učinek substance na živčni sistem, če preseže pet do šest ogljikovih atomov.

V polni dozi vsi barbiturati proizvedejo spanec, medtem ko v manjših dozah učinkujejo pomirjevalno. Ljudem, ki težko zaspijo, predpišejo kratko delujoče barbiturate, kot npr. seconal (slika 1), medtem ko tistim, katerih spanec je prekratek, predpišejo dolgo delujoče barbiturate, npr. veronal (slika 2). Nekateri barbiturati, kot so npr. luminal (slika 3), se v medicini uporabljajo poleg uspaval tudi kot sredstva proti epileptičnim napadom, spet drugi pa se uporabljajo kot anestetiki oz. uspavala, ki jim sledi močnejši anestetik.



Slika 1: Kapsuli seconala

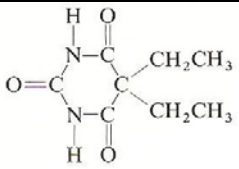
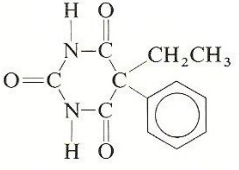
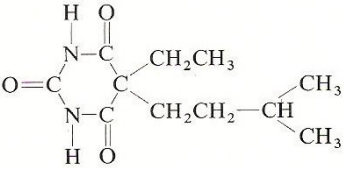
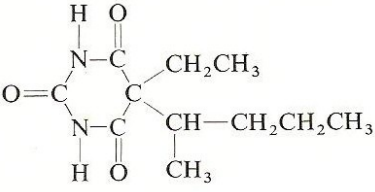
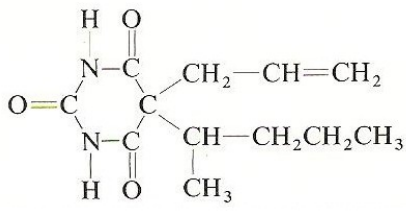


Slika 2: Steklenica veronala



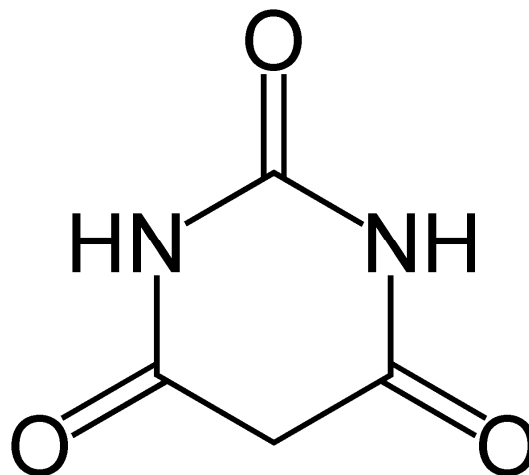
Slika 3: Luminal z embalažo

Tabela 1: Najpogostejši barbiturati.

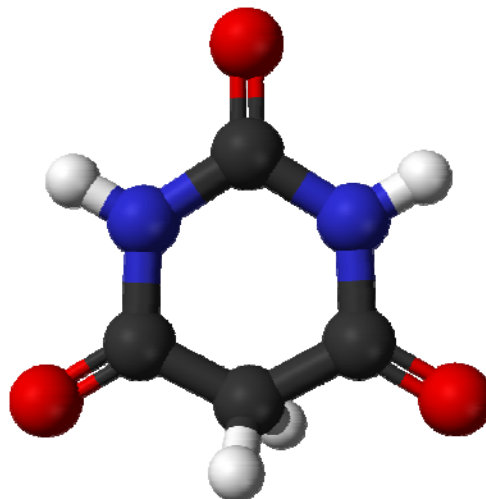
Ime spojine	Ime zdravila	Spojina	Delovanje substanc (v urah)
barbital	veronal		6 – 24
fenobarbital	luminal		6 – 24
amobarbital	amytal		5 – 12
pentobarbital	nembutal		3 – 8
secobarbital	seconal		3 – 8

3.2 LASTNOSTI BARBITURNE KISLINE

Barbiturna kislina (sliki 4 in 5) je organska spojina s pirimidinskim heterocikličnim osnovnim ogrodjem. Barbiturna kislina sama po sebi nima uspavalnega učinka, ker moramo zamenjati vodika na petem ogljikovem atomu, da dobimo zaželeni učinek, zato jo lahko sintetiziramo legalno. V tej nalogi jo bomo sintetizirali z reakcijo sečnine in dietil malonata v prisotnosti natrijevega etoksida in etanola. Je v obliki belih kristalov in je brez vonja. Dobro je topna v vodi. Odkril jo je nemški kemik Johann Friedrich Wilhelm Adolf von Baeyer 4. 12. 1864. Barbiturna kislina se uporablja tudi za sintezo riboflavina. V tabeli 2 so navedene osnovne lastnosti barbiturne kisline in njena identifikacija.



Slika 4: Barbiturna kislina.

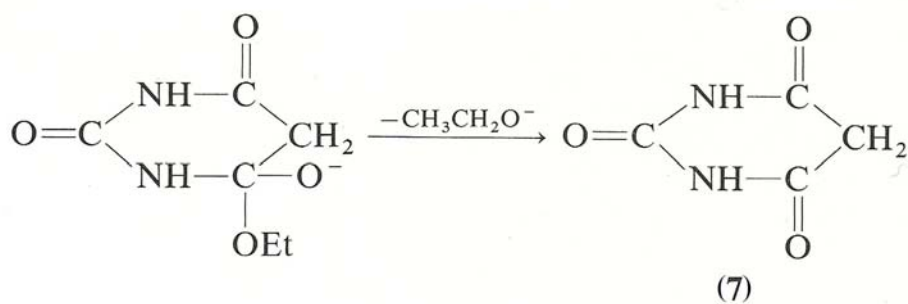
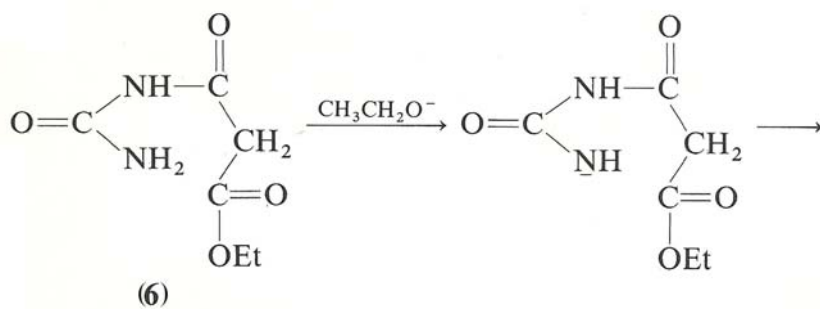


Slika 5: Model barbiturne kisline.

Tabela 2: Identifikacija, lastnosti in nevarnosti.

CAS število	67-52-7
PubChem	6211
ChemSpider	5976
UNII	WQ92Y2793G
EC število	200-658-0
KEGG	C00813
ChEMBL	CHEMBL574699
Molekulska formula	C ₄ H ₄ N ₂ O ₃
Molska masa	128,09 g mol ⁻¹
Videz	beli kristali
Tališče	245 - 250° C
Vrelišče	260° C
Topnost v vodi g/L (20° C)	142
R stavki	R36/38, R43
S stavki	S22, S26, S28

Postopek se ponovi na odpretni koncu nestabilne molekule (6), kar tvori barbiturno kislino (7) kot končni produkt.



(Vir vseh reakcij je iz David C. Eaton Laboratory investigation in organic chemistry. USA: McGraw-Hill, Inc. 1989; prevedeno iz angleščine)

3.4 METODE, UPORABLJENE PRI SINTEZI

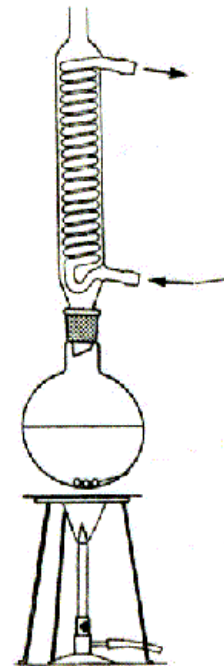
3.4.1 SEGREVANJE S POVRATNIM HLADILNIKOM

Zmes reaktantov segrevamo v bučki z okroglim dnom. Ko zavre, pare hlapnih reaktantov potujejo v povratni hladilnik, ki je nameščen vertikalno na bučko in se tam utekočinijo ter stečejo nazaj v bučko. Segrevamo določen čas, ki je potreben za sintezo, da reagirajo vsi reaktanti. Segrevanje s povratnim hladilnikom je pomembno pri sintezi, saj s tem zadržujemo vse hlapne reaktante v reakcijski zmesi. Izguba teh reaktantov bi pomenila premik reakcije v razpad produkta.

3.4.1.1 POMEMBNEJŠI SESTAVNI DELI APARATURE ZA SEGREVANJE S POVRATNIM HLADILNIKOM

Aparaturo za refluksiranje sestavljajo:

- bučka z okroglim dnom,
- povratni hladilnik,
- sušilna cev,
- stojalo s keramično mrežico.



Slika 6: Sestavljena aparatura.

Bučka z okroglim dnom

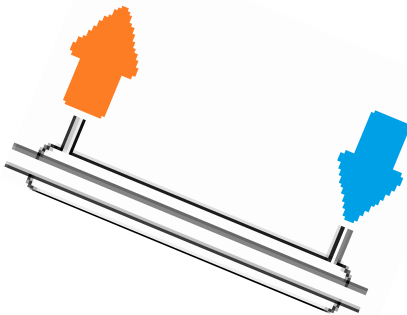
To so bučke, ki imajo sferično obliko. Uporabljajo se kot laboratorijska steklovina v kemiji in biokemiji, za segrevanje in včasih za delo pod znižanim tlaku (zaradi njihove okrogle oblike so bolj odporne proti silam, ki deluje pod znižanim tlaku in so zato manj nagnjene k imploziji). Običajno so narejene iz borovega stekla, ki je zelo odporno proti temperaturnim spremembam.



Slika 7: Bučka z okraglim dnom.

Hladilnik

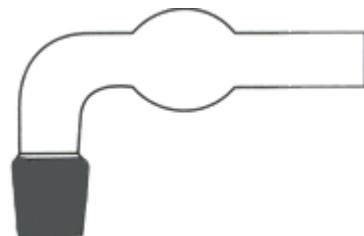
V laboratoriju se hladilnik uporablja kot kondenzator (ohlaja vroče pare) in spada pod steklovino. Ponavadi je sestavljen iz velike steklene cevi, v kateri je še ena manjša steklena cev, skozi katero potujejo vroči plini. Notranja cev ima ob koncih ponavadi obrus, na katerega lahko pritrdimo bučko, nastavek za destilacijo ali sušilno cev. Zunanja cev ima dva priključka za dovajanje in odvajanje hladilne tekočine (ponavadi voda iz pipe ali pa ohlajena zmes vode in antifreeza).



Slika 9: Hladilnik.

Sušilna cev

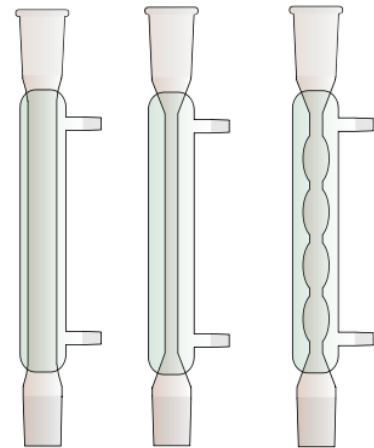
Sušilne cevi so del aparature, ki nam omogočajo prisotnost trdnih materialov (npr. CaCl_2) in s tem preprečijo, da bi se sistem kontaminiral (npr. z vlago).



Slika 10: Sušilna cev.

Stojalo s keramično mrežico

Stojalo s keramično mrežico se uporablja, da preprečimo neposredno segrevanje z ognjem.



Slika 8: Vrste hladilnikov.

3.4.2 KONCENTRIRNJE

Pri koncentriranju zvišujemo koncentracijo topjenca v raztopini, tako da odparimo tekoče topilo. To je pomemben del izvajanja sinteze, saj s tem zagotavljamo, da bo produkt izpadel v obliki kristalov.

3.4.2.1 POMEMBNEJŠI SESTAVNI DELI APARATURE ZA KONCENTRIRANJE

Aparaturo sestavljajo:

- vir toplote,
- erlenmajerica.

Erlenmajerica

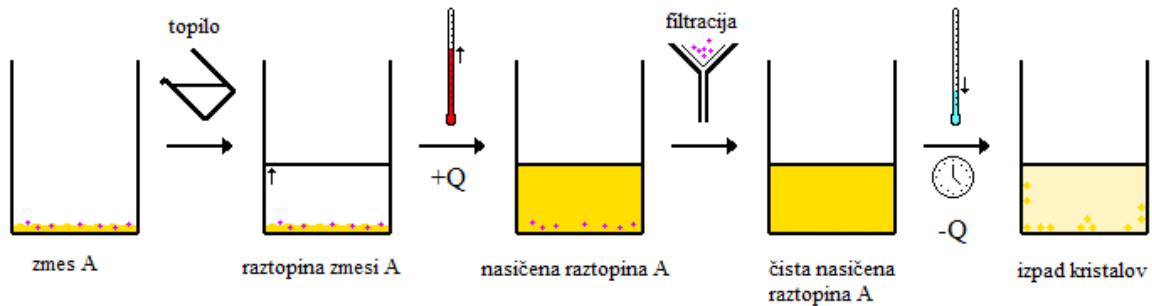
Je steklena posoda z ravnim dnom in stožčasto obliko ter cilindričnim vratom. Poimenovana je po nemškem kemiku Emil Erlenmayerju, ki jo je ustvaril leta 1861. Običajno ima na strani oznake, ki pokažejo približni volumen. Najbolj se uporablja za volumetrične titracije, ker nam omogoča mešanje, ne da bi polivali. Uporablja pa se lahko tudi za segrevanje.



Slika 11: Erlenmajerica.

3.4.3 PREKRISTALIZACIJA

Prekristalizacija je postopek čiščenja snovi. Običajno izvajamo prekristalizacijo, kadar imamo zmes A, ki vsebuje malo nečistoče B. To snov očistimo tako, da naredimo toplo nasičeno raztopino zmesi A, odstranimo nečistočo B s filtracijo in filtrat ohladimo, da izpadejo čisti kristali snovi A. Postopek je prikazan na sliki 12.



Slika 12: Postopek prekristalizacije.

3.4.3.1 POMEMBNEJŠI SESTAVNI DELI APARATURE ZA PREKRISTALIZACIJO

Aparaturo sestavljata:

- topli lij,
- kristalizirka.

Topli lij

Namen uporabe toplega lija je, da se med filtracijo filtrat ne ohladi, kar bi povzročilo izpadanje kristalov v liju. Zgrajen je iz dveh sten, med njima je grelni element in voda.

Kristalizirka

Je del steklenega inventarja, ki nam omogoča maksimalno izparevanje topila.



Slika 13: Kristalizirka.

3.4.4 DOLOČANJE TALIŠČA S TALILNIM MIKROSKOPOM

Tališče je temperatura, pri kateri sta si trdna in tekoča faza v ravnotežju pri normalnem zračnem tlaku 101.3 kPa.

S talilnim mikroskopom Olympus BX41 (slika 14) opazujemo temperaturo tališča na grelni mizici pri 100-kratni povečavi slike.

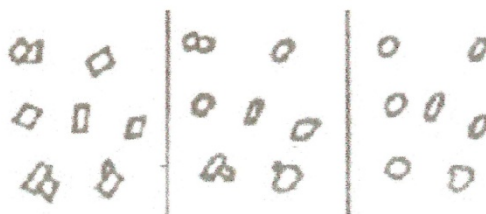


Slika 14: Talilni mikroskop Olympus BX41.

Tališče lahko določimo na dva načina:

1. Ob enakomerno naraščajoči temperaturi

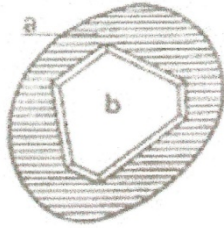
Mizico enakomerno segrevamo. Temperatura narašča. V nekem temperaturnem intervalu se snov stali. Najprej se stalijo kristalčki. Pri večjih kristalih opazimo najprej taljenje robov, končno se tvorijo kapljice taline (slika 15). Čiste snovi imajo ostro tališče ali se talijo v temperaturnem intervalu 1K.



Slika 15: Taljenje kristalčkov. Na levi so pred taljenjem, na sredini je prikazano taljenje ob robovih, na desni pa je prikazana talina.

2. V ravnotežju

S segrevanjem prenehamo, preden se snov stali. Ostanki kristalov, ki so obdani s talino (slika 16), začnejo rasti, kakor hitro temperatura nekoliko pade. Ko jih ponovno segrejmo, se zopet stalijo. Pri snoveh, ki se ne razkrajajo, lahko postopek večkrat ponovimo ter vzpostavimo ravnotežje med trdno in tekočo fazo.



Slika 16: Talina (a) in kristal (b) v ravnotežju.

3.4.5 IR SPEKTROSKOPIJA

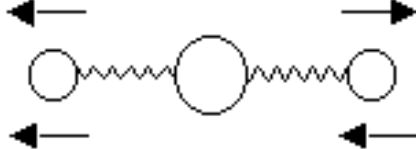
Je postopek analize produkta, pri katerem opazujemo, kako se IR svetloba absorbira na določenih funkcionalnih skupinah.

Da bi razumeli princip delovanja IR spektroskopije, si predstavljajmo atomarne vezi v molekuli kot vzmeti z utežmi na obeh koncih. Tako kot se bodo te uteži premikale levo in desno, gor in dol, potem ko napnemo vzmet, bodo nihali tudi atomi v določeni spojini. Vzmet dobi energijo za premikanje uteži od zunanjega vpliva, kot je npr. človeška roka, atomi pa zaradi absorpcije IR svetlobe, ki vzbudi atome.

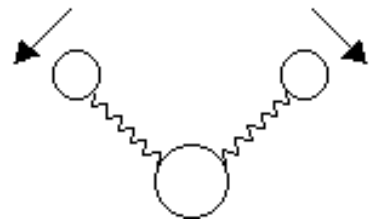
Slika 17 prikazuje vzdolžno valenčno nihanje, slika 18 simetrično vzdolžno valenčno nihanje in asimetrično vzdolžno valenčno nihanje, slika 19 pa prečno nihanje (glede na smer gibanja atomov ločimo striženje, kolebanje, zibanje).



Slika 17



Slika 18



Slika 19

Energija, ki je potrebna za raztezanje oz. ukrivljanje, niha med 2 do 11 kcal/mol. To pomeni, da je IR svetloba z valovno dolžino od 2.5 do 16 mikronov najbolj uporabna za identifikacijo funkcionalnih skupin ali posebnosti v strukturi.

4. PRAKTIČNI DEL

Pri praktičnem delu se spopadimo z dejansko sintezo. Preden se lotimo sinteze, si pripravimo kemikalije. Ko imamo pripravljene vse kemikalije, sestavimo aparaturo in izvedemo sintezo. Po končani sintezi produkt očistimo oziroma izločimo, identificiramo in izračunamo izkoristek.

4.1 PRIPRAVA KEMIKALIJ

V tabeli 3 so našete vse kemikalije, ki jih uporabimo pri sintezi.

Tabela 3: Kemikalije

Kemikalija	Opis	Opozorilni znaki	R stavki	S tavki
natrij	p.a.	F, C	14/15 34	8-43. 12-45
etanol	98 %	F	11	2, 7, 16, 46
parafinsko olje	p.a.	F	25	2, 13, 26, 29, 41

Za pripravo kemikalij uporabimo precizno tehtnico, nož, 50 mL čašo, pinceto in zaščitna sredstva.

Priprava kemikalij:

Na tehtnico postavimo 50 mL čašo, v katero dodamo parafin, in nastavimo tehtnico na ničlišče. Iz posode, v kateri je shranjen natrij, previdno vzamemo majhen košček natrija in ga postavimo na papirnato brisačo. Z nožem previdno odstranimo oksidirano površino in s pinceto prenesemo čisti natrij v čašo na tehtnici. Ta postopek ponavljamo, dokler ne dobimo 0.81 grama čistega natrija.

Pri delu z natrijem (slika 20) je potrebno biti zelo previden, ker burno reagira z vodo. Nikoli se ga ne smemo dotikati s prsti. Odpadne koščke ne zavržemo v odtok, ampak ga uničimo z alkoholom.



Slika 20: Čisti natrij.

4.2 SINTEZA BARBITURNE KISLINE

Za sintezo barbiturne kisline potrebujemo merilni valj (25 mL), bučko z okroglim dnom (100 mL), pinceto, ledeno kopel, merilni valj (5 mL), Liebigov hladilnik, pripomočke za segrevanje ter kemikalije, našteje v tabeli 4.

Tabela 4: Kemikalije, uporabljene za sintezo

Kemikalija	Opis	Opozorilni znaki	R stavki	S stavki
dietil malonat	p.a.	X	28, 36/37/38	28, 29, 36/37/39, 45
natrij	p.a.	F, C	14/15 34	8-43. 12-45
etanol	98 %	F	11	2, 7, 16, 46
sečnina	p.a.	/	/	/
CaCl ₂	p.a.	Xi	36	2, 22, 24

Izvedba sinteze:

V 100 mL bučko nalijemo 25 mL 98 % etanola. Počasi dodajamo 0.81 grama čistega natrija in pritrdimo povratni hladilnik. Ker je to eksotermna reakcija, se lahko razvije toliko toplote, da zmes zavre. Če reakcija poteka preburno, jo lahko ohladimo z ledeno kopeljo in tako upočasnimo reakcijo. Ko se ves natrij raztopi, dodamo 5,0 mL dietil malonata in toplo raztopino 1.9 grama sečnine, raztopljene v 25 mL etanola. Pred pripravo te raztopine, posušimo sečnino v sušilniku pri 105 - 110° C. Na vrh hladilnika pritrdimo sušilno cev s CaCl₂ in zmes segrevamo približno 3. Segrevanje lahko izvajamo v več kot enem laboratorijskem terminu. Na sliki 21 in 22 so prikazani deli aparature za sintezo.



Slika 21: Reakcijska zmes.



Slika 22: Sušilna cev.

4.3 ČIŠČENJE BARBITURNE KISLINE

Za čiščenje produkta uporabimo merilni valj (50 mL), erlenmajerico (150 mL), merilni valj (5 mL), električni grelec, ledeno kopel, Büchnerjev lij, presesalno bučko, vodno črpalko, kristalizirko, čašo (50 mL), topli lij, filtrirni papir, sušilnik, eksikator, pinceto, urno steklo in koncentrirano klorovodikovo kislino (tabela 5)

Tabela 5: Lastnosti koncentrirane HCl

Kemikalija	Opis	Opozorilni znaki	R stavki	S tavki
HCl	Conc.	T, C, N	34, 37	1/2, 26, 45

Postopek čiščenja:

Po segrevanju vlijemo zmes v erlenmajerico, v kateri je 30 mL mrzle vode. To raztopino previdno nakisamo s 4 mL koncentrirane klorovodikove kisline (slika 23). Pri tem se motna zmes zbistri. Nato raztopino skoncentriramo na vroči plošči do približno 30 mL in jo ohladimo v ledeni kopeli. Pri tem se izločijo kristali, ki jih ločimo s filtracijo pod znižanim tlakom. Te kristale nato prekristaliziramo in očiščene sušimo v sušilniku pri 100 - 110° C štiri ure, ker vsebuje sintetizirana barbiturna kislina kristalno vezano vodo: $C_4H_4N_2O_3 \cdot 2H_2O$.



Slika 23: Nakisan produkt.

4.4 IDENTIFIKACIJA PRODUKTA

Produkt identificiramo na dva načina: z določanjem tališča in z IR spektroskopijo.

4.4.1 DOLOČANJE TALIŠČA

Tališče določimo s pomočjo talilnega mikroskopa (slika 14)



Postopek določanja:

1. Vzorec dobro uprašimo v terilnici.
2. Napravo postavimo na stabilno podlago.
3. Vključimo napravo.
4. Na grelno mizico postavimo vzorec, ki je pokrit med dvema stekelcema.
5. Privijemo varovalno steklo.
6. Izostrimo sliko.
7. Nastavimo maksimalno temperaturo in temperaturni interval
8. Pričnemo s segrevanjem in opazujemo izbrani kristal.

Slika 14: Talilni mikroskop Olympus BX41.

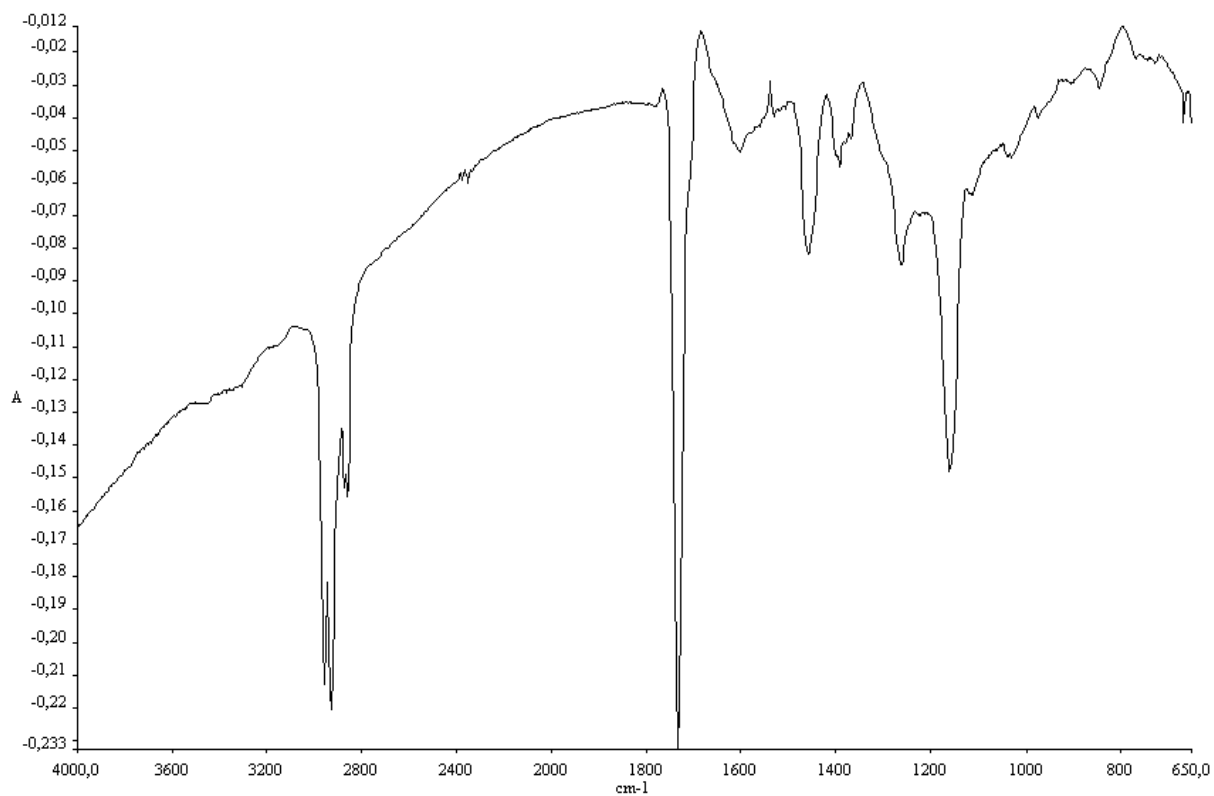
Izmerjene temperature tališča so zbrane v tabeli 6.

Tabela 6: Temperature tališča produkta.

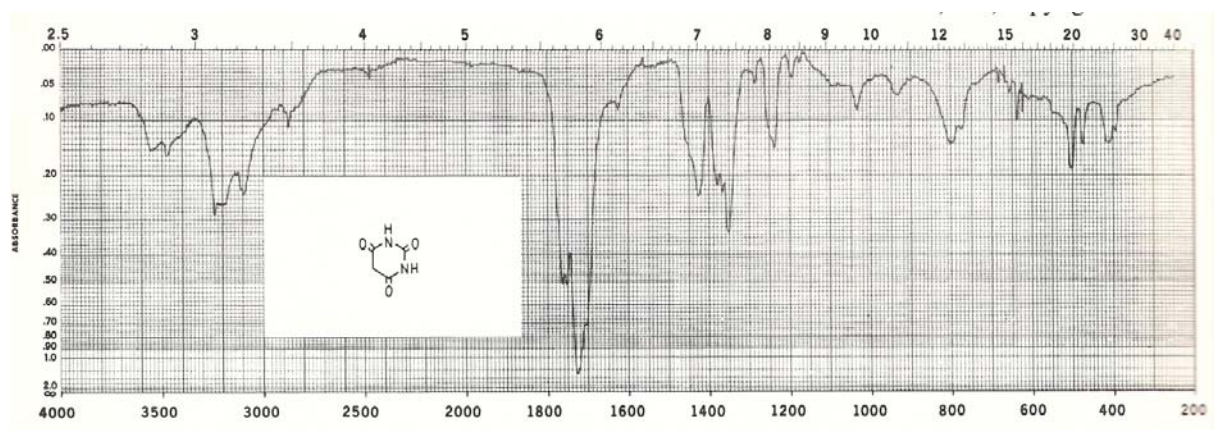
Paralelka	Začetek taljenja (° C)	Popolna talina (° C)
1	249.9	251.2
2	250.1	251.0
3	249.3	250.1

4.4.2 IR SPEKTROSKOPIJA

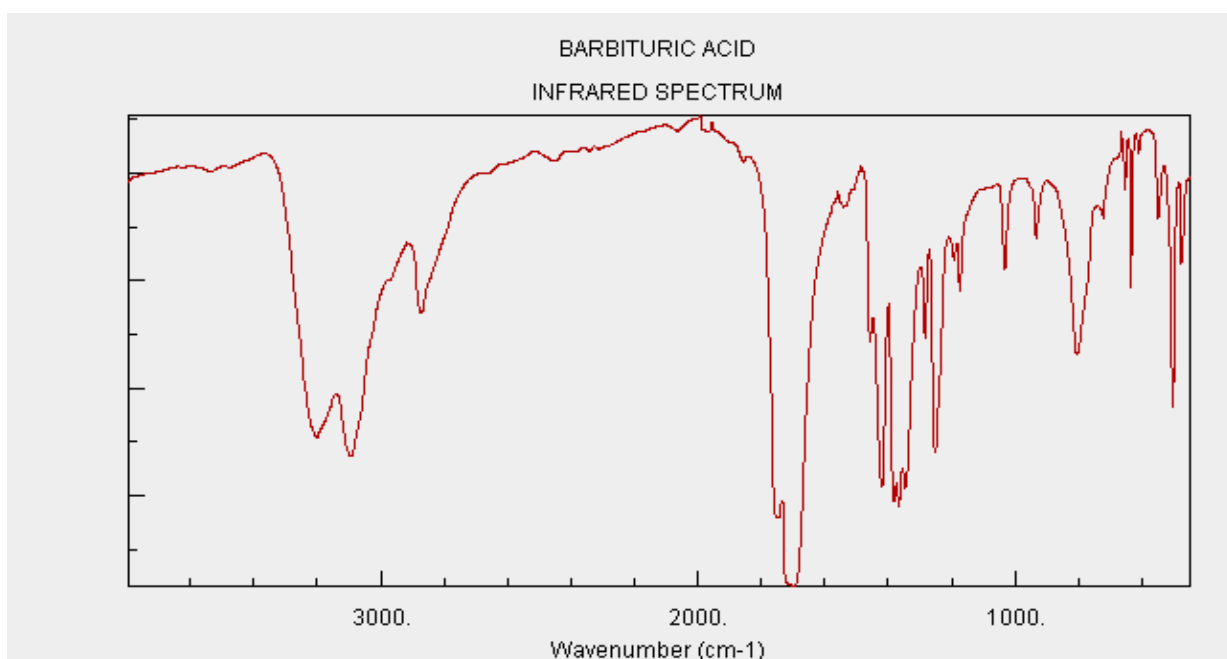
Pri tej metodi primerjamo IR spekter sintetizirane barbiturne kisline z IR spektri standardnih vzorcev te kisline, dobljenih iz literature.



Slika 24: IR spekter sinteznega produkta.



Slika 25: IR spekter barbiturne kisline iz knjige, ki je podana kot vir 1.



Slika 26: IR spekter barbiturne kisline z internetne strani.

Komentar grafov:

Vsi trije grafi imajo izrazite upade pri valovni dolžini ≈ 1750 , $\approx 3000 - 3100$ in $\approx 1200 - 1400$.

4.5 IZRAČUNAVANJE IZKORISTKA

Za izračun izkoristka potrebujemo praktično maso produkta, ki jo dobimo tako, da maso urnega stekla s filtrirnim papirjem odštejemo od mase urnega stekla s filtrirnim papirjem in dobro posušenim produktom.

Tabela 7: Meritve mas

	Masa (g)
Urno steklo + filtrirni papir	44.2201
Urno steklo + filtrirni papir + produkt	45.2836
Produkt	1.0635

Za izračun izkoristka sinteze potrebujemo še teoretično maso, ki jo izračunamo s stehiometričnimi izračuni.

Stehiometrijsko razmerje med množino sečnine in množino barbiturne kisline je enako ena, kar pomeni, da iz enega mola sečnine dobimo en mol barbiturne kisline.

$$\begin{aligned} m(\text{barbiturna kislina teoretično}) &= \left(\frac{m(\text{sečnine})}{M(\text{sečnine})} \right) * M(\text{barbiturna kislina}) \\ &= \left(\frac{1.9 \text{ g}}{60.06 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \right) * 128.09 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 4.1 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\eta = \left(\frac{m(\text{barbiturna kislina praktično})}{m(\text{barbiturna kislina teoretično})} \right) * 100 \% = \left(\frac{1.1 \text{ g}}{4.1 \text{ g}} \right) * 100 \% = 26.8 \%$$

Rezultat: Izkoristek sinteze je 26.8 %.

4.6 RAZPRAVA

Sinteza se je pričela z rezanjem natrija. To je bilo kar nevarno delo, vsi so bili zaskrbljeni, profesorji in laboranti so spremljali vsak moj gib. Postopek je trajal kar dolgo, verjetno zaradi vseh varnostnih postopkov, ki sem jih moral upoštevati. Po dolgotrajnem odstranjevanju oksidirane plasti natrijeve kovine sem lahko pričel s sintezo. Kar takoj je nastopil prvi problem, in to je, kako spraviti koščke natrija v reakcijsko zmes. V knjigi piše da jo moramo dodajati skozi hladilnik, a to je praktično nemogoče, saj je kovina obdana s plastjo olja in se zaradi tega oprijema sten hladilnika. Zato smo po dolgotrajni konzultaciji sklenili, da ga bomo dodajali kar skozi odprtino bučke in nato namestili hladilnik. Raztapljanje kovine v etanolu je potekalo brez problemov, zmes sem moral samo malo ohladiti.

Ko se je ves natrij raztopil, sem dodal preostala reagenta (dietil malonat in raztopino sečnine), pri čemur se je sprostila meglica, ki ni bila omenjena v literaturi. Sprva sem mislil, da pomeni kaj slabega, a ker sem upošteval vse postopke, sem se odločil, da bom nadaljeval s sintezo. Tako sem pričel segrevati reakcijsko zmes. Kmalu po začetku segrevanja se je zmes zgostila in postala motna. Zmes je vrela nekaj ur.

Po končanem kuhanju je sledilo čiščenje produkta. Prvi problem, na katerega sem naletel pri čiščenju, je bilo spraviti produkt iz bučke v erlenmajerico, saj je bila zmes zelo gosta in viskozna. Po utrujajočem spiranjem sem nakisal produkt, vse je potekalo po načrtu. Zmes se je spremenila iz goste, motne, jogurtu podobne snovi v prozorno rumenkasto raztopino, ki sem jo nato skoncentriral. Po koncentriranju sem erlenmajerico ohladil v ledeni kopeli, a se iz nje ni izločil kristalni produkt. Zato sem postavil erlenmajerico v omaro, kjer je čakala teden dni. Po kratkem »počitku« so se izločili kristali, ki sem jih nato odnučiral in prekrystaliziral. Po prekrystalizaciji sem dal produkt sušiti v sušilnik. Filtrni papir, s katerim sem odnučiral produkt, je bil pred sušenjem popolnoma bel, nato pa je dobil rumenkasto-rjavo barvo, kar je pomenilo prisotnost nečistoč v produktu. Zato sem postopek ponovil, a se je papir obarval enako.

Ko se je produkt posušil in ohladil, sem ga stehal in izračunal izkoristek. Ker je to organska sinteza in ima svoje ravnotežje, je izkoristek nizek. Lahko bi bil mnogo višji, če postopka prekrystalizacije ne bi ponovil dvakrat, pri čemur je prišlo do izgube produkta.

Za tehtanju je sledila identifikacija produkta. Ta proces sem naredil v dveh fazah, z določanjem tališča in IR spektrom. Z določanjem tališča sem dobil ustrezno tališče barbiturne kisline, zato sklepam, da je produkt pravilni. Vendar je med postopkom prišlo do kar nekaj težav. Kristali niso bili dobro vidni, saj niso prepuščali svetlobe, kar je otežilo proces zaznavanja sprememb na strukturi kristala. Poleg tega pa se je pojavil tudi problem v temperaturnem intervalu med 190° C in 200° C, saj so takrat »veliki« kristali popokali in iz njih se je pojavila meglica, ki je še bolj otežila opazovanje. Natančnejše opazovanje te meglice je pokazalo, da je sestavljena iz mnogih prosojnih kockastih kristalov, ki imajo tališče pri enaki temperaturi kot veliki temni kristali. Zaradi tega sem želel potrditi identiteto produkta še z dodatno analizo, z NMR ali IR spektroskopijo. Ker NMR spektroskopija v Celju ni bila na voljo, sem uporabil IR spektroskopijo. S primerjavo spektrov, ki sem jih

dobil, in ostalih dveh grafov, sklepam, da je snov, ki sem jo sintetiziral, res barbiturna kislina. Precej izrazit je pik pri $1700 - 1800 \text{ cm}^{-1}$, kar je posledica $\text{C}=\text{O}$ skupine in barbiturna kislina ima kar tri.

S povzetkom vseh zgoraj naštetih dejstev sklepam, da mi je sinteza in identifikacija barbiturne kisline uspela in s tem v celoti potrjujem na začetku postavljeno hipotezo.

5. ZAKLJUČEK

V raziskovalni nalogi sem želel preučiti primer sinteze organske spojine in jo tudi izvesti v šolskem laboratoriju. Pri tem sem spoznal, da se sinteza na »papirju« v marsičem razlikuje od praktične izvedbe: delal sem z nevarnimi kemikalijami, pri čemer sem moral biti še posebej pazljiv, potrebno je bilo natančno tehtati, odmerjati volumne, vzdrževati vrenje točno določen čas in podobno... Ugotovil sem tudi, da je izkoristek sinteze precej nizek, kar je verjetno posledica nedokončane reakcije in izgub pri izolaciji in čiščenju produkta. Tudi pri identifikaciji produkta z določitvijo tališča se je zapletlo in znova sem ugotovil, da je določanje tališča standardnim substancami, ki jih dobimo za vajo v šoli, dosti lažje kot pri praktično dobljenemu produktu. Pri nalogi sem se pa srečal tudi s področjem, ki sem ga poznal samo teoretično – z infrardečo spektroskopijo in ugotovil, da gre za hitro in zanesljivo metodo identifikacije spojine.

Kljub nekaterim težavam lahko potrdim v začetku postavljeno hipotezo, in sicer, da mi bo v šolskem laboratoriju uspelo sintetizirati barbiturno kislino po navodilih iz literature in jo tudi identificirati z določitvijo temperature tališča ter IR spektroskopijo.

6 VIRI IN LITERATURA

Literatura:

1. David C. Eaton, Laboratory investigation in organic chemistry. USA: McGraw-Hill, Inc. 1989.
2. Jelka Sodja Božič, Vaje iz instrumentalne analize. Trzin: Izolit, 1998.
3. Jelka Sodja Božič, Laboratorijska tehnika. Ljubljana: DZS, 1986.
4. Jelka Sodja Božič, Marko Klasinc. Analizna kemija, fizikalno-kemijska analiza. Ljubljana: Zavod Republike Slovenije za šolstvo, 1997.
5. <http://www.kii.ntf.uni-lj.si/keminfo/proj/ro03m/ir.htm>
6. <http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C67527&Mask=80#IR-Spec>
7. <http://www.kii.ntf.uni-lj.si/keminfo/proj/ro03m/ir.htm>
8. <http://www.erowid.org/chemicals/barbiturates/barbiturates.shtml>

Slike:

Slika 1: <http://www.justice.gov/dea/photos/depressants/seconal100mg.jpg>

Slika 2: <http://www.sciencemuseum.org.uk/hommedia.ashx?id=8628&size=Large>

Slika 3: <http://www.drugs-expert.com/luminal-phenobarbital/>

Slika 4: http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/6/67/Barbituric_acid.png

Slika 5: <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/b2/Barbituric-acid-3D-balls.png>

Slika 6: <http://eskola.chem.pmf.hr/projekti1.php3?sif=74>

Slika 7: http://www.ask.com/wiki/Laboratory_flask

Slika 8: http://en.wikipedia.org/wiki/Condenser_%28laboratory%29

Slika 9: http://en.wikipedia.org/wiki/Condenser_%28laboratory%29

Slika 10: <http://labsglassware.in/drying-tube.php>

Slika 11: http://www.osbos.si/e-kemija/e-gradivo/1-sklop/laboratorijski_pribor.html

Slika 12: http://en.wikipedia.org/wiki/Recrystallization_%28chemistry%29

Slika 13: <http://www.amazon.com/Fisherbrand%C2%AE-150MM-PYREX-CRYSTALLIZING-DISH/dp/B001D8OK40>

Slika 14:

https://engineering.purdue.edu/MSE/Research/Facilities/Microstructural/Optical_Microscopy.html

Slika 15: Jelka Sodja Božič, Marko Klasinc, Analizna kemija, fizikalno-kemijska analiza. Ljubljana: Zavod Republike Slovenije za šolstvo, 1997.

Slika 16: Jelka Jelka Sodja Božič, Marko Klasinc, Analizna kemija, fizikalno-kemijska analiza. Ljubljana: Zavod Republike Slovenije za šolstvo, 1997.

Slika 17: <http://www.kii.ntf.uni-lj.si/keminfo/proj/ro03m/ir.htm>

Slika 18: <http://www.kii.ntf.uni-lj.si/keminfo/proj/ro03m/ir.htm>

Slika 19: <http://www.kii.ntf.uni-lj.si/keminfo/proj/ro03m/ir.htm>

Slika 20:

<http://materialsworld.utep.edu/Courses/Courses%20Designed/Polymer,%20Biodegradable,%20Food%20Packaging%20Course/chemical%20bonding.htm>

Slike 20 - 24: lasten vir.

Slika 25: David C. Eaton, Laboratory investigation in organic chemistry. USA: McGraw-Hill, Inc. 1989.

Slika 26: <http://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C67527&Type=IR-SPEC&Index=0#IR-SPEC>

Tabele:

Tabela 1: David C. Eaton, Laboratory investigation in organic chemistry. USA: McGraw-Hill, Inc. 1989.

Tabele 2 - 7: lastno izdelane

7 ZAHVALA

Zahvaljujem se podjetju AERO, ki mi je omogočilo analizo produkta z IR spektroskopijo, še posebej ge. Smiljani Predolac-Milosav, ge. Andreji Tkalec za lektoriranje in strokovnem osebju šolskega centra Celje.