



ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI

FAKULTA PEDAGOGICKÁ

KATEDRA CHEMIE

**DUSÍKATÉ DERIVÁTY OLEANANOVÉHO TYPU**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Aneta Formánková**

*Přírodovědná studia, obor Chemie se zaměřením na vzdělávání*

Vedoucí práce: Doc. Mgr. Václav Ríchnr, CSc.

**Plzeň, 2015**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a zdrojů informací.

V Plzni 30. června 2015

.....

vlastnoruční podpis

### **Poděkování**

Na tomto místě bych ráda poděkovala svému vedoucímu práce Doc. Mgr. Václavu Richtrovi, CSc., za jeho odborné vedení a trpělivost při psání této práce.

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
Fakulta pedagogická  
Akademický rok: 2013/2014

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Aneta FORMÁNKOVÁ**  
Osobní číslo: **P12B0021P**  
Studijní program: **B1001 Přírodovědná studia**  
Studijní obor: **Chemie se zaměřením na vzdělávání**  
Název tématu: **Dusíkaté deriváty oleananového typu**  
Zadávací katedra: **Katedra chemie**

### Zásady pro vypracování:

1. Nastudovat teorii přípravy oximů a jejich reakcí.
2. Izolovat betulin z březové kůry.
3. Připravit allobetulin a provést jeho oxidaci.
4. Provést reakce směřující k dusíkatým derivátům oleananového typu.

Rozsah grafických prací:  
Rozsah pracovní zprávy: 40 stran  
Forma zpracování bakalářské práce: tištěná  
Seznam odborné literatury:

Richtr V.: Semimikrotechnika v organické chemii. Pedagogická fakulta ZČU v Plzni, 1993.


Kvíčala J.: Laboratorní technika organické chemie. VŠCHT, Praha 1998.

Večeřa M., Panchartek J.: Laboratorní příručka organické chemie. Organická syntéza v otázkách a odpovědích. SNTL, Praha 1987.

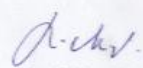
Vedoucí bakalářské práce: Doc. Mgr. Václav Richtr, CSc.  
Katedra chemie

Datum zadání bakalářské práce: 15. června 2014

Termín odevzdání bakalářské práce: 30. června 2015

  
Doc. PaedDr. Jana Coufalová, CSc.  
děkanka



  
Doc. Mgr. Václav Richtr, CSc.  
vedoucí katedry

V Plzni dne 15. června 2014

## OBSAH

<b>1 ÚVOD</b> .....	<b>1</b>
<b>2 TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>2</b>
<b>2.1. Terpeny</b> .....	<b>2</b>
2.1.1. Triterpeny.....	3
2.1.1.1. Vybrané typy triterpenů .....	4
<b>2.2. Oximy a jejich reakce</b> .....	<b>5</b>
2.2.1. Oximy.....	5
2.2.2. Základní vymezení oximů v oblasti dusíkatých derivátů.....	6
2.2.2.1. Příprava karbonylových sloučenin.....	7
2.2.2.2. Příprava acylhalogenidů.....	9
2.2.2.3. Příprava amidů .....	9
2.2.2.4. Příprava aminů .....	10
2.2.2.5. Příprava nitrilů .....	11
2.2.2.6. Příprava nitrosloučenin .....	12
2.2.3. Reakce oximů.....	13
2.2.3.1. Beckmannův přesmyk I. řádu .....	13
2.2.3.2. Beckmannův přesmyk II. řádu .....	15
2.2.4. Příprava oximů.....	16
2.2.4.1. Adice hydroxylaminu na aldehyd a keton.....	16
2.2.4.2. Oxidace alifatických aminů .....	17
2.2.4.3. Nitroso-oxim tautomerie .....	17
2.2.4.4. Nitrosace .....	17
2.2.4.5. Redukce nitronových kyselin.....	18
2.2.4.6. Nitrosace nitrosloučenin .....	18
2.2.4.7. Redukce alifatických nitrosloučenin na oximy.....	18

2.2.4.8. Rozklad dusíkatých esterů .....	19
<b>2.3. Příprava výchozích sloučenin .....</b>	<b>19</b>
2.3.1. Získání betulinu.....	19
2.3.2. Příprava allobetulinu .....	20
2.3.3. Příprava allobetulonu .....	21
2.3.4. Příprava oximu allobetulonu .....	21
<b>2.4. Metody práce .....</b>	<b>22</b>
2.4.1. Extrakce .....	22
2.4.2. Krystalizace.....	23
2.4.3. Chromatografie .....	24
2.4.3.1. Tenkovrstvá chromatografie /TLC/ .....	25
2.4.4. Zhotovení balónku .....	26
2.4.5. Stanovení teploty tání.....	27
<b>3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....</b>	<b>29</b>
<b>3.1. Tenkovrstvá chromatografie.....</b>	<b>29</b>
<b>3.2. Extrakce březové kůry.....</b>	<b>29</b>
<b>3.3. Příprava allobetulin-formiátu.....</b>	<b>30</b>
<b>3.4. Příprava allobetulinu .....</b>	<b>30</b>
<b>3.5. Příprava allobetulonu .....</b>	<b>31</b>
<b>3.6. Příprava oximu allobetulonu .....</b>	<b>33</b>
<b>4 ZÁVĚR.....</b>	<b>34</b>
<b>5 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....</b>	<b>35</b>
<b>6 RESUMÉ.....</b>	<b>37</b>



# 1 ÚVOD

Chemie terpenoidních sloučenin tvoří vysoce specializovanou rozsáhlou oblast organické chemie. Triterpeny jsou v přírodě zastoupené řadou velmi rozšířených sloučenin, ale i sloučeninami méně obvyklými. K těm nejrozšířenějším patří například betulin, izolovaný z březové kůry. Protože v minulém období na katedře organické chemie Přírodovědecké fakulty UK v Praze bylo triterpenoidním látkám věnováno mnoho úsilí<sup>1</sup> stala se izolace betulinu součástí laboratorních cvičení v základním praktiku z organické chemie. Na katedře chemie FPE ZČU v Plzni je tomu obdobně.

Téma této práce je velmi široké. Jak je patrné z obsahu, práce se věnuje řadě souvisejících i okrajových problémů, které mohou být využity i v následující etapě.

## 2 TEORETICKÁ ČÁST

### 2.1. Terpeny

Terpeny patří společně se steroidy do skupiny isoprenoidů. Jsou to látky lipidového charakteru s velmi rozmanitou strukturou. Mezi terpeny řadíme uhlovodíky, ale i jejich deriváty jako alkoholy, aldehydy, ketony, karboxylové kyseliny.

Dosud známe více než 30 000 terpenoidů.<sup>2</sup> Tyto významné přírodní látky mohou být rostlinného i živočišného původu.

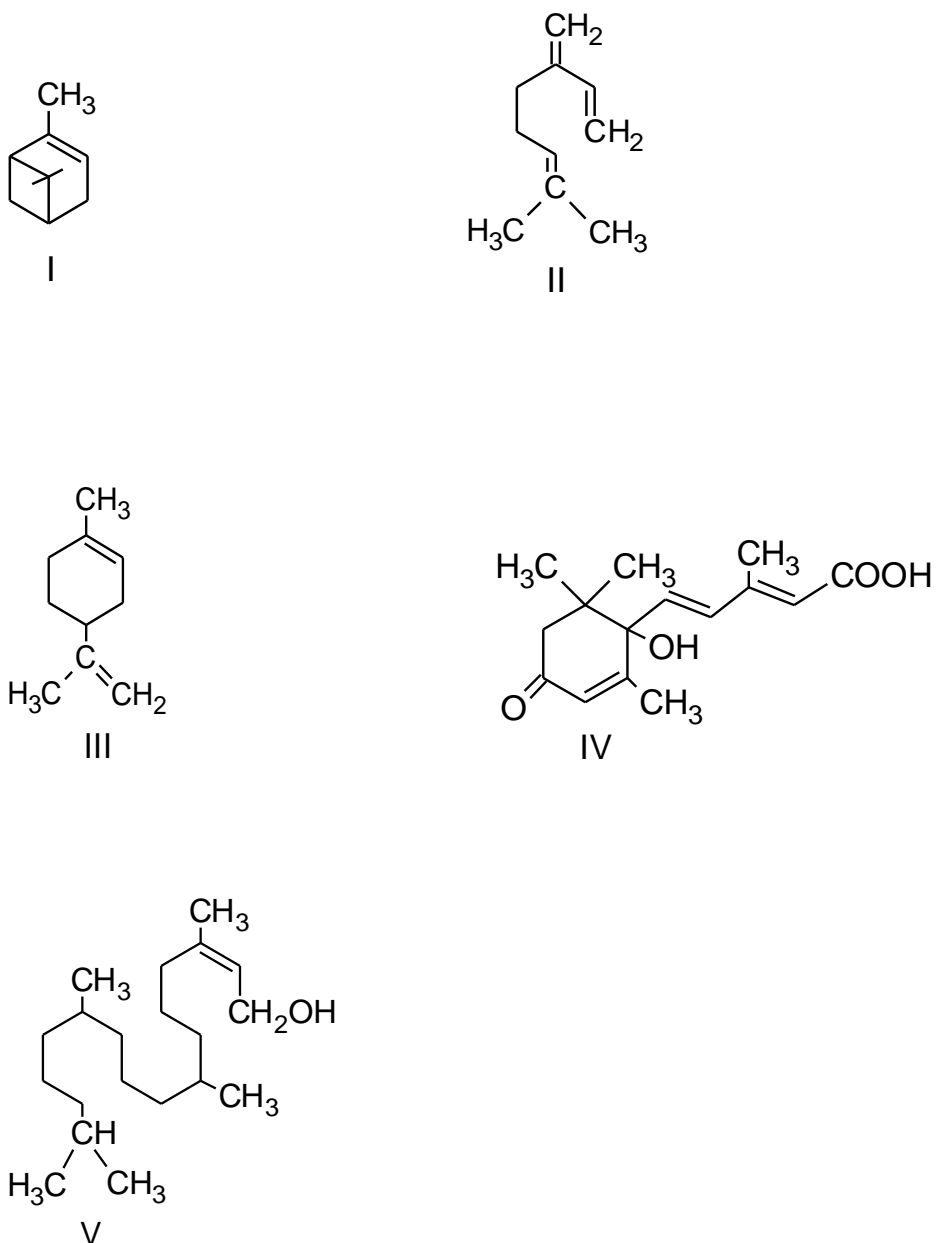
Základním stavebním kamenem terpenů je isopren (2-methyl-but-1,3-dien). Isoprenové jednotky se skládají podle jednoduchého isoprenového pravidla formulovaného Leopoldem Ruzickou v pořadí hlava-pata.<sup>3</sup> Jako hlava bývá označen první atom uhlíku a naopak jako pata čtvrtý atom uhlíku. Podle počtu isoprenových jednotek klasifikujeme terpeny do jednotlivých podskupin.

Tabulka 1 **Klasifikace terpenů** <sup>4</sup>

Název	Počet isoprenových jednotek	Celkový počet atomů
Monoterpeny	2	10
Seskviterpeny	3	15
Diterpeny	4	20
Triterpeny	6	30
Tetraterpeny	8	40
Polyterpeny	n	4n

Nízkomolekulární terpeny jsou obvykle vonné látky, tzv. etherické oleje, které jsou získávány destilací rostlinných těl vodní parou. Zajímavou silicí je například  $\alpha$ - pinen (I). Tento monoterpen je součástí terpentýnového oleje (borovicová silice). Neméně známým monoterpen je myrcen (II), vyskytující se ve vavřínové silici limonen (III), obsažený v citrusových plodech. Mezi seskviterpeny obsahující tři isoprenové jednotky patří kyselina abscisová (IV), odpovědná za stárnutí a opadávání listů. Známým diterpenem je fytol (V), acyklický alkohol, který je součástí chlorofylu.

Nižší terpeny, obsahující méně isoprenových jednotek, tvoří podstatnou složku esenciálních olejů a pryskyřic. Vyšší terpeny jako triterpeny a tetraterpeny mají formu tuhých látek.

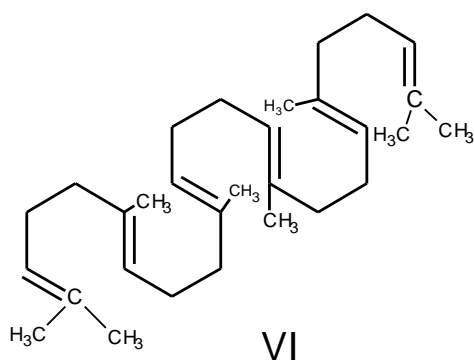


### 2.1.1. Triterpeny

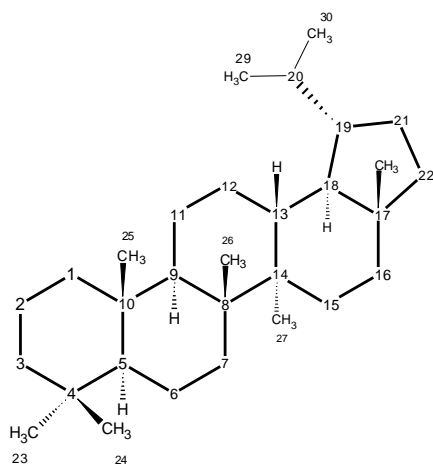
Triterpeny hrají v živých organismech velmi důležitou roli. Jsou tvořeny z třiceti vázaných atomů uhlíku. Mohou mít alifatickou, tricyklickou, tetracyklickou a pentacyklickou strukturu. Triterpeny mohou být rostlinného, ale i živočišného původu.

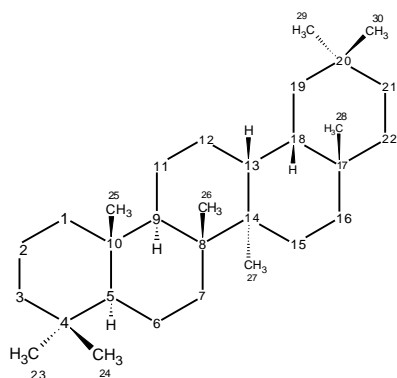
Biologickou aktivitou triterpenů získávají rostliny speciální vlastnosti např. antimikrobiální, protizánětlivé a další. Některé jsou využitelné i pro člověka. Příkladem jsou deriváty kyseliny betulinové s anti-HIV a protivirovými účinky.<sup>2</sup>

Velmi zajímavým triterpenem živočišného původu je zajisté ambrein. Ambrein je součástí pravé ambry vylučované vorvanem a je velmi ceněným v parfumerii. Dalším triterpenem živočišného původu je skvalen (VI), vyskytující se ve značném množství v žraločích játrech, ale i v menším množství v orgánech jiných živočichů.

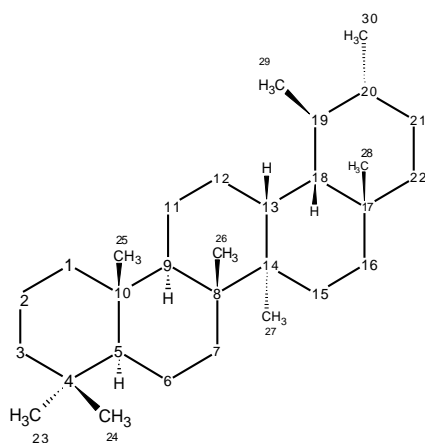


### 2.1.1.1. Vybrané typy triterpenů





**Oleanan**



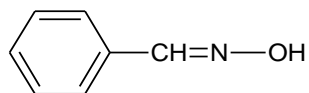
**Ursan**

## 2.2. Oximy a jejich reakce

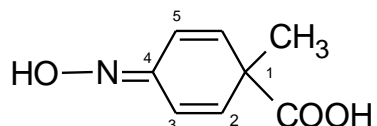
### 2.2.1. Oximy

Oximy jsou sloučeniny s obecným vzorcem  $R-CH=NOH$  a  $RR'C=NOH$ . Podle umístění funkční skupiny se dělí na aldoximy a ketoximy. Funkční skupinový název oximu lze jednoduše vytvořit připojením skupinového názvu *oxim* k názvu aldehydu  $RCHO$  nebo ketonu  $RR'C=O$ . Substituční název se získá přidáním předpony *hydroxyimino-* k názvu základního hydridu.<sup>5</sup>

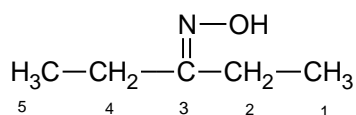
Příklady názvosloví:



benzaldehyd-oxim



4-(hydroxyimino)-1-methylcyclohexa-2,5,-dien-1-karboxylová kyselina

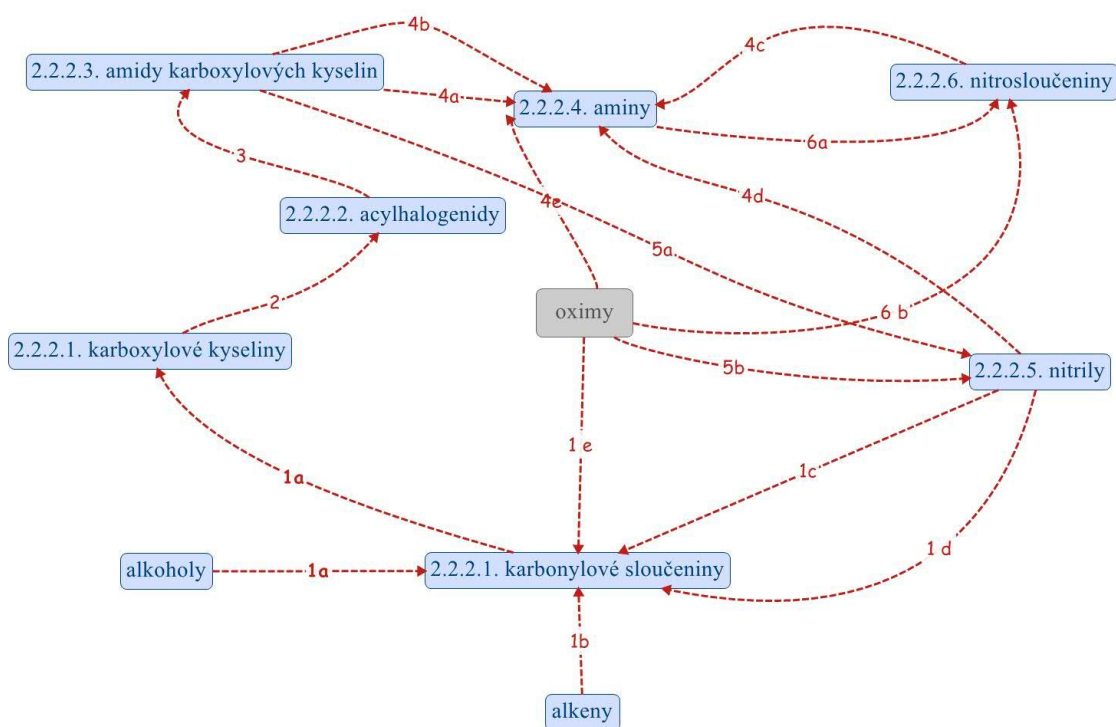


pentan-3-on-oxim

### 2.2.2. Základní vymezení oximů v oblasti dusíkatých derivátů

Dusíkaté deriváty tvoří velmi rozsáhlý a ucelený systém sloučenin, které jsou spolu vzájemně propojeny. (Obr. 1)

Přeměny dusíkatých derivátů vychází z jednoduchých sloučenin. Oxidací alkoholů či ozonolýzou alkenů jsou získány karbonylové sloučeniny, které jsou dále převedeny na dusíkaté deriváty. V následujícím přehledu uvádím základní vztahy mezi dusíkatými sloučeninami členěných do jednotlivých podkapitol 2.2.2.1., 2.2.2.2., 2.2.2.3., 2.2.2.4., 2.2.2.5., 2.2.2.6..



Obr. 1 Schéma vztahů dusíkatých sloučenin

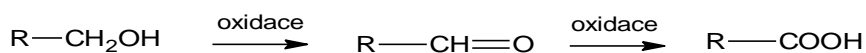
### 2.2.2.1. Příprava karboxylových sloučenin

#### 1a Oxidace alkoholů<sup>3,4,6</sup>

V závislosti na struktuře alkoholu a na použitém činidle jsou alkoholy oxidovány na aldehydy, ketony či karboxylové kyseliny.

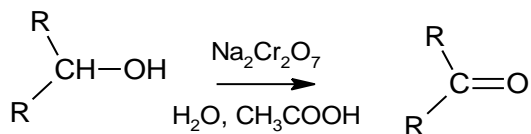
Oxidace je uskutečnitelná řadou rozmanitých činidel jako např. dichromanem sodným, manganistanem draselným či oxidem chromovým. Primární alkoholy se oxidují na aldehydy, sekundární na ketony a terciární alkoholy jsou vůči oxidaci za normálních podmínek stálé.

Oxidací primárních alkoholů vznikají aldehydy, které se často oxidují až na karboxylové kyseliny.



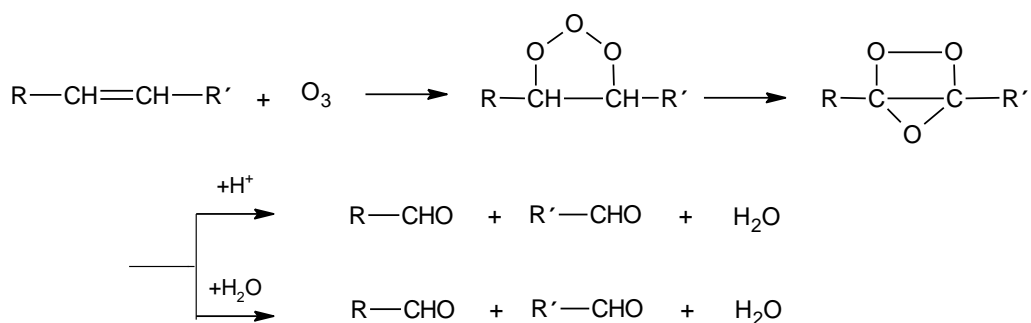
K přípravě aldehydů se často užívá pyridinium-chlorochromát (PCC). Přípravuje se přidáním pyridinu k roztoku oxidu chromového ve zředěné chlorovodíkové kyselině. Oxidace se provádí obvykle v rozpouštědle dichlormethanu.<sup>3,6</sup>

Sekundární alkoholy jsou oxidovány na ketony, které jsou vůči další oxidaci poměrně odolné.



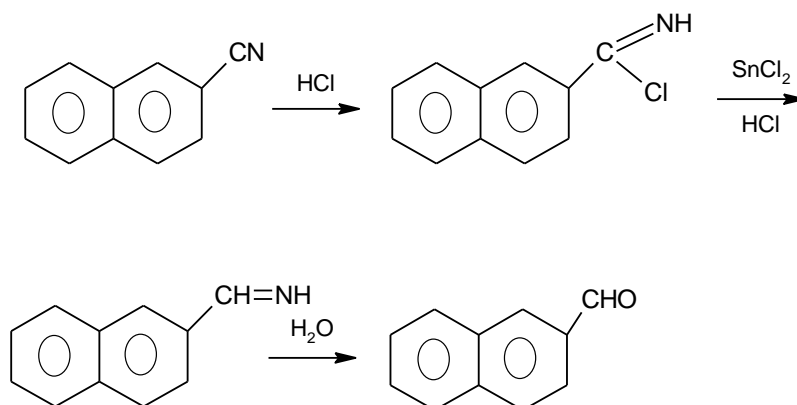
### 1b Ozonolýza <sup>4,6,7</sup>

Nejpoužívanějším činidlem při štěpení dvojné vazby je ozon. Adicí ozonu na alken vzniká meziprodukt molozonid, který se ihned přesmykuje na ozonid. Ozonidy s nízkou molekulovou hmotností jsou výbušné, a proto nejsou obvykle izolovány. Hydrolýzou či hydrogenací jsou ozonidy převedeny na karbonylové sloučeniny.



### 1c Syntéza z nitrilů <sup>7</sup>

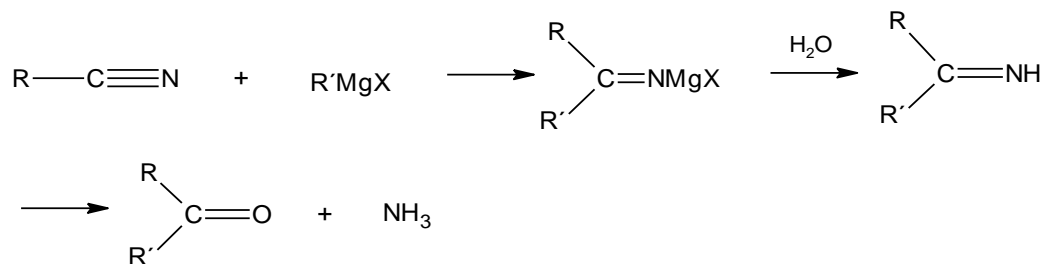
Aldehydy lze připravit z nitrilů kyselin působením chloridu cínatého a bezvodého chlorovodíku v prostředí suchého diethyletheru.





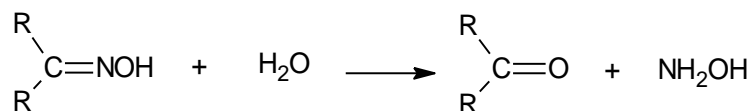
### 1d Reakce nitrilů s Grignardovým činidlem<sup>7</sup>

Další možností přípravy ketonů je reakce nitrilů s Grignardovým činidlem.



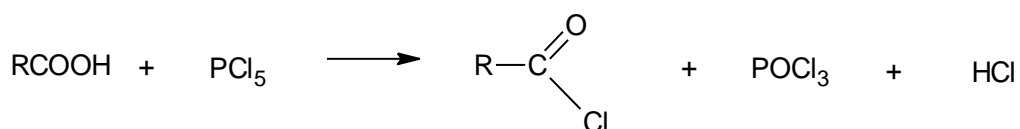
### 1e Hydrolýza oximů<sup>6,7</sup>

Zahříváním oximu se zředěnou minerální kyselinou je oxim převeden na aldehyd či keton.



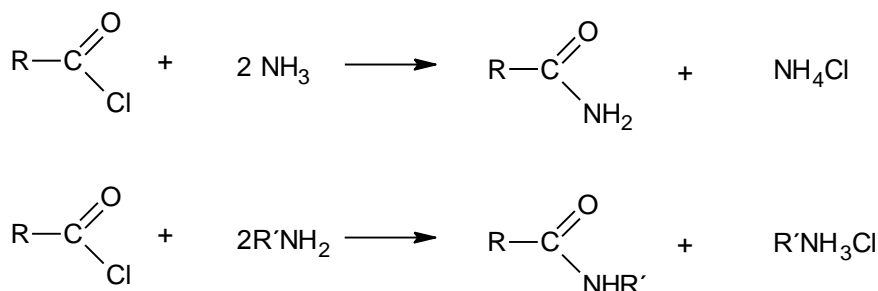
### 2.2.2.2. Příprava acylhalogenidů<sup>3,6,8</sup>

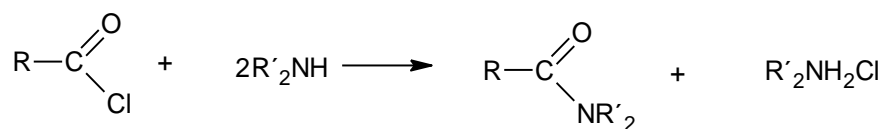
Acylhalogenidy jsou reaktivní sloučeniny často využívané jako acylační činidla. Lze je připravit zahříváním kyselin s příslušnými anorganickými halogenidy jako např.  $\text{PCl}_5$ ,  $\text{PCl}_3$ ,  $\text{SOCl}_2$ .



### 2.2.2.3. Příprava amidů<sup>3,4,6,7,8</sup>

Acylchloridy reagují s amoniakem a aminy velmi rychle. K reakci lze použít primární a sekundární aminy, ale nikoliv aminy terciární.

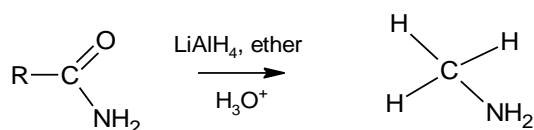




#### 2.2.2.4. Příprava aminů

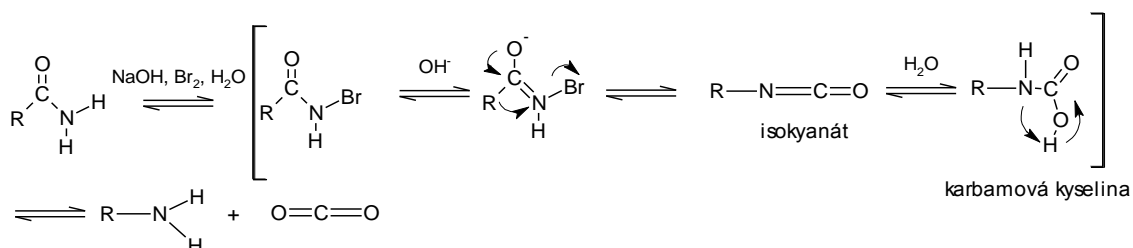
##### 4a Redukce amidů kyselin<sup>3,8,9</sup>

Působením silných hydridových činidel jako  $\text{LiAlH}_4$ ,  $\text{B}_2\text{H}_6$ ,  $\text{AlH}_3$ , dochází k redukci amidů na aminy.



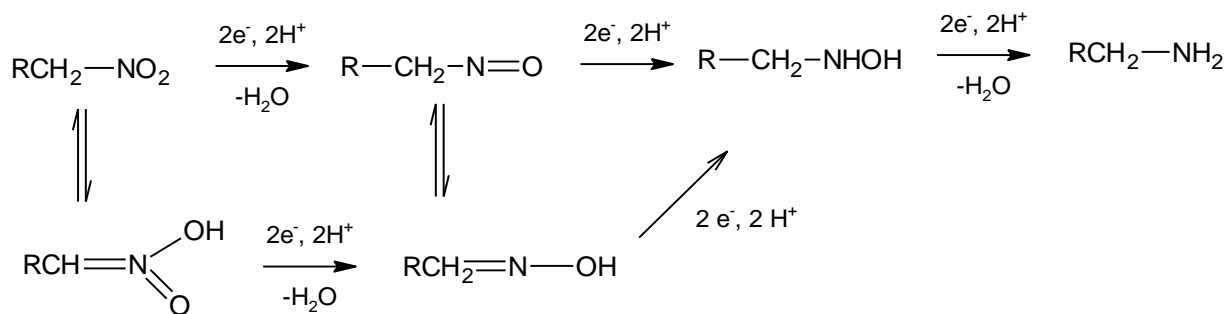
##### 4b Hoffmannovo odbourávání amidů<sup>3,6,7</sup>

Hoffmannovým odbouráváním primárních amidů alkalickými roztoky chlornanu (bromnanu) je vytvořen amin s uhlíkatým řetězcem kratším o jeden atom uhlíku.



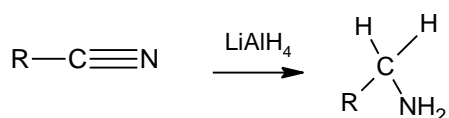
##### 4c Redukce nitroskupiny<sup>3,6</sup>

Úplnou redukcí nitroskupiny je získána aminoskupina. Přeměna může probíhat postupně. Nejprve přes nitrosoderiváty, které dále redukcí poskytují hydroxylamin. Nakonec je hydrogenolýzou hydroxylové skupiny vytvořen amin.



Redukce nitroskupiny probíhá katalytickou hydrogenací RaNi, Pd/C, LiAlH<sub>4</sub> na aminy.

#### 4d Redukce nitrilů<sup>3</sup>



#### 4e Redukce oximů<sup>6</sup>

Oximy jsou redukovány na primární aminy. Redukce lze uskutečnit katalytickou hydrogenací či pomocí hydridových činidel.



Příklady některých podmínek reakce:<sup>6</sup>

H<sub>2</sub>, RaNi, 0,1-0,3 MPa, EtOH, 25 °C      90 %

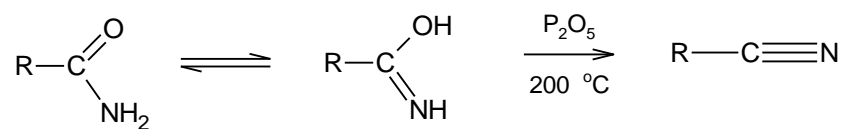
N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O, RaNi, 25 °C      65 %

LiAlH<sub>4</sub>, Et<sub>2</sub>O, reflux      71 %

### 2.2.2.5. Příprava nitrilů

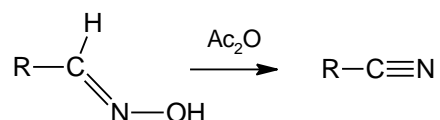
#### 5a Dehydratace primárních amidů kyselin<sup>3,6,8,9</sup>

Dehydratací amidů kyselin jsou získány nitrily v dobrých výtěžcích. K dehydrataci jsou vhodná dehydratační činidla jako např. SOCl<sub>2</sub>, PCl<sub>5</sub>, POCl<sub>3</sub>, COCl<sub>2</sub> a další.



### 5b Dehydratace aldoximů <sup>6</sup>

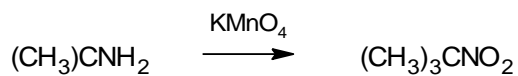
Také aldoximy podléhají dehydrataci na nitrily. Nejběžnějším dehydratačním činidlem je anhydrid kyseliny octové.



## 2.2.2.6. Příprava nitrosloúčenin

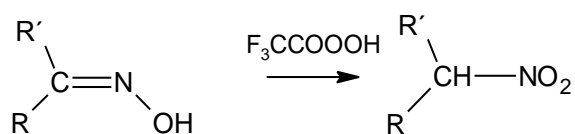
### 6a Oxidace aminů <sup>7</sup>

Primární aminy bez  $\alpha$ -vodíku poskytují oxidací nitroalkany.



### 6b Oxidace oximů <sup>6</sup>

Reakce probíhá za přítomnosti silných oxidačních činidel. Jako činidlo je často využívaná kyselina trifluorperoxyoctová.



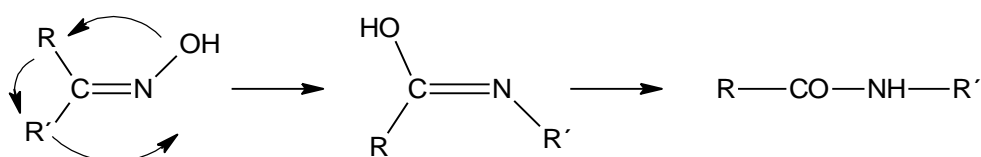
## 2.2.3. Reakce oximů

### 2.2.3.1. Beckmannův přesmyk I. řádu

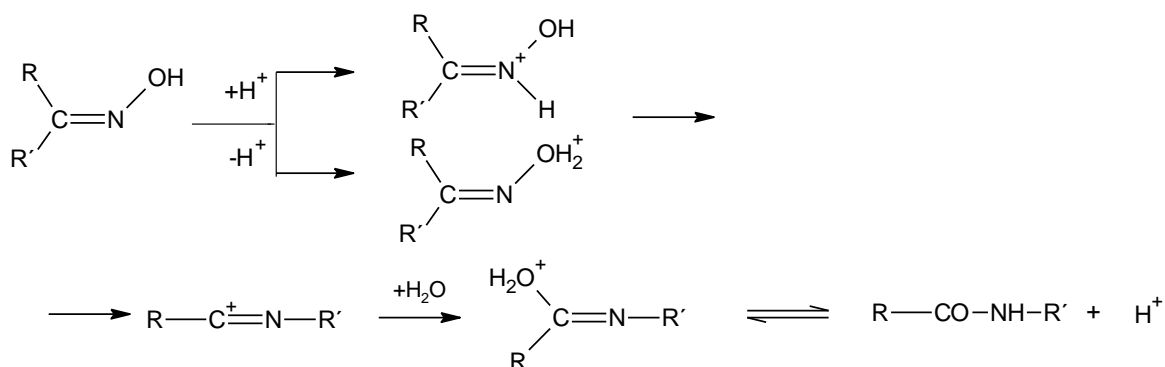
Beckmannovým přesmykem se zabývá řada autorů.<sup>6,7,10,11</sup>

Působením silných bezvodých minerálních kyselin a některých kyselých reagujících činidel jako např. HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, PCl<sub>5</sub> na oximy ketonů dochází k přesmyku oximů na substituované amidy kyselin.

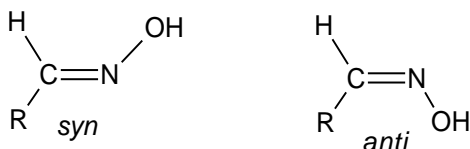
Obecná reakce:



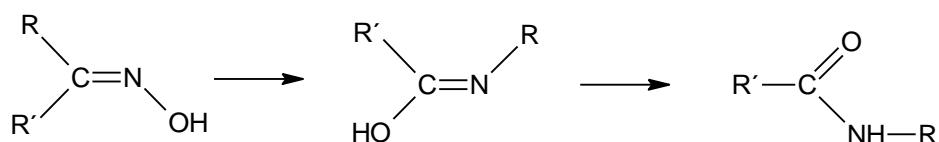
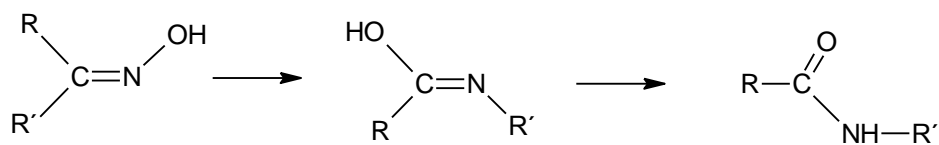
Průběh přesmyku je ovlivněn zvolenými podmínkami. V protickém prostředí dochází nejprve k protonizaci oximu. Protonizace probíhá na dusíku. Vzniklý kation se dále izomeruje na kation s protonem na kyslíku. Díky silné polarizaci vazby N-O je kation nestabilní a ztrácí molekulu vody. Současně s odštěpením vody dojde k přesmyku jednoho ze substituentů společně s vazebnými elektrony na kladně nabitý dusíkatý atom. Reakce je ukončena adicí vody za vzniku příslušného amidu kyseliny.



Beckmannův přesmyk probíhá prostorově. Oximy se vyskytují ve dvou geometrických formách jako konfigurační izomery *syn* a *anti*.



Přesouvá se vždy ten substituent, který je v poloze *anti* k hydroxylové skupině.



To platí pouze tehdy, pokud je možné jednotlivé geometrické izomery oximů samostatně izolovat a pokud se vzájemně neizomerují během samotné reakce. Tam, kde je izomerace *syn*-formy a *anti*-formy vzájemná, je výsledkem přesmyku směs dvou izomerních amidů.

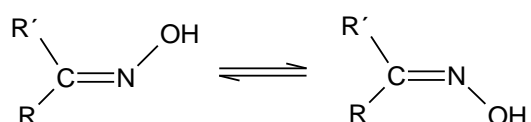
#### BECKMANNŮV PŘESMYK ALDEHYDŮ

Beckmannovým přesmykem aldoxidů je získán alkyformamid (ze *syn*-aldoxidů) nebo amid kyseliny (z *anti*-aldoxidů). Tvorba N-alkylformamidů není příliš častá. Za mírných podmínek dochází většinou k tvorbě nitrilů nebo amidů kyselin.

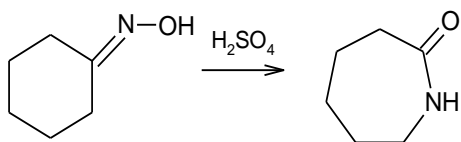
U aromatických aldehydů se získávají často příslušné substituované benzamidy nebo benzonitrily.

#### BECKMANNŮV PŘESMYK KETONŮ

Vliv izomerie *syn*- a *anti*- se projevuje také i u nesymetrických ketonů. Přesouvá se vždy alkylový zbytek s delším řetězcem.



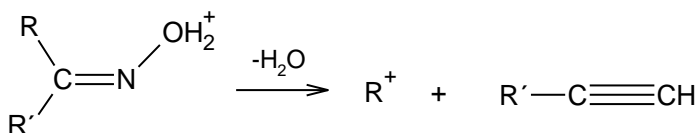
Beckmannův přesmyk oximů cyklických ketonů je důležitý k výrobě laktamů  $\omega$ -aminokyselin. Z průmyslového hlediska má značný význam přesmyk oximu cyklohexanonu, při němž vzniká kaprolaktam. Kaprolaktam je základní surovinou k výrobě Nylonu 6. Tato reakce probíhá s výbornými výtěžky.



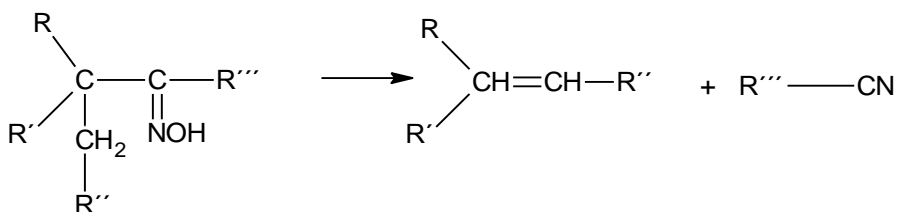
### 2.2.3.2. Beckmannův přesmyk II. řádu

Velmi odlišně je veden Beckmannův přesmyk u oximů ketonů, které mají v blízkosti karbonylové skupiny substituenty, jež se lehce odštěpují jako kationty. Tato reakce se nazývá Beckmannův přesmyk druhého řádu nebo také Beckmannovo štěpení.

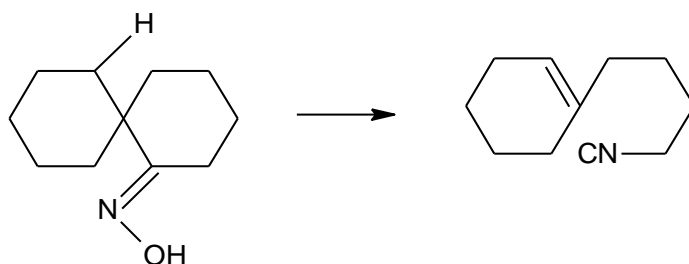
Reakce probíhá u oximů  $\alpha$ -amino-,  $\alpha$ -hydroxy-,  $\alpha$ -imino- a  $\alpha$ -karboxyketonů za vzniku nitrilů.



Beckmannovo štěpení se objevuje také u oximů  $\alpha$ -alkylketonů a  $\alpha$ -arylketonů, obzvláště nemají-li  $C_{(2)}$  žádný vodík:



Během štěpení oximů bicyklických ketonů dochází k otevření kruhu:

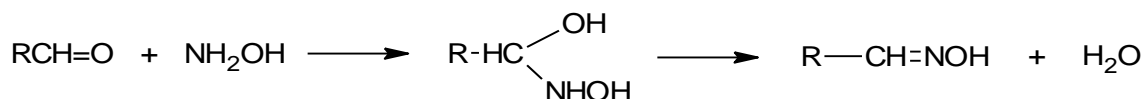


## 2.2.4. Příprava oximů

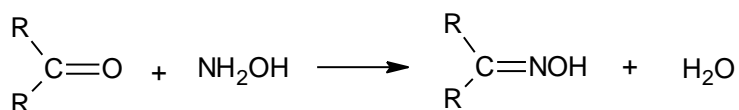
### 2.2.4.1. Adice hydroxylaminu na aldehyd a keton<sup>6,7</sup>

Reakcí karbonylových sloučenin s hydroxylaminem vznikají oximy, z aldehydů aldoximy, z ketonů ketoximy.

obecně aldoximy

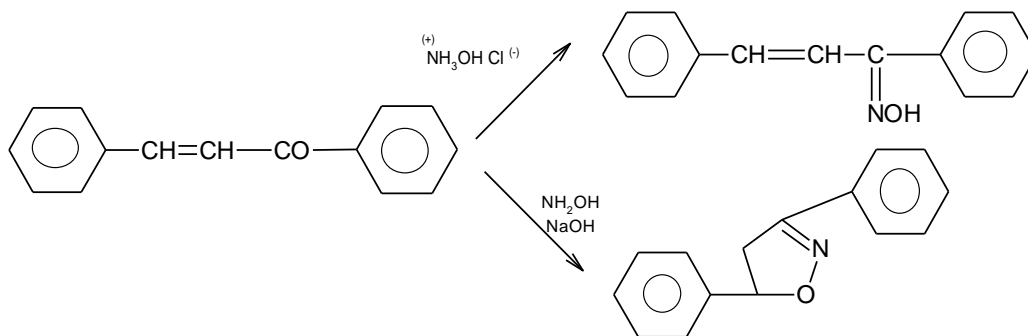


obecně ketoximy



Při reakci hydroxylaminu s aldehydy nebo ketony může být katalyzátorem reakce zásada i kyselina. Oximy jsou připraveny zahříváním alkoholického roztoku karbonylové sloučeniny a soli hydroxylaminu v přítomnosti stejného množství zásady potřebné k uvolnění hydroxylaminu. Jako zásada je využíván např. alkalický hydroxid, uhličitán sodný, octan sodný, pyridin.

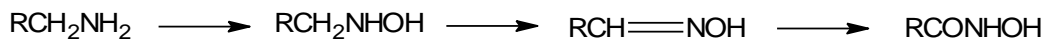
Složitěji probíhá reakce hydroxylaminu s  $\alpha,\beta$ -nenasycenými karbonylovými sloučeninami. Z  $\alpha,\beta$ -nenasycených aldehydů a  $\alpha,\beta$ -nenasycených ketonů v kyselém prostředí jsou získány oximy, v zásaditém prostředí vznikají izomerní isoxazoliny.<sup>7</sup>



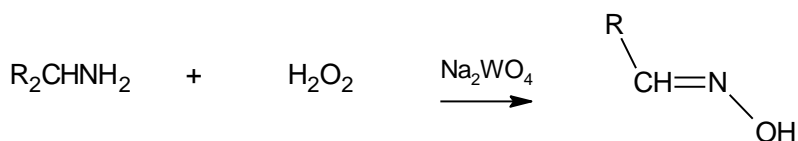


#### 2.2.4.2. Oxidace alifatických aminů<sup>6,7</sup>

Oxidací primárních alifatických aminů peroxidem vodíku je získána směs produktů:

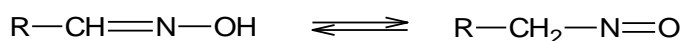


Reakce probíhá specificky působením některých katalyzátorů (oxidy nebo soli W, Mo, U). Ze sekundárních aminů lze získat ketoximy ve velmi dobrých výtěžcích.



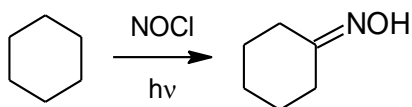
#### 2.2.4.3. Nitroso-oxim tautomerie<sup>4</sup>

Oximy jsou izomerní s nitrososloučeninami. Odlišují se pouze podle umístění dvojně vazby a polohy vodíku. Rovnováha se přiklání spíše k oximům.

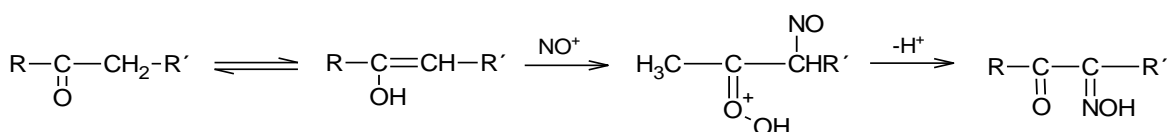


#### 2.2.4.4. Nitrosace<sup>6,7,9</sup>

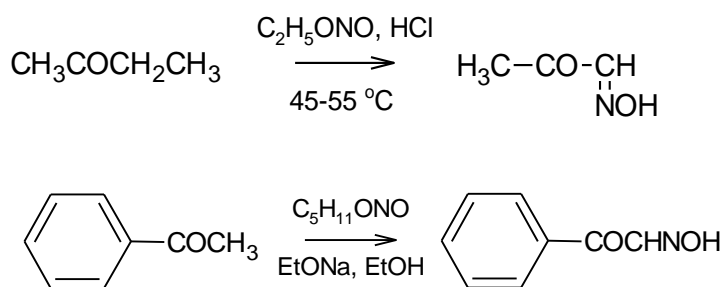
Radikálová nitrosace alkanů se uskutečňuje v průmyslové výrobě působením chloridu nitrosylu za přítomnosti ultrafialového záření.



Při elektrofilní nitrosaci silných C-kyselin typu  $\text{RCH}_2\text{Z}$  nebo  $\text{ZCH}_2\text{Z}$  přechází nitroskupina působením kyseliny dusité do  $\alpha$ -polohy. Skupina Z lze nahradit: COR, COOR, CN,  $\text{SO}_2\text{R}$ . Intermediální C-nitrososloučenina je stálá pouze tehdy, nenese-li atom uhlíku současně jeden atom vodíku. Jinak dochází k samovolnému přesmyku na stálý oxim.<sup>6</sup>

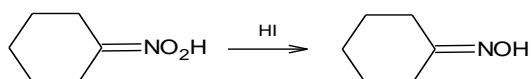


Aldehydy a ketony takto reagují na oximy  $\alpha$ -diketonů. Podle struktury výchozí karbonylové sloučeniny probíhá reakce jak v kyselém tak bazickém prostředí.



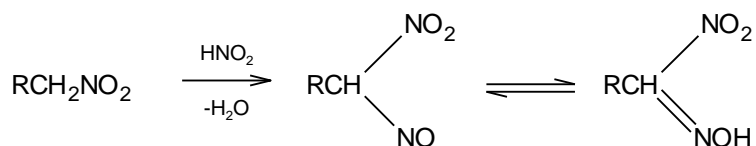
#### 2.2.4.5. Redukce nitronových kyselin <sup>7</sup>

Nitronové kyseliny jsou převedeny působením rozmanitých činidel (HI, H<sub>2</sub>S, NH<sub>2</sub>OH, NaHg) na oximy ve velmi dobrém výtěžku.



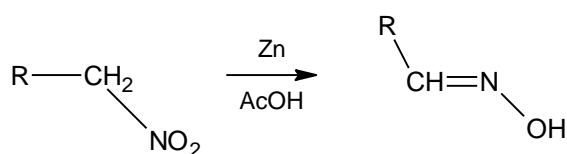
#### 2.2.4.6. Nitrosace nitrosloučenin <sup>7</sup>

Reakcí primárních nitrosloučenin s kyselinou dusitou vznikají nitrolové kyseliny.



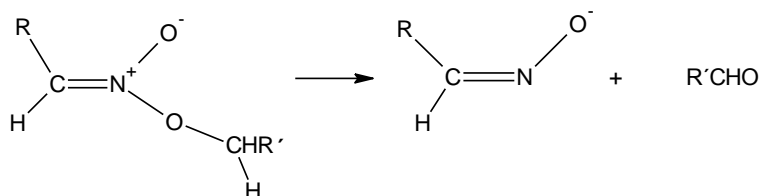
#### 2.2.4.7. Redukce alifatických nitrosloučenin na oximy <sup>6</sup>

Primární a sekundární nitrosloučenininy obsahující na  $\alpha$ -uhlíku atomy vodíku se po redukci do stádia nitrosoderivátů mohou přesmykovat na oximy. Redukčním činidlem je např. chlorid chromatý nebo zinek v kyselině octové.



#### 2.2.4.8. Rozklad dusíkatých esterů<sup>7</sup>

Estery nitronových kyselin jsou v zásaditém prostředí nestabilní a štěpí se na aldehyd a oxim.



### 2.3. Příprava výchozích sloučenin

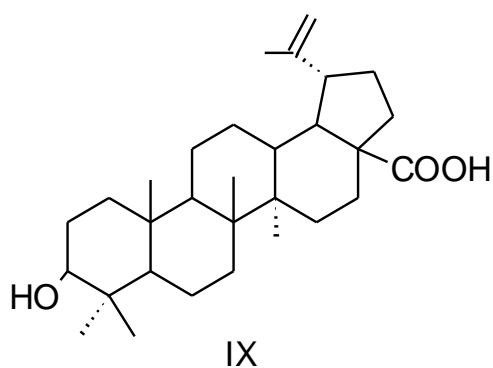
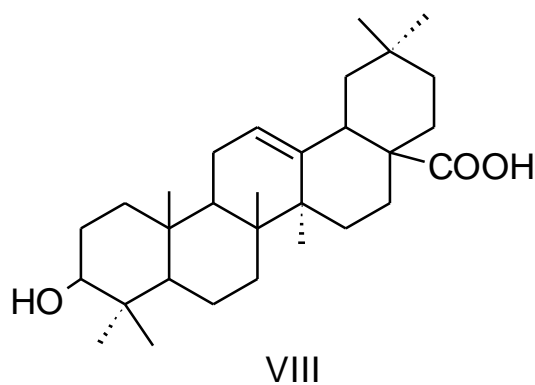
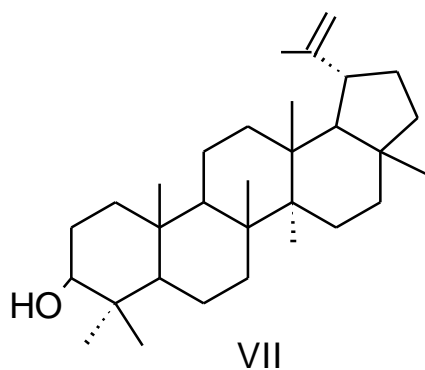
V této kapitole je uveden základní postup izolace betulinu z březové kůry a jeho následné převedení na dusíkatý derivát allobetulonoxim.

#### 2.3.1. Získání betulinu

Betulin je přírodní pentacyklický alkohol (lup-20(29)-en-3 $\beta$ ,28-diol) obsažený v hojném množství v březové kůře. Byl jedním z prvních triterpenoidů, které se podařilo izolovat. Bílá barva březové kůry je způsobena přítomností betulinu. Ten propůjčuje bříze jedinečné vlastnosti, díky kterým březová kůra nikdy neshnije a nezplesniví.<sup>2</sup> Mimo betulin se v březové kůře nachází i další triterpeny, např. lupeol (VII), kyselina oleanolová (VIII), kyselina betulinová (IX).<sup>12</sup> Betulin se získává extrakcí březové kůry ethanolem.

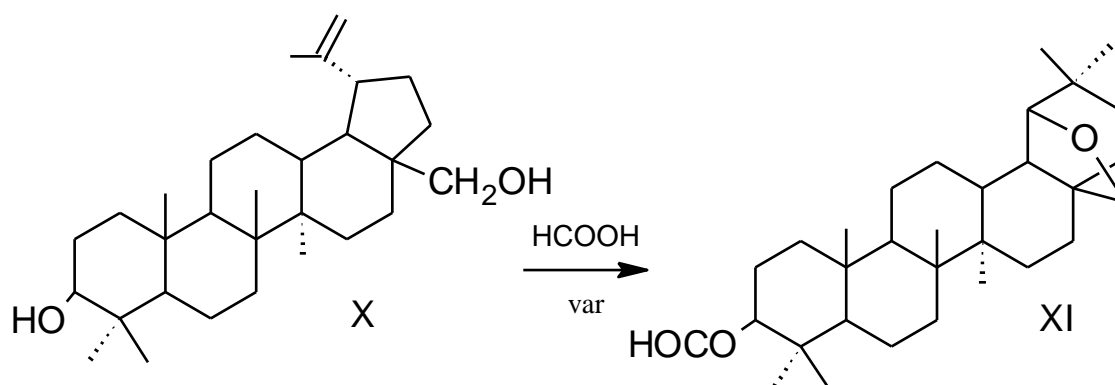
Soxhletův extraktor se naplní předem zváženou, na malé kousky nastříhanou březovou kůrou a následně se připojí k baňce s ethanolem, umístěné na vodní lázni. Extrakce probíhá několik hodin.

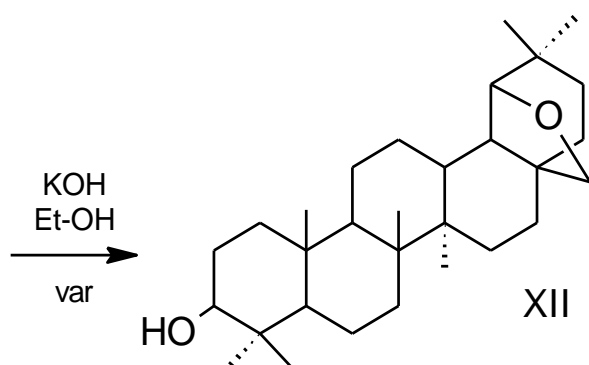
Část extraktu přetrvává i za varu stále nerozpuštěná, avšak ochlazením (obvykle přes noc) vykrytalizuje většina betulinu. Vykrytalizovaný podíl se odsaje a promyje ethanolem.<sup>12,13</sup>



### 2.3.2. Příprava allobetulinu

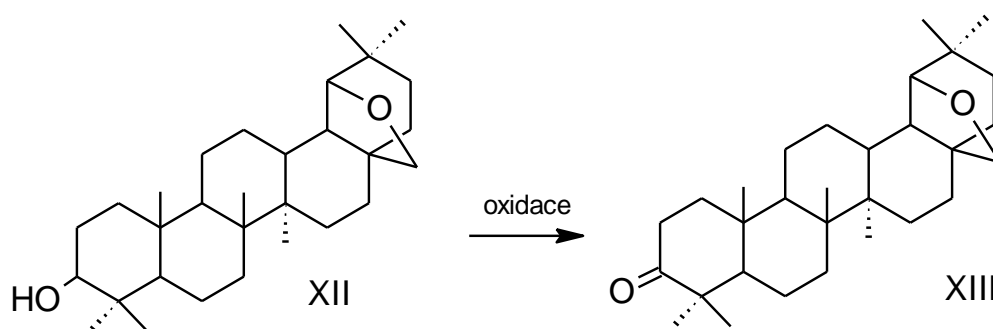
Přeměna betulinu (X) na allobetulin (XII) probíhá přes meziproduct allobetulin-formiát (XI). Během přeměny betulinu na allobetulin-formiát dochází k přesmyku triterpenoidní struktury lupanového typu na triterpenoidní strukturu oleananového typu. Ze vzniklého allobetulin-formiátu je destilací pod zpětným chladičem a za přítomnosti hydroxidu rozpuštěného v ethanolu izolován allobetulin.<sup>14</sup>





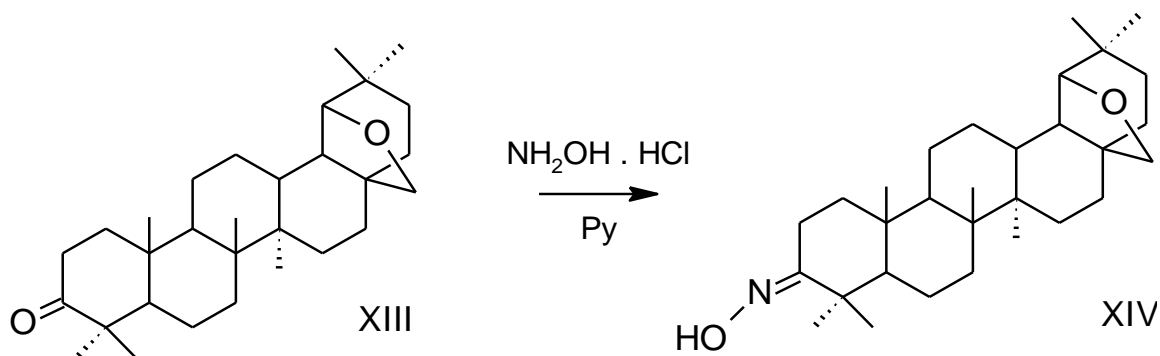
### 2.3.3. Příprava allobetulonů

Oxidační reakci allobetulinu (XII) na allobetulon (XIII) je možno zrealizovat působením velkého množství oxidačních činidel. V této práci byla provedena oxidace allobetulinu dichromanem sodným rozpuštěným v kyselině octové.<sup>15</sup> Jinou možností přípravy je oxidace allobetulinu oxidem chromovým.<sup>16</sup> Tato reakce má řadu modifikací. Jednou z nich je použití Jonesova činidla (oxid chromový rozpuštěný ve zředěné kyselině sírové).



### 2.3.4. Příprava oximu allobetulonů

Adicí hydroxylaminu na karbonylovou skupinou allobetulonů (XIII) v prostředí vysušeného pyridinu je připraven oxim allobetulonů (XIV). Tato reakce je podrobně popsána v této odborné literatuře.<sup>17</sup>



## 2.4. Metody práce

### 2.4.1. Extrakce

Během experimentální činnosti jsem se mohla setkat s jednoduchou extrakcí pevné látky rozpouštědlem. Metoda extrakce je podrobně popsána v řadě prací.<sup>18,19,20,21</sup>

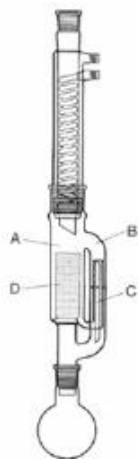
Extrakce probíhá za různorodých podmínek za studena či za horka, kontinuálně i diskontinuálně. Zařízení uskutečňující extrakci nazýváme extraktor.

Nejnámějším a velmi účinným extraktorem je Soxhletův extraktor. Účinnost extraktoru spočívá v tom, že pracuje za horka a kontinuálně. Soxhletův extraktor se skládá z varné baňky, vlastního tělesa extraktoru a chladiče. Jednotlivé díly extraktoru jsou propojeny zábrusovými spoji.

Nejprve je Soxhletův extraktor naplněn zváženou, drobně nastříhanou kůrou. Do varné baňky je nalito vhodné rozpouštědlo. Následně je varná baňka s rozpouštědlem zahřívána až k varu. Páry rozpouštědla se šíří postranním tubusem až do chladiče. V chladiči páry kondenzují a stékají na patronu, kde dochází k extrakci vzorku. Extrakt se hromadí v těle extraktoru až do doby než dosáhne ohybu přepadové trubice. Poté přeteče zpět do extrakční baňky a celý pochod se znovu opakuje.

Extrakce se provádí podle potřeby několik hodin až několik dní. Záleží na rozpustnosti extrahované látky v daném rozpouštědle.

Důležité je použít dodatečné množství rozpouštědla, aby po naplnění extraktoru rozpouštědlem zůstala část rozpouštědla ve varné baňce a látka se nepřipalovala.



A – Extraktor  
 B – Trubice na vedení páry  
 C – Přepadová trubice  
 D – Extrakční patrona (filtrační papír nebo frita)

Obr. 2 Soxhletův extraktor<sup>22</sup>

### 2.4.2. Krystalizace

Velmi efektivní metodou používanou k čištění pevných látek je krystalizace. Podrobné informace o krystalizaci jsou k nalezení v této odborné literatuře.<sup>18,20,23</sup>

Jedná se o pochod vylučování pevné fáze z roztoku nebo taveniny. Krystalizací se dají čistit látky i ve velmi malých množstvích.

Postup při krystalizaci je následující. Nejprve je látka rozpuštěna ve vhodném rozpouštědle. Dále je roztok zahuštěn oddestilováním rozpouštědla. Roztok, ze kterého látka krystalizuje, musí být přesycen. Avšak zahušťování je prováděno velmi opatrně. Ochlazením roztok vykrytalizuje. Obecně látka vykrytalizuje čistší.

Při ochlazování vznikají v roztoku krystalizační centra, na kterých postupně začínají růst samotné krystaly. Vznik krystalizačních center ovlivňuje intenzita chlazení, teplota, vlastnosti látky, ale samozřejmě nečistoty obsažené v roztoku. Při prudkém ochlazení vzniká více krystalizačních center než při pozvolném chladnutí. Množství vzniklých krystalizačních center se promítne ve vzhledu krystalů. Při velkém počtu krystalizačních center (prudkém ochlazení) jsou získány malé krystaly, naopak při malém množství krystalizačních center (pozvolné ochlazení) se vytvoří krystaly větší. Zvláštní pozornost je nutné věnovat volbě správného rozpouštědla. Často se při krystalizaci používají směsi dvou rozpouštědel. V jednom rozpouštědle je čištěná látka dobře rozpustná, v druhém nikoliv. Postup je prováděn tak, že je pomalu oddestilováno rozpouštědlo, v němž je čistá látka rozpustná a zároveň pomalu

přikapáváno rozpouštědlo, kde je látka nerozpustná. Při mírném zakalení roztoku je ukončeno zahřívání a přikapáno jen několik kapek. V literatuře<sup>20</sup> lze najít některé kombinace rozpouštědel

benzen – petrolether	ethanol – aceton
benzen – ligroin	aceton – voda
ethylacetát – petrolether	ethanol – chloroform
ethanol – voda	methanol – chloroform
ethanol – benzen	aceton – voda

Značná opatrnost je nutná při krystalizaci látek s nízkým bodem tání, které se často vylučují z roztoku v olejovité formě. V takových případech je roztok ochlazen velmi pomalu, obvykle v temperované lázni.

Některé látky krystalizují z roztoků velmi špatně. Za těchto podmínek je vyvolána krystalizace mícháním, ale také tzv. naočkováním roztoku malým množstvím krystalů.

Vyloučené krystaly jsou odsáty a důkladně promyty. Promytím krystalů je odstraněn matečný louh. V matečném louhu zbývají rozpuštěné nečistoty, které se při krystalizaci oddělily od čisté látky. K promývání krystalů se využívá obvykle stejné rozpouštědlo jako při krystalizaci.

### **2.4.3. Chromatografie**

Chromatografie<sup>9,18,20,21,24</sup> patří k velmi využívaným separačním metodám. Princip je založený na postupném a mnohonásobném ustavování rovnováhy vzorku mezi dvěma fázemi, mobilní (pohyblivou) a stacionární (nepohyblivou). Mobilní fází bývá kapalina či plyn, stacionární fází je obvykle pevná látka nebo kapalina. Dělení vzorku probíhá na základě odlišné interakce stacionární fáze na jednotlivé složky vzorku.

První práci zabývající se chromatografií uveřejnil již devadesátých letech 19. století ruský botanik M. Cvět. Využil skleněnou kolonu, obsahující uhlíčan vápenatý, k dělení a získání rostlinných barviv. Metoda chromatografie byla brzo zapomenuta. Znovu připomenuta byla až v roce 1941 Martinem a Syngem. Ti podrobně zpracovali a popsali své poznatky z oblasti chromatografie.<sup>21</sup>



### 2.4.3.1. Tenkovrstvá chromatografie /TLC/

Tenkovrstvá chromatografie je velmi jednoduchá, rychlá a levná analytická metoda. Je vhodná k přibližnému zjištění složení reakční směsi, ale také k preparativnímu rozdělení malého množství látek. Tato metoda využívá běžné postupy adsorpční kapalinové chromatografie.

Chromatografie na tenké vrstvě je provedena na vhodném podkladu. Podkladem bývá skleněná, hliníková destička či plastová fólie.

Na destičku je nanášena tenká vrstva stacionární fáze. Stacionární fází bývá silikagel nebo  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Stacionární fáze bývá sypaná nebo litá s pojivem nebo bez pojiva. Sypanou vrstvu připravíme rovnoměrným nasypáním vrstvy suchého adsorbentu na destičku. Jako sypaná vrstva bývá většinou  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Je to silný adsorbent, silnější než silikagel, který je vhodný pro chromatografii relativně nepolárních látek.

Vrstva sypané fáze je nanášena pomocí skleněné tyčinky, která má na obou koncích nasunutou pryžovou nebo plastovou hadičku. Skleněná tyčinka je přibližně 2 až 3 cm delší než je délka destičky. Výhoda sypané stacionární fáze je jednoduchost nanášení, nevýhoda je však malá mechanická odolnost destičky.

Jako vhodná litá stacionární fáze se užívá silikagel. Stacionární fáze obsahuje také několik procent pojiva 5 % sádry nebo škrobu, která drží fází na podkladu. Silikagel, pojivo a voda je smíchána a vytvoří se směs o vhodné hustotě, kterou lze nalít na destičku. Destička je ponechána volně vyschnout a poté je vložena do sušárny.

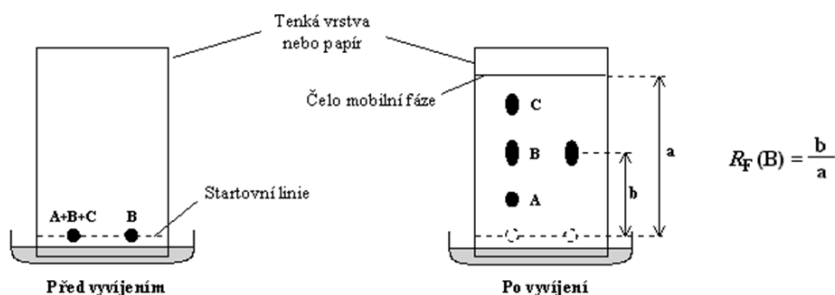
Vzorek je rozpouštěn ve vhodném rozpouštědle a nanášen v malém množství na označenou linii startu, která se nachází několik cm od okraje. Nanášení je provedeno pomocí speciálních komerčních mikropipet nebo slabé skleněné kapiláry zhotovené ze skleněné trubice. Při nanášení vzorku je třeba dělat skvrny velmi malé, aby látka byla co nejlépe rozdělena. Skvrny mají průměr přibližně okolo 2 až 3 mm.

Po nanášení skvrn je destička vložena do vyvíjející komory s vhodnou mobilní fází. V této práci byly použity rozpouštědla n-hexan a ethyl-acetát v poměru 10:3. Vyvíjení je provedeno v uzavřené nádobce, která obsahuje nasycené páry mobilní fáze. Těsné zakrytí vyvíjející komory je velmi důležité proto, aby rozpouštědlo vzlínalo destičkou rovnoměrně.

Destička je v kádince umístěna šikmo (ve vzestupném uspořádání). Při použití sypané stacionární fáze je nutné malý úhel sklonu destičky, kvůli špatné stabilitě sypané vrstvy. Spodní okraj destičky je ponořen do mobilní fáze. Je nutné dbát na to,

aby nebyla ponořená také linie startu. Vyvíjení probíhá, dokud čelo rozpouštědla nedosáhne vzdálenosti 1 až 2 cm od horního okraje tenké vrstvy.

Rychlost migrace látek v separačním prostoru popisuje retenční faktor  $R_F$  (retardation factor). Retenční faktor je určen jako poměr vzdálenosti středu skvrny od startu ke vzdálenosti čela rozpouštědla. Nabývá hodnot 0-1.



Obr. 3 Retenční faktor <sup>25</sup>

Detekce barevných látek je jednoduchá a jednotlivé skvrny lze rozlišit velmi snadno. Obtížněji jsou detekovány bezbarvé látky. V našem případě jsou zobrazeny postříkem 10 %  $H_2SO_4$  a vypálením. Vypálením vznikají na plastince hnědé skvrny, které charakterizují zuhelnatěnou organickou látku.

#### 2.4.4. Zhotovení balónku

Skleněný balónek je velmi praktické zařízení využívané při práci s kapalinami. Nalézá uplatnění při jednoduché filtraci, při uchovávání roztoků či oddělování vzájemně nemísitelných kapalin.

Balónek se jednoduše vyrobí ze skleněné trubice o průměru přibližně 8-12 mm. Pro zhotovení balónku je výhodnější použít trubici se silnější stěnou, aby vzniklý balónek nebyl příliš tenkostěnný. O pevnosti balónku se lze přesvědčit lehkým poklepem o desku stolu. Během práce byl balónek zhotoven běžným postupem uvedeným v této odborné literatuře.<sup>18</sup>

Práce s balónkem je založena na principu roztažnosti plynů teplem a jejich kontrakci ochlazením.<sup>18</sup> Při zahřívání balónku dochází k vypuzování kapaliny a naopak při ochlazování k sání kapaliny dovnitř balónku. Balónek je výborným pomocníkem při filtraci menších objemů kapalin. Konec kapiláry se opatří vrstvičkou vaty, přes kterou je jednoduše nasáta kapalina dovnitř balónku. Tato metoda se využívá také při opakovaných krystalizacích.

Balónek se využívá také jako prostor k uchovávání roztoků. Konec kapiláry balónku se zataví a opatří štítkem s názvem skladovaného vzorku.

#### **2.4.5. Stanovení teploty tání**

Bod tání je ustálený pojem pro vyjádření teplotního intervalu, ve kterém látka při zahřívání přechází z pevného skupenství do skupenství kapalného.<sup>26</sup> Využívá se k charakterizaci nebo identifikaci látky a je i důležitým ukazatelem její čistoty. Při znečištění látky se zpravidla snižuje horní a dolní hranice teplotního intervalu, kdy látka taje.

Zařízení využívané pro stanovení teploty tání se jmenuje bodotávek. Nejběžnějším bodotávkem se stal tzv. Koflerův blok (Obr. 4). Jedná se o jednoduchý elektricky vyhřívaný stolek umístěný pod mikroskopem. Elektrický příkon pro vyhřívání stolku je ovládán reostatem a teplota stolu je měřena rtuťovým teploměrem. Krystalky zkoumané látky jsou rozetřeny a umístěny mezi dvě krycí sklíčka na kovovém stolku pod mikroskopem. V zorném poli mikroskopu lze pozorovat krystalky a stupnici teploměru. Po zapnutí zahřívání přístroje postupně roste teplota na kovovém stolku. V oblasti bodu tání by se měla teplota zvyšovat rychlostí přibližně 4 °C za minutu. Rychlejší zvyšování teploty by mohlo vést k nepřesným výsledkům. Interval vymezený teplotou, při které tání začíná, a teplotou, při které všechny krystaly vymizí, je stanoveným bodem tání.<sup>26</sup>



Obr. 4 **Koflerův blok**

- 1 mikroskop
- 2 rtuťový teploměr
- 3 reostat
- 4 vyhřívaný stolek se vzorkem
- 5 manipulace s teploměrem

## 3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 3.1. Tenkovrstvá chromatografie

K zobrazení výsledků při chromatografii byly užity plastinky firmy MERCK Kieselgel 60 F<sub>254</sub>. Vyvíjení bylo prováděno ve směsi rozpouštědel n-hexanu a ethyl - acetátu v poměru 10:3. Vzorek byl rozpouštěn v chloroformu. Následně byl zobrazen postřikem plastinky 10 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a jejím následným vypálením.

### 3.2. Extrakce březové kůry

Do Soxhletova extraktoru bylo vloženo 29,2 g březové kůry. Extrakce probíhala po dobu osmi hodin. Vzniklý extrakt byl oddestilován do sucha. Na vývěvě byly odsáty zbylé páry. Krystaly byly vysušeny a zváženy. Hmotnost produktu činila 5,50 g.

Vzniklý produkt byl rozpuštěn ve 200 ml ethanolu a zahuštěn ke krystalizaci. Následně byl roztok zchlazen pod tekoucí vodou. Krystaly byly vysušeny a odsáty. Hmotnost prvního krystalického podílu byla 1,995 g (t.t. 239-240 °C).

Filtrát byl znovu zahuštěn ke krystalizaci. Zahuštěný filtrát byl zchlazen a vzniklé krystaly byly odsáty a vysušeny. Hmotnost druhého krystalického podílu byla 0,045 g (t.t. 243-245 °C).

Zbylý filtrát byl oddestilován do sucha. Hmotnost třetí krystalického podílu byla 0,484 g (t.t. 224-228 °C). Celkem bylo získáno 2,524 g produktu. Výtěžek extrakce vztažený na hmotnost kůry byl 8,6 %



1 2 3

Obr. 5 TLC extraktu z březové kůry při opakované krystalizaci

1 první krystalický podíl

2 druhý krystalický podíl

3 třetí krystalický podíl

### 3.3. Příprava allobetulin-formiátu

Zahříváním 1,829 g betulinu s 25,6 ml 99,8 % kyselinou mravenčí pod zpětným chladičem po dobu šesti hodin byl převeden betulin na allobetulin-formiát. Vzniklé krystaly byly odsáty a promyty ethanolem. Dále byly povařeny s 25,6 ml ethanolu po dobu jedné hodiny.

Vykrytalizovaný podíl byl odsát, promyt ethanolem a vysušen. Hmotnost produktu byla 1,207 g (t.t. 294-300 °C). Výtěžek této reakce byl přibližně 66 %.

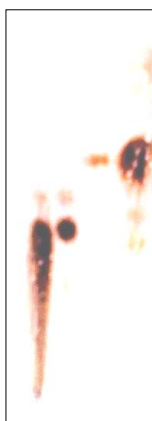
### 3.4. Příprava allobetulinu

Ve 25 ml benzenu bylo rozpuštěno 1,2 g allobetulin-formiátu. K této směsi byl přilít roztok připravený rozpuštěním 2 g KOH v 15 ml ethanolu. Směs byla zahřívána po dobu čtyři a půl hodiny pod zpětným chladičem. Následně byl přilít další roztok, připravený rozpuštěním 0,2 g KOH v 20 ml ethanolu. Z důvodu špatného rozpuštění hydroxidu v ethanolu roztok nevykrytalizoval. Tento problém byl vyřešen odstraněním nerozpuštěného hydroxidu extrakcí v dělicí nálevce.

V dělicí nálevce byl nekrytalizující roztok promyt destilovanou vodou. Horní benzenová vrstva byla oddělena a spodní vodná vrstva byla vrácena do dělicí nálevky a znovu promyta benzenem. Nakonec byly benzenové podíly spojeny a vysušeny bezvodým síranem sodným. Takto upravený roztok byl zahuštěn ke krystalizaci. Vzniklé krystaly allobetulinu byly odsáty a vysušeny. Hmotnost pevného podílu činila 0,516 g (t.t. 260-262 °C). Výtěžek reakce byl 43 %.

### **3.5. Příprava allobetulonů**

Roztok byl připraven smícháním 0,4 g allobetulinu a 0,32 g octanu sodného v 120 ml kyseliny octové. K tomuto roztoku byl přilít roztok 0,8 g dihydrátu dichromanu sodného v 40 ml kyseliny octové. Takto připravený roztok byl ponechán v klidu. Následující den byla reakční směs zředěna destilovanou vodou a extrahována 15 ml chloroformem. Chloroformové podíly byly spojeny a třikrát promyty destilovanou vodou. Přidáním bezvodého síranu sodného byl roztok vysušen. Následně byl roztok zahuštěn destilací ke krystalizaci. Krystalizace byla urychlena přikápnutím methanolu. Hmotnost získaného produktu činila 0,1206 g. Výtěžek reakce byl 30 %



**1 2 3 4**

**Obr. 6 TLC srovnání krystalizace allobetulinu a krystalizace allobetulonů**

1 první krystalický podíl allobetulinu

2 druhý krystalický podíl allobetulinu

3 první krystalický podíl allobetulonů

4 druhý krystalický podíl allobetulonů



**1 2 3**

**Obr. 7 TLC srovnání betulinu, allobetulinu, allobetulonů**

1 první krystalický podíl betulinu

2 první krystalický podíl allobetulinu

3 první krystalický podíl allobetulonů



### 3.6. Příprava oximu allobetulonů

0,12 g allobetulonů bylo rozpuštěno v 5 ml vysušeného pyridinu. K roztoku byl přilít roztok 0,12 g hydroxylamin hydrochloridu v 1,5 ml pyridinu. Takto připravený roztok byl zahříván po dobu 1 hodiny pod zpětným chladičem. Po odsátí byly krystaly promyty 5 % HCl, destilovanou vodou a nakonec methanolem. Po vysušení při 110 °C bylo získáno 0,0432 g (t.t. 260-267 °C). Výtěžek reakce byl 36 %.

## 4 ZÁVĚR

Práce je shrnutím nejdůležitějších poznatků z teorie studované problematiky. Jako modelová dusíkatá sloučenina byl zvolen oxim allobetulon, který, jak vyplývá z kapitoly 2.2.2., je klíčovou sloučeninou pro přeměny na další deriváty. Protože se jedná o sled navazujících reakcí, je nutno předpokládat, že budou využívány metody semimikrotechniky. Několik experimentů provedených v závěru práce ukazuje, že při opakování uvedených pokusů by bylo vhodné vycházet z většího množství betulinu. Jen tak bude získán allobetulonoxim v množství, umožňujícím ve sledu reakcí pokračovat. Této problematice bych se chtěla věnovat v navazujícím studiu ve své diplomové práci.

## 5 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

1. Vašmucius V.: Diplomová práce – Přehled reakcí triterpenoidních sloučenin, Pedagogická fakulta Plzeň 1995.
2. Triterpeny, <http://www.betulinines.cz/index.php?page=triterpeny> staženo 8.4. 2015.
3. McMurry J.: Organická chemie, VŠCHT, Praha 2007.
4. Pacák J.: Stručné základy organické chemie, SNTL, Praha 1975.
5. Panico R., Powell W. H., Richer J.: Průvodce názvoslovím organických sloučenin podle IUPAC, Academia, Praha 2000.
6. Svoboda J. a kol.: Organická chemie I, VŠCHT, Praha 2005.
7. Červinka O.: Chemie organických sloučenin (1), SNTL/ALFA, Praha 1985.
8. Červinka O.: Chemie organických sloučenin (2), SNTL/ALFA, Praha 1987.
9. Večeřa M., Panchartek J.: Laboratorní příručka organické chemie. Organická syntéza v otázkách a odpovědích. SNTL, Praha 1987.
10. Červinka O. a kol.: Mechanismy organických reakcí, SNTL, Praha 1981.
11. Pacák J. Reakce organických sloučenin, UK v Praze, Praha 2006.
12. Klinotová E., Klinot J., Máca B., Trnka T., Všečeka V.: Základní cvičení z organické chemie (Skripta Přírodovědecká fakulty UK v Praze), UK Praha 1980.
13. Trnka T.: Praktikum z organické chemie, UK v Praze, Praha 1994.
14. Vystrčil A., Klinot J.: Collect. Czech. Chem. Commun. 24, 3273 (1959).
15. Klinot J., Richtr V., Vystrčil A.: Collect. Czech. Chem. Commun. 40, 1758 (1975).
16. Klinot J., Vystrčil A.: Collect. Czech. Chem. Commun. 31, 1079 (1966).
17. Klinot J., Vystrčil A.: Collect. Czech. Chem. Commun. 27, 377 (1962).
18. Richtr V.: Semimikrotechnika v organické chemii. Pedagogická fakulta ZČU, Plzeň 1993.
19. Holzbecher Z., Churáček J. a kol.: Analytická chemie. SNTL, Bratislava 1987.
20. Nováček E., Potáček M., Janků S.: Laboratorní technika ke cvičení z metod organické chemie, MU v Brně, Brno 2005.

21. Opekar F., Jelínek I., Rychlovský P., Plzák Z.: Základní analytická chemie, UK v Praze, Praha 2002.
22. Laboratorní technika, [www.ped.muni.cz/wchem/sm/hc/labtech/pages/soxhlet.html](http://www.ped.muni.cz/wchem/sm/hc/labtech/pages/soxhlet.html), staženo 19.3.2015.
23. Eysseltoová J., Mička Z., Lukeš I.: Základy laboratorní techniky, UK v Praze, Praha 2004.
24. Gasparič J., Churáček J.: Papírová a tenkovrstvá chromatografie organických sloučenin, SNTL, Praha 1981.
25. Retenční faktor, [www.wikiskripta.eu/index.php/Soubor:Rf.png](http://www.wikiskripta.eu/index.php/Soubor:Rf.png), staženo 18.6.2015.
26. Laboratorní postupy, [chemie.utb.cz/anorglab/laboratorni\\_postupy.doc](http://chemie.utb.cz/anorglab/laboratorni_postupy.doc), staženo 26.6.2015.

## **6 RESUMÉ**

This bachelor thesis is focused on the basic relations between nitrogen derivatives, especially an oxime. In the theoretical part some possibilities of preparations and reactions of oxime are mentioned. The aim of the practical part was the preparation of the allobetulonoxime, which was selected to be a model compound for this thesis. The betuline contained in the upper layer of a birch bark was used as an initial compound for the preparation of the allubetulonoxime.

The thesis describes simple laboratory methods like extraction, crystallization, and thin-layer chromatography.