

PREPARATYKA ORGANICZNA

Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych:
dla studentów II i III roku chemii

Uniwersytet Łódzki

2022/2023

Autorzy instrukcji:

Dr K. Gębicki
Dr A. Kłys
Dr D. Plażuk
Dr B. Rudolf
Dr K. Urbaniak
Dr A. Zawisza

Grafik pracowni dla II roku chemii – 70 godz.

L.p.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	Pracownia organizacyjna pomiar współczynnika załamania i temperatury topnienia	1/1	2/6	3/1	4/1	6	9	11	18	24	Czas przewidziany na odrabianie ćwiczeń	Czas przewidziany na II Kolokwium i zdawanie sprzętu		
2		2/1	1/6	3/5	4/5	20	7	10	13	19				
3		1/2	2/7	3/1	4/2	28	21	8	12	17				
4		2/2	1/7	4/3	3/7	19	30	22	6	9				
5		1/3	2/8	3/3	4/4	29	18	13	23	7				
6		2/3	1/8	4/5	3/7	10	27	19	17	20				
7		1/4	2/9	3/3	4/6	21	7	6	9	11				
8		2/4	1/9	3/5	4/3	30	19	24	7	14				
9		1/5	2/5	4/2	3/2	6	22	17	18	8				
10		2/10	1/10	4/1	3/2	18	27	23	11	12				

Ćw. 3 (chromatografia kolumnowa i cienkowarstwowa) studenci wykonują w parach!

Grafik pracowni dla II roku chemii – 52 godz.

L.p.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	Pracownia organizacyjna	1/1	2/6	3/1	4/1	6	9	Czas przewidziany na odrabianie ćwiczeń	Czas przewidziany na II Kolokwium i zdawanie sprzętu		
2		2/1	1/6	3/5	4/5	20	7				
3		1/2	2/7	3/1	4/2	28	21				
4		2/2	1/7	4/3	3/7	19	30				
5		1/3	2/8	3/3	4/4	29	18				
6		2/3	1/8	4/5	3/7	10	27				
7		1/4	2/9	3/3	4/6	21	7				
8		2/4	1/9	3/5	4/3	30	19				
9		1/5	2/5	4/2	3/2	6	22				
10		2/10	1/10	4/1	3/2	18	27				

Ćw. 3 (chromatografia kolumnowa i cienkowarstwowa) studenci wykonują w parach!

Prowadzący zajęcia w porozumieniu ze studentami może ustalić indywidualny grafik, pod warunkiem zachowania właściwej ilości preparatów przeznaczonych do wykonania w danym semestrze.

Grafik pracowni dla III roku chemii (w wymiarze 70 h)

L.p.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	Pobranie sprzętu i szafek	31	34	35	46	46	40	41	48	48	50	Czas przewidziany na preparat literaturowy	Czas przewidziany na odrabianie ćwiczeń	Czas przewidziany na II Kolokwium i zdawanie sprzętu
2		48	48	39	35	42	46	46	31	33	52			
3		55	31	37	43	44	48	48	53	60	61			
4		37	48	48	31	40	46	46	35	34	58			
5		40	39	55	31	47	54	61	48	48	59			
6		42	46	46	35	33	31	48	48	50	62			
7		46	46	43	37	35	34	31	52	48	48			
8		59	48	48	40	39	55	61	53	31	35			
9		47	42	48	48	35	33	46	46	31	54			
10		48	48	58	43	46	46	37	35	34	31			

Grafik pracowni dla III roku chemii (w wymiarze 54 h)

L.p.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	Pobranie sprzętu i szafek	31	34	35	46	46	40	48	48	Czas przewidziany na preparat literaturowy	Czas przewidziany na odrabianie ćwiczeń	Czas przewidziany na II Kolokwium i zdawanie sprzętu
2		48	48	39	35	42	46	46	31			
3		55	31	37	43	44	48	48	53			
4		37	48	48	31	40	46	46	35			
5		40	39	55	31	47	54	48	48			
6		42	46	46	35	33	31	48	48			
7		46	46	43	37	35	34	31	52			
8		59	48	48	40	39	55	61	53			
9		47	42	48	48	35	33	46	46			
10		48	48	58	43	46	46	37	35			

Prowadzący zajęcia w porozumieniu ze studentami może ustalić indywidualny grafik, pod warunkiem zachowania właściwej ilości preparatów przeznaczonych do wykonania w danym semestrze.

Ilości substratów potrzebnych do syntezy, proszę każdorazowo uzgadniać z prowadzącym zajęcia.

SPIS TREŚCI

1. Krystalizacja	15
WSTĘP TEORETYCZNY:	15
OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA:.....	16
<i>a) dobór rozpuszczalnika do krystalizacji:</i>	16
<i>b) wykonanie ćwiczenia:</i>	16
OPRACOWANIE WYNIKÓW:.....	17
2. Destylacja	18
WSTĘP TEORETYCZNY:	18
OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA (DESTYLACJA PROSTA):.....	19
OPRACOWANIE WYNIKÓW:.....	19
OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA (DESTYLACJA FRAKJONOWANA):.....	19
OPRACOWANIE WYNIKÓW:.....	20
3. Chromatografia kolumnowa i cienkowarstwowa	21
WSTĘP TEORETYCZNY:	21
<i>a) Chromatografia cienkowarstwowa:</i>	21
WYKONANIE ĆWICZENIA CZ. I.....	21
<i>b) Chromatografia kolumnowa</i>	23
WYKONANIE ĆWICZENIA CZ II.....	23
OPRACOWANIE WYNIKÓW:.....	24
4. Rozdział mieszaniny poprzez ekstrakcję	25
WSTĘP TEORETYCZNY:	25
WYKONANIE ĆWICZENIA CZ. I.....	26
WYKONANIE ĆWICZENIA CZ. II.....	27
OPRACOWANIE WYNIKÓW:.....	27
5. CYKLOHEKSEN	29
6. 2-CHLORO-2-METYLOPROPAN (chlorek tert-butylu)	30
7. KWAS FENYLOGLICYNO-<i>o</i>-KARBOKSYLOWY	31
8. KWAS FENOKSYOCTOWY	32
9. 4-Tert-BUTYLOTUEN	33
10. KWAS 2,5-DIMETYLOBENZENOSULFONOWY	34

11.	<i>N</i> -ACETYLO- <i>p</i> -TOLUIDYNA	35
12.	4-ACETAMIDO-3-BROMOTOLUEN	36
13.	ACETANILID	37
14.	<i>p</i> -NITROACETANILID	38
15.	<i>p</i> -BROMONITROBENZEN	40
16.	1-NITRONAFTALEN (α -nitronaftalen)	41
17.	4-ACETAMIDOFENOL (paracetamol)	42
18.	2,4-DINITRODIFENYLOAMINA	43
19.	2,4-DINITROFENYLOHYDRAZYNA	44
20.	<i>p</i> -NITROBENZOESAN ETYLU	45
21.	OCTAN <i>tert</i> -BUTYLU	46
22.	<i>p</i> -HYDROKSYBENZOESAN METYLU	47
23.	MRÓWCZAN ETYLU	48
24.	BEZWODNIK 1,2,3,6-TETRAHYDROFTALOWY	49
25.	BEZWODNIK 3,4,5,6-TETRAFENYLODIHYDROFTALOWY	50
26.	BEZWODNIK BICYKLO [2.2.1]HEPTA-5-EN-2,3--DIKARBOKSYLOWY	51
27.	BEZWODNIK 9,10-DIHYDROANTRACENO-9,10-ENDO- α,β --BURSZTYNOWY	52
28.	ALKOHOL BENZYLOWY	53
29.	ALKOHOL <i>p</i> -METOKSYBENZYLOWY	54
30.	ALKOHOL <i>p</i> -CHLOROBENZYLOWY	55
31.	BENZHYDROL (difenylometanol)	56
32.	KAPROLAKTAM	57
	OKSYM CYKLOHEKSANONU:	57
	KAPROLAKTAM	57
33.	<i>N</i> -GLUKOPIRANOZYD <i>p</i> -NITROANILINY	59
34.	1,2,3,4,6-PENTA- <i>O</i> -ACETYLO- α -D-GLUKOPIRANOZA	60
35.	ACETYLOGLICZYNA	61
36.	BENZOILOGLICZYNA (Kwas hipurowy)	62
37.	<i>m</i> -NITROANILINA	63

38. p-AMINOFENOL	64
N-FENYLOHYDROKSYLOAMINA	64
p-AMINOFENOL	65
39. KWAS p-AMINOBENZOESOWY	66
40. m-NITROFENOL	67
41. ŻÓŁCIEŃ ALIZARYNOWA	69
42. p-JODONITROBENZEN	70
43. 1,2-DINITROBENZEN	71
44. CZERWIEŃ p-NITROANILINIOWA	72
45. 1-FENYLOAZO-2-NAFTOL	73
46. p-AMINOAZOBENZEN	75
DIAZOAMINOBENZEN	75
p-AMINOAZOBENZEN.....	76
47. BENZOTRIAZOL	77
48. 2,4,6-TRIMETYLOCHINOLINA	78
4-(p-TOLILOAMINO)PENT-3-EN-2-ON (<i>ENAMINA</i>)	78
2,4,6-TRIMETYLOCHINOLINA	79
49. ACETYLOCYKLOPROPAN	80
5-CHLORO-2-PENTANON	80
ACETYLOCYKLOPROPAN	81
50. BENZYLIDENOACETON	82
51. 4-METYLO-2,3,5-TRIOKSOCYKLOPENTYLOGLIOKSALAN ETYLU	83
52. BENZYLIDENOACETOFENON	84
53. DIBENZYLIDENOACETON	85
54. ω-NITROSTYREN	86
55. KWAS BENZILOWY	87
56. TETRAFENYLOCYKLOPENTADIENON	88
57. 2,5-DIMETYLOFURAN	89
58. 2-BENZYLOBENZIMIDAZOL	90
59. 2-METYLOBENZIMIDAZOL	91

60. BENZIMIDAZOL	92
61. 5,5-DIFENYLOHYDANTOINA	93
62. 3,5-DIMETYLOPIRAZOL.....	94
63. TABELE	95
ROZTWORY WODNE KWASU SOLNEGO	95
ROZTWORY WODNE KWASU SIARKOWEGO(VI)	95
ROZTWORY WODNE KWASU AZOTOWEGO(V)	96
ROZTWORY WODNE KWASU FOSFOROWEGO(V)	96
ROZTWORY WODNE KWASU OCTOWEGO.....	96
ROZTWORY WODNE KWASU MRÓWKOWEGO	97
DYMIĄCY KWAS SIARKOWY(VI) - OLEUM.....	97
WŁAŚCIWOŚCI CHEMICZNE WYBRANYCH ZWIĄZKÓW ORGANICZNYCH.....	Błąd! NIE ZDEFINIOWANO ZAKŁADKI.
<i>Temperatury wrzenia</i>	<i>Błąd! Nie zdefiniowano zakładki.</i>
<i>Temperatury topnienia.....</i>	<i>99</i>
64. SPRZĘT UŻYWANY w LABORATORIUM	100
SPRZĘT BEZSZLIFOWY	100
SPRZĘT SZLIFOWY	101
ZESTAWY APARATURY.....	102

Przepisy porządkowe i BHP obowiązujące w Pracowni Preparatyki Organicznej:

1. W salach ćwiczeń mogą przebywać **tylko osoby** pracujące w danym terminie.
2. W czasie ćwiczeń należy utrzymywać w salach i na miejscach pracy porządek i czystość, oraz zachować spokój i ciszę. Ich brak, niedbalstwo, pośpiech mogą być przyczyną wypadków lub utrudniać akcję ratunkową.
3. W każdym terminie ćwiczeń danej grupy wyznaczany jest dyżurny. Do jego obowiązków należy dopilnowanie porządku i czystości w pracowni, zarówno w trakcie ćwiczeń, jak i po ich zakończeniu, oraz opieka nad sprzętem przeznaczonym do użytkowania przez całą grupę.
4. Zadania doświadczalne należy wykonywać pod sprawnie działającym wyciągiem ewentualnie w miejscach przydzielonych na stałe na stołach laboratoryjnych.
5. Każdy student obowiązany jest nosić w pracowni **fartuch laboratoryjny** (z włókna naturalnego). Pracownia Preparatyki Organicznej dysponuje fartuchami bawełnianymi, jednak podajemy do Państwa informacji, że są to fartuchy **ogólnego użytku**. Zalecamy, aby każda osoba przyniosła **mydło lub płyn do naczyń i ręczniki papierowe** na własne potrzeby.
6. Podczas wykonywania ćwiczeń należy długie włosy związać z tyłu głowy.
7. W salach ćwiczeń należy **stałe nosić okulary ochronne**. I podobnie, jak w przypadku fartuchów, Pracownia Preparatyki Organicznej dysponuje okularami ochronnymi **ogólnego użytku**. W przypadku pracy z substancjami niebezpiecznymi np.: drażniącymi, żrącymi, uczulającymi, rakotwórczymi, mutagennymi itp. należy stosować **rękawice ochronne**. Pracownia Preparatyki Organicznej dysponuje rękawicami ochronnymi lateksowymi, zalecamy jednak, aby każdy w miarę możliwości zaopatrzył się w cienkie rękawice w odpowiednim dla siebie rozmiarze.
8. Wśród związków chemicznych używanych w laboratorium jest wiele mogących wywoływać uczulenia lub szkodliwych dla zdrowia. Należy więc unikać wdychania ich par, dotykania niezabezpieczonymi rękawicami chemoodpornymi i rękami.
9. Przy pracy z substancjami wybuchowymi, utleniającymi i łatwopalnymi należy zachować szczególne środki ostrożności (prawidłowe zmontowanie aparatury, upewnienie się czy w pobliżu nie ma palącego się palnika itp.).
10. Należy znać postępowanie powypadkowe dla odczynników, z którymi aktualnie się pracuje.

11. Wszystkie naczynia z substancjami chemicznymi powinny posiadać czytelne etykiety, zawierające nazwę substancji chemicznej oraz piktogramy wskazujące na rodzaj zagrożenia, które powodują.
12. Zabrania się przechowywania substancji (łącznie ze środkami do mycia) w opakowaniach spożywczych.
13. Ciecze palne należy przechowywać w zamkniętych pojemnikach.
14. Substancje żrące (kwasy, ługi) wolno wylewać do zlewów (najlepiej pod wyciągiem) tylko w stanie rozcieńczonym, puszczając jednocześnie dość silny strumień wody z kranu.
15. Rozlane ciecze, rozsypane ciała stałe, rozbite szkło należy natychmiast sprzątnąć. Uszkodzenie termometru połączone z wylaniem rtęci należy zgłosić prowadzącemu zajęcia.
16. **Nie wolno wrzucać do zlewów ciał stałych** (zapalek, sączków z bibuły, papierów, porcelanki, itp.), na które przeznaczone są **oznakowane pojemniki**. Sprzęt należy myć przy użyciu szczotek, najpierw wodą i środkami chemicznymi (soda, płyn do mycia naczyń), a ostatecznie acetonem. Podczas przemywania naczyń acetonem należy nosić rękawice chemoodporne.
17. Sprzęt przemywamy acetonem w miejscu do tego przeznaczonym. Zlewak acetonu nie wylewamy do zlewu, a zbieramy w butlę na zlewki acetonu przeznaczone do regeneracji.
18. Na miejscu pracy powinna znajdować się tylko niezbędna aparatura. Reszta sprzętu powinna być umieszczona w szafce. Sprzęt w szafkach powinien być pozostawiony czysty (gdyż będą go używać studenci pozostałych grup) i tak ustawiony, by wyjmowanie go nie sprawiało trudności.
19. Na miejscu pracy powinny znajdować się tylko niezbędne substancje chemiczne. Nieużywane substancje powinny być umieszczone w miejscach przeznaczonych do tego celu. Sypkie substancje nieorganiczne po użyciu należy odstawiać na półkę nad stołem laboratoryjnym a rozpuszczalniki na specjalną tacę. Niezużyte substancje organiczne należy zwrócić do Pani Laborantki (pok. 0-11). **Nie wolno przechowywać w szafkach substancji chemicznych w otwartych naczyniach.**
20. Przechowywanie odzieży wierzchniej w laboratorium jest niedozwolone.
21. Na stołach laboratoryjnych nie wolno trzymać książek, torebek itp. Instrukcje do ćwiczeń, zeszyty należy umieszczać na stojących na stołach półkach.
22. Po zakończeniu używania palnika, urządzeń grzejnych oraz wody należy je natychmiast wyłączyć, a po zakończeniu pracy uprzątnąć swoje miejsce na którym ją wykonywano.
23. Na terenie Uniwersytetu Łódzkiego obowiązuje całkowity zakaz palenia papierosów.

24. W celu jedzenia i picia studenci powinni korzystać z miejsc na korytarzu, używając szklanek lub kubków. Niedopuszczalne jest picie ze zlewek, kolb i innych naczyń laboratoryjnych.

25. W przypadku skaleczenia się, oparzenia lub innego wypadku należy zgłosić ten fakt prowadzącemu ćwiczenia.

26. Zabronione jest:

- badanie smaku substancji chemicznej;
- pipetowanie cieczy poprzez zassanie ustami;
- stosowania otwartych źródeł ognia w pobliżu palnych rozpuszczalników (aceton, alkohole, benzen, eter, octan etylu, itp.) i ich destylację bez właściwego zabezpieczenia w łaźniach wodnych lub elektrycznych. Należy stosować chłodnicę Liebiga (**dla cieczy o temperaturach wrzenia do 150 °C**) lub chłodnicę powietrzną (**dla cieczy o temperaturach wrzenia powyżej 150 °C**)

Regulamin pracowni chemii organicznej:

1. Studenci wykonujący ćwiczenia z chemii organicznej obowiązani są do regularnego i punktualnego uczęszczania na zajęcia. Uzasadnione nieobecności i spóźnienia należy usprawiedliwić u prowadzącego ćwiczenia w możliwie najkrótszym czasie. Wyjście z pracowni przed końcem lub w czasie trwania ćwiczeń należy uzgodnić z prowadzącym, oraz uzyskać akceptację dyżurnego.

2. Trzykrotna nieusprawiedliwiona nieobecność będzie zgłaszana do Dziekana.

3. Ćwiczenia należy wykonywać w terminie wyznaczonym dla danej grupy.

4. Na kolokwia należy zgłaszać się w terminach uzgodnionych z osobą prowadzącą ćwiczenia.

5. Podczas pracy w laboratorium należy przestrzegać przepisów porządkowych i BHP, obowiązujących w pracowniach chemii organicznej.

Warunki uzyskania zaliczenia ćwiczeń laboratoryjnych z chemii organicznej.

1. Studenci wykonują ćwiczenia laboratoryjne zgodnie z rozkładem i według instrukcji.

2. **Przed rozpoczęciem ćwiczeń należy prowadzącemu przedstawić do akceptacji wyliczone ilości reagentów, schemat prowadzonej reakcji oraz jej mechanizm. Brak w/w**

składników sprawozdania oznacza nieprzygotowanie się do zajęć i skutkuje nieobecnością nieusprawiedliwioną.

3. **Sprawozdanie z wykonanego ćwiczenia** (wg. schematu podanego w instrukcji) należy przedstawić wraz z preparatem osobie prowadzącej ćwiczenia w nieprzekraczalnym terminie do dwóch tygodni po zakończeniu danego ćwiczenia. Po upływie tego terminu osoba prowadząca ma prawo odmówić przyjęcia sprawozdania, co jest równoznaczne z koniecznością powtórzenia danego ćwiczenia.

4. W każdym semestrze obowiązują dwa kolokwia:

- I – dotyczy materiału ćwiczeń wykonanych w pierwszych 4 lub 5 tygodniach pracy (w zależności od danej specjalności).
- II – pozostałych ćwiczeń przewidzianych programem.

5. Ocena semestralna uwzględnia całokształt pracy tzn. oceny uzyskane z kolokwiów oraz wykonanie zadań praktycznych.

6. Zaliczenie ćwiczeń laboratoryjnych uzyskuje się po wykonaniu przewidzianych na dany semestr zadań eksperymentalnych, zaliczeniu **w terminie** wszystkich sprawozdań, zdaniu kolokwiów i zdaniu szafki, czyli oddaniu **kompletnego, czystego i suchego** sprzętu laboratoryjnego, znajdującego się w przydzielonej do pracy szafce. Po zdaniu szafki, studenci otrzymują od Pani laborantki odpowiednie zaświadczenie, które należy przedstawić prowadzącemu zajęcia przed uzyskaniem zaliczenia z pracowni.

Przepisy dotyczące korzystania ze sprzętu i pobierania odczynników.

1. Każdy student rozpoczynający ćwiczenia w danym terminie otrzymuje podstawowy sprzęt do pracy w laboratorium, w oddzielnej i zamkniętej szafce.

2. Studenci danego rocznika, pracujący w różnych terminach przedzieleni są do tej samej szafki.

3. W salach ćwiczeń znajdują się wagi, suszarki, lampa UV, wyparka, aparat do t.t., refraktometr itp. do użytku całej grupy.

4. Nóż, młotek, nożyczki i bibułę filtracyjną pobiera dyżurny do użytku dla całej grupy.

5. Pozostały sprzęt potrzebny do wykonania ćwiczenia znajduje się w przydzielonej szafce, bądź można go wypożyczyć z magazynu na rewers. Sprzętu tego nie wolno przetrzymywać dłużej niż czas trwania ćwiczenia. Zwracając go należy żądać zwrotu rewersu.

6. **Studenci są odpowiedzialni za stan i czystość sprzętu oddanego im do użytku.** W przypadku potłuczenia lub uszkodzenia sprzętu **należy bezzwłocznie ten fakt zgłosić osobie prowadzącej zajęcia a Pani laborantce pokazać uszkodzony sprzęt.** Następnie student **zobowiązany jest** skontaktować się z Panem Wojciechem Skowronkiem (szklarz na Wydziale Chemii) i przekazać sprzęt do naprawy w możliwie najkrótszym czasie. Student **zobowiązany jest** dostarczyć Panu Skowronkowi podstawowe podzespoły niezbędne do naprawy uszkodzonego sprzętu (czyli np. kraniki, odpowiedniej wielkości szlify, itp.). Naprawy dla studentów są bezpłatne. Takie postępowanie jest konieczne ze względu na fakt używania tego samego sprzętu przez studentów kilku grup pracujących w różne dni tygodnia.

Każdy student odbywający zajęcia laboratoryjne w Pracowni Preparatyki Organicznej Wydziału Chemii UŁ ma obowiązek posiadać aktualne ubezpieczenie OC. W przypadku uszkodzenia szkła szlifowanego (termometry, reduktory, chłodnice, itp.), którego nie da się naprawić, student ma obowiązek odkupić uszkodzony sprzęt na fakturę VAT, a następnie poinformować kierownika Pracowni Preparatyki Organicznej dr Katarzynę Urbaniak i zgłosić ten fakt do Towarzystwa Ubezpieczeniowego.

7. Chemikalia potrzebne do wykonania konkretnego ćwiczenia (za wyjątkiem stężonych kwasów, które znajdują się na tacy pod wyciągiem, niektórych odczynników chemicznych i środków suszących umieszczonych w oznaczonych szafkach na pracowni) wydaje magazyn podręczny na podstawie rewersu, **zaakceptowanego przez prowadzącego ćwiczenia.**

8. Rewersy do magazynu podręcznego należy wypełniać na kartkach jednakowego formatu (1/4 kartki z zeszytu o normalnym wymiarze (A5)) podając na nich czytelnie: nazwisko i imię, datę, nazwy i ilości zapotrzebowanych odczynników.

9. Po odczynniki ciekłe i rozpuszczalniki należy zgłaszać się z cylindrem miarowym, po odczynniki, których pary działają drażniąco, z kolbką Erlenmeyera zakrytą korkiem, a po związki stałe z odpowiednim naczyniem.

10. Na sali ćwiczeń znajduje się tryskawka z acetonem do przemywania (mycia) szkła laboratoryjnego i butla z lejkiem przeznaczonym na zlewki zużytego acetonu, który jest regenerowany. Należy zatem przemywać szkło nad butlą z lejkiem a nie wylewać zużytego acetonu do zlewu.

Sprawozdanie z ćwiczenia nr.....

Synteza kwasu benzoowego i alkoholu benzyloвого

1. Cel ćwiczenia.

Celem ćwiczenia jest otrzymanie kwasu benzoowego i alkoholu benzyloвого w wyniku reakcji Cannizzaro.

2. Opis wykonania ćwiczenia:

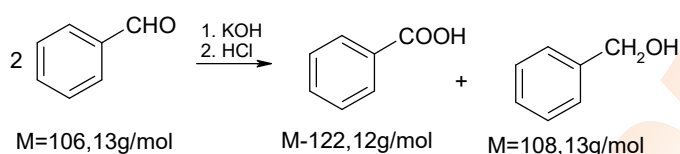
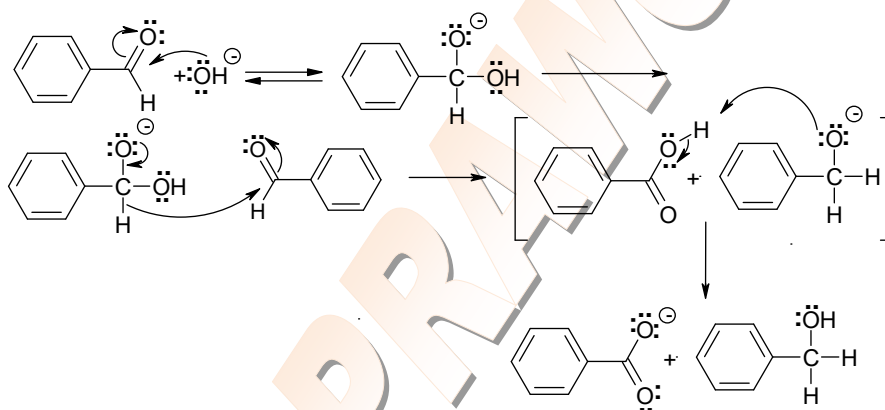
a) Schemat równania reakcji ¹b) Mechanizm reakcji ¹c) Lista reagentów wg Tabeli 1 ¹

Tabela 1.

Lp	Nazwa systematyczna	Wzór strukturalny	Masa molowa [g/mol]	masa [g]	Gęstość ² [g/cm ³]	Stężenie [% lub mol/dm ³] ³	Objętość ² [cm ³]	Liczba moli [mol]
1	Benzaldehyd		106,12	31,3	1,043	-	30	0,29
2	Wodorotlenek potasu	KOH	56,11	29	-	-	-	0,5
3	Kwas solny	HCl	36,45	176	1,1	18%	160	0,89

¹ Wypełnić **PRZED ZAJĘCIAMI** – brak powyższego uniemożliwi przystąpienie do wykonania ćwiczenia

² podać jeśli dotyczy

³ podać tylko dla roztworów, podać jednostkę stężenia

- d) Opis wykonania ćwiczenia, oraz wszelkie obserwacje dokonane w dniu przeprowadzania ćwiczenia¹
 e) Dokładny opis przebiegu syntezy

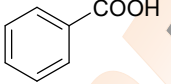
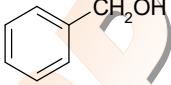
W kolbce Erlenmeijera o pojemności 250 cm³ przygotowano roztwór 29g wodorotlenku potasu w 27cm³ wody. Po ochłodzeniu roztworu w wodzie z lodem do temperatury pokojowej, dodano 30cm³ świeżo destylowanego aldehydu benzoowego, a kolbkę zamknięto gumowym korkiem. Zawartość kolbki wytrząsano, aż do uzyskania emulsji, a następnie pozostawiono na noc.

Następnego dnia dodano 100cm³ wody i zawartość kolbki przeniesiono do rozdzielacza. Kolbkę przemyto 30cm³ eteru, którym następnie ekstrahowano alkohol benzylowy. Ekstrakcję powtórzono dwukrotnie, porcjami po 30cm³ eteru. Połączone warstwy organiczne zateżono do około 30cm³, przemyto dwoma porcjami po 5 cm³ nasyconego roztworu pirosiarczynu sodu, następnie 10 cm³ 10% roztworem węgla sodu. Po wysuszeniu bezw. węglanem potasu i odsączeniu środka suszącego, eter usunięto na wyparce, a pozostałość poddano destylacji prostej z użyciem chłodnicy powietrznej. Zebrano 12,2g bezbarwnej cieczy o t.w.=204-208°C.

Warstwę wodną po ekstrakcji przeniesiono do zlewki, dodano 160cm³ roztworu kwasu solnego 1:1. Wydzielony osad odsączono, przemyto niewielką ilością zimnej wody i dokładnie odcisnięto. Otrzymany surowy kwas benzoowy podano krystalizacji z wody. Otrzymano 12,8g produktu w postaci bezbarwnych kryształów o t.t.=119-121°C.

f) Zestawienie wyników – Tabela 2.

Tabela 2.

Lp	Nazwa systematyczna	Wzór strukturalny	Wzór sumaryczny	Masa molowa [g/mol]
1	Kwas benzenokarboksylowy (kwas benzoowy)		C ₇ H ₆ O ₂	122,12
2	Fenylometanol (alkohol benzylowy)		C ₇ H ₈ O	108,13

Lp.	Masa [g]	L. mola [mol]	Wyd. [%]	T.t/T.w. [#] [°C]		n _D ^{t2}	
				Dośw.	Lit. ³	Dośw.	Lit. ⁶
1	12,8	0,104	71,1	t.t=119-121	121	-	-
2	12,2	0,113	76,5	t.w.=204-208	205,5	n _D ²² = 1,5461	n _D ²⁰ = 1,5455

¹ opis musi uzyskać akceptację prowadzącego ćwiczenia – brak podpisu prowadzącego skutkuje niezaliczeniem ćwiczenia

² podać temperaturę w laboratorium podczas wykonywania pomiaru

³ Podać literaturę (w punkcie 2g) skąd zaczerpnięto dane

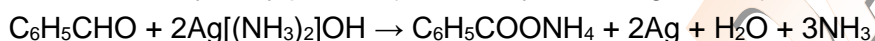
- g) Gdy przewidziano dodatkowe zadania podać ich szczegółowy opis, obserwacje, oraz równanie reakcji jeśli dotyczy

Próba Tollensa dla aldehydu benzoowego.

Do roztworu azotanu(V) srebra w czystej i dobrze odtłuszczonej probówce dodano kroplami 5% roztwór amoniaku. Po wytrąceniu się osadu, dodano kroplami dodatkową porcję roztworu amoniaku, aż do rozтворzenia się osadu tlenku srebra. Do amoniakalnego roztworu tlenku srebra dodano 0,5cm³ benzaldehydu. Zawartość probówki ogrzewano na łaźni wodnej.

Obserwacje: Na ściankach probówki wydzieliło się lustro srebrne.

Wnioski: Otrzymany produkt jest aldehydem, ulega reakcji Tollensa.



g) Uwagi i komentarze

Obliczenia wydajności:

Z równania reakcji wynika, że:

z 212,26g benzaldehydu powstaje 122,12g kwasu, to

z 31,3g benzaldehydu powstanie x g kwasu, czyli $x = 31,3g \cdot 122,12g / 212,26g = 18g$

(masa teoretyczna)

z 212,26g benzaldehydu powstaje 108,13g alkoholu, to

z 31,3g benzaldehydu powstanie x g alkoholu, czyli $x = 31,3g \cdot 108,13g / 212,26g = 15,94g$

(masa teoretyczna)

$w_K = 100\% \cdot 12,8g / 18g = 71,1\%$, $w_A = 100\% \cdot 12,2g / 15,94g = 76,5\%$.

1. Krystalizacja

Wstęp teoretyczny:

Związki organiczne otrzymane w czasie reakcji nie są zazwyczaj chemicznie czyste, lecz zawierają pewną ilość innych związków tzw. zanieczyszczeń, które powstają jednocześnie razem z głównym produktem podczas reakcji. Jedną z technik pozwalającą uzyskać czysty główny produkt reakcji jest krystalizacja z odpowiedniego rozpuszczalnika lub mieszaniny rozpuszczalników.

Oczyszczenie substancji poprzez krystalizację polega na wykorzystaniu różnicy rozpuszczalności substancji rozpuszczanej jak i zanieczyszczeń w odpowiednim rozpuszczalniku.

Rozróżniamy dwa podstawowe rodzaje krystalizacji: prosta, stosowana gdy obecna jest niewielka ilość zanieczyszczeń i frakcjonowana gdy zanieczyszczeń jest więcej. Rozpuszczalnik używany do krystalizacji powinien cechować się następującymi właściwościami:

- dużą zdolnością rozpuszczania krystalizowanej substancji w temperaturze podwyższonej i stosunkowo niewielką w temperaturze pokojowej
- powinien rozpuszczać zanieczyszczenia bardzo dobrze lub nie rozpuszczać ich wcale
- powinien sprzyjać powstawaniu dobrze wykształconych kryształów oczyszczanego związku
- powinien mieć w miarę niską temperaturę wrzenia i być łatwy do usunięcia z powierzchni kryształu

Jeżeli znane są właściwości substancji, która będzie oczyszczana, pomocne mogą być pewne zasady ogólne:

- związki organiczne rozpuszczają się najczęściej w rozpuszczalnikach zbliżonych właściwościami do właściwości związku krystalizowanego; związki polarne rozpuszczają się lepiej w polarnych rozpuszczalnikach, gorzej w niepolarnych i odwrotnie
- przy przechodzeniu do wyższych członów szeregu homologicznego rozpuszczalność związku upodabnia się coraz bardziej do rozpuszczalności węglowodoru, z którego można dany związek wyprowadzić.

W doborze odpowiedniego rozpuszczalnika do krystalizacji należy kierować się przedstawionymi powyżej zasadami oraz powinniśmy zwrócić uwagę na takie parametry jak: łatwość manipulacji, palność, toksyczność, cena.

Opis wykonania ćwiczenia:

a) dobór rozpuszczalnika do krystalizacji:

W niewielkich 7 probówkach umieszczamy po kilkanaście miligramów substancji przeznaczonej do krystalizacji i badamy jej rozpuszczalność w $0,5\text{ cm}^3$ rozpuszczalnika na początku w temperaturze pokojowej, a jeśli nie rozpuszcza się to w temperaturze wrzenia w następujących rozpuszczalnikach według kolejności: woda, woda – etanol 2:1, woda - etanol 1:1, woda – etanol 1:2, etanol, toluen, benzyna. Jeśli związek ulega rozpuszczeniu na zimno w danym rozpuszczalniku to rozpuszczalnik nie nadaje się do krystalizacji. Jeżeli substancja uległa rozpuszczeniu na gorąco, to schładzamy probówkę w zimnej wodzie i obserwujemy czy wypadają kryształy. Porównujemy ilość i postać kryształów uzyskanych dla różnych rozpuszczalników, dane umieszczamy w tabeli i dokonujemy optymalnego wyboru rozpuszczalnika.

b) wykonanie ćwiczenia:

W zależności od dokonanego wyboru rozpuszczalnika woda czy rozpuszczalnik organiczny zestawiamy odpowiedni zestaw przedstawiony na zdjęciach 1 i 2.



fot.1



fot.2

Wsypujemy do kolby/zlewki oczyszczaną substancję ok. 2g, wrzucamy kilka kamyczków wrzennych i wprowadzamy 20 cm^3 rozpuszczalnika. Ogrzewamy zawartość do wrzenia, jeżeli substancja nie uległa rozpuszczeniu dodajemy kolejną porcję rozpuszczalnika w ilości po 10 cm^3 (notując dodaną ilość) oraz dodajemy nową porcję kamyczków wrzennych i znowu doprowadzamy do wrzenia. Czynność powtarzamy do czasu uzyskania prawie klarownego roztworu. Jeżeli uzyskany roztwór jest zabarwiony (ale nie od macierzystej substancji), lub zawiera substancje smoliste należy po przestudzeniu roztworu dodać niewielką ilość węgla aktywnego. Ponownie doprowadzamy roztwór do wrzenia i sącymy przez lejek z sączkiem karbowanym do kolby Erlenmeyera (fot.3), pozostawiamy do ostygnięcia w temperaturze pokojowej lub w celu lepszego schłodzenia można umieścić

kolbę w lodzie. Po ostygnięciu wydzielone kryształy odsączamy na lejku Schotta lub lejka Buchnera z krążkiem bibuły, umieszczonego w kolbie ssawkowej podłączonej do próżni fot.4. Otrzymany związek suszymy przez minimum 24h na powietrzu.



fot.3



fot.4

Opracowanie wyników:

1. Napisać uzasadnienie wyboru rozpuszczalnika.
2. Oznaczyć temperaturę topnienia badanej substancji przed i po krystalizacji.
3. Zidentyfikować substancję otrzymaną do krystalizacji (jeśli zachodzi potrzeba, po uzgodnieniu z osobą prowadzącą, dokonać pomiaru depresji temperatury topnienia).
4. Obliczyć wydajność procesu krystalizacji. ($W\% = 100\% \cdot m_k / m_p$
 m_k = masa substancji po krystalizacji, m_p = masa substancji przed krystalizacją).

Literatura obowiązkowa:

A. I. Vogel Preparatyka organiczna wyd. III, WNT 2006

A. Józwiak, G. Młostoń Pracownia praktycznej chemii organicznej dla studentów biologii wyd. III

2. Destylacja

Wstęp teoretyczny:

Destylacja jest procesem dzięki któremu możliwe jest rozdzielenie mieszaniny kilku substancji różniących się prężnościami par (a więc także temperaturami wrzenia).

Podstawy fizyczne tego procesu są przedmiotem kursu chemii fizycznej i tam też są szeroko omówione tym samym należy je znać przed przystąpieniem do ćwiczenia.

Rozróżnia się kilka wariantów destylacji. Poniższe ćwiczenie służy zapoznaniu się z destylacją prostą pod ciśnieniem atmosferycznym oraz destylacją frakcjonowaną pod ciśnieniem atmosferycznym.

Kolejne ćwiczenia z chemii organicznej służyć będą zapoznaniu się z destylacją z parą wodną oraz destylacją pod zmniejszonym ciśnieniem (tzw. destylacją próżniową). Wygląd typowych zestawów przedstawiony jest na fotografiach poniżej:



fot.1



fot.2

Zasady postępowania podczas destylacji:

- kolbę i chłodnicę podczas montażu montuje się dość luźno w łapach statywu aby nie powodować zbyt dużych naprężeń szkła, co może prowadzić do złamania niektórych elementów;
- cała aparatura powinna być idealnie sucha;
- dla cieczy wrzących powyżej 150°C stosujemy chłodnicę powietrzną (zbyt duża różnica w temperaturach wody chłodzącej i destylatu może spowodować pęknięcie szkła);
- kolba powinna być napełniona cieczą maksymalnie do 2/3 swej objętości;
- kolba nie powinna być zbyt duża;
- nie wolno wydestylowywać całej ilości cieczy z kolby destylacyjnej;

- przed rozpoczęciem destylacji należy w kolbie umieścić kilka kamyczków wrzennych;
- zbiornik rtęci termometru powinien znajdować się na wysokości wlotu do chłodnicy.

Opis wykonania ćwiczenia (destylacja prosta):

Przed rozpoczęciem destylacji należy oznaczyć masę i współczynnik załamania światła otrzymanej cieczy. Następnie ciecz umieszcza się w odpowiedniej wielkości kolbie destylacyjnej, dodaje 2-3 kamyczki wrzenne i montuje dalszą część zestawu do destylacji. Należy dodatkowo przygotować suche, zważone odbieralniki na destylat i frakcje dodatkowe. Po sprawdzeniu poprawności montażu przez prowadzącego ćwiczenia możemy rozpocząć ogrzewanie kolby. Płaszcz grzejny umieszcza się tak, aby jego górna krawędź była około 5 cm od dna kolby i obserwuje kiedy rozpocznie się wrzenie cieczy. Zbieranie właściwego destylatu należy rozpocząć gdy temperatura wrzenia osiągnie stan równowagi (nie zmienia się przez czas zebrania 10 kropeł destylatu). Destylat należy zbierać w zakresie $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Należy zanotować temperaturę początkową i końcową zbierania frakcji.

Opracowanie wyników:

1. Wyznaczyć współczynnik załamania światła otrzymanej cieczy przed i po destylacji.
2. Podać zakres temperatury wrzenia otrzymanej cieczy.
3. Na podstawie danych z pkt. 1 i 2 oraz porównując z danymi dla substancji wzorcowych należy zidentyfikować substancję.
4. Obliczyć wydajność procesu destylacji ($W\% = 100\% \cdot m_k/m_p$, gdzie m_k – masa cieczy po destylacji, m_p – masa cieczy przed destylacją).

Opis wykonania ćwiczenia (destylacja frakcjonowana):

Przed rozpoczęciem destylacji należy oznaczyć masę i współczynnik załamania światła dla otrzymanej mieszaniny dwóch cieczy. Następnie ciecz umieszcza się w odpowiedniej wielkości kolbie destylacyjnej, dodaje 2-3 kamyczki wrzenne i montuje dalszą część zestawu do destylacji (rys.2). Należy przygotować 5 suchych odbieralników na poszczególne frakcje destylatu. Po sprawdzeniu poprawności montażu przez prowadzącego ćwiczenia możemy rozpocząć ogrzewanie kolby. Płaszcz grzejny umieszcza się tak, aby jego górna krawędź była minimum 5 cm od dna kolby. Należy obserwować kiedy rozpocznie się wrzenie cieczy - tempo destylacji powinno wynosić około 1-2 krople na sekundę, nie

szybciej. Dla zebranych 5 frakcji destylatu należy zanotować temperaturę początkową i końcową destylacji oraz określić objętość destylatu. Należy również wyznaczyć współczynniki załamania światła dla każdej z zebranych frakcji.

Opracowanie wyników:

1. Wyznaczyć współczynnik załamania światła przed i po destylacji dla otrzymanej cieczy i poszczególnych frakcji.
2. Podać zakres temperatur wrzenia dla każdej frakcji.
3. Na podstawie danych z pkt. 1 i 2 zidentyfikować substancje wchodzące w skład mieszaniny porównując z danymi dla substancji wzorcowych.
4. Sporządzić wykres obrazujący zależność współczynnik załamania światła od składu procentowego mieszaniny. Należy określić skład procentowy dla każdej z frakcji.
5. Obliczyć wydajność destylacji dla każdej z frakcji ($W\% = 100\% \cdot m_k/m_p$, gdzie m_k – masa cieczy po destylacji, m_p – masa cieczy przed destylacją).

Literatura obowiązkowa:

A. I. Vogel Preparatyka organiczna wyd. III, WNT 2006

A. Józwiak, G. Młostoń Pracownia praktycznej chemii organicznej dla studentów biologii wyd. III

3. Chromatografia kolumnowa i cienkowarstwowa

Wstęp teoretyczny:

Chromatografia jest metodą rozdzielania składników mieszaniny polegającą na zróżnicowanym podziale ich pomiędzy fazę ruchomą i fazę stacjonarną. Fazę stacjonarną może stanowić wypełniona kolumna (chromatografia kolumnowa) przez którą przepływa faza ruchoma, albo cienka warstwa przylegająca do odpowiedniego podłoża (chromatografia cienkowarstwowa), przez którą przemieszcza się faza ruchoma w wyniku działania sił kapilarnych.

Fazę stacjonarną może być ciecz lub ciało stałe, a fazę ruchomą ciecz lub gaz.

W niniejszym ćwiczeniu zapoznamy się z chromatografią cienkowarstwową (TLC) oraz chromatografią kolumnową w układzie ciecz – ciało stałe.

a) Chromatografia cienkowarstwowa:

Jest odmianą chromatografii (TLC-ang. Thin layer chromatography), w której fazą stałą jest cienka (0,25 – 4 mm) warstwa adsorbenta - najczęściej żel krzemionkowy lub tlenek glinu, naniesiony na płytkę szklaną, plastikową lub aluminiową. Służy ona głównie dla celów analitycznych, gdyż pozwala na rozdział bardzo małych ilości substancji (5–100µg), istnieją również wersje tej chromatografii pozwalające rozdzielać nawet do 2-3 g substancji. w tym ćwiczeniu chromatografia cienkowarstwowa zostanie użyta w celu znalezienia optymalnego układu rozpuszczalników który następnie zostanie użyty do rozdziału otrzymanej mieszaniny substancji na drodze chromatografii kolumnowej.

Wykonanie ćwiczenia cz. I

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy:

- zaopatrzyć się w minimum 6 cienkich kapilar, które posłużą do nanoszenia substancji na płytki chromatograficzne.

Dalszą część ćwiczenia wykonuje się w parach:

- sporządzić po 10 cm³ i opisać mieszaniny rozpuszczalników heksan (eter naftowy):octan etylu w następujących proporcjach: 90:10, 70:30, 60:40, 50:50, 30:70, 10:90.

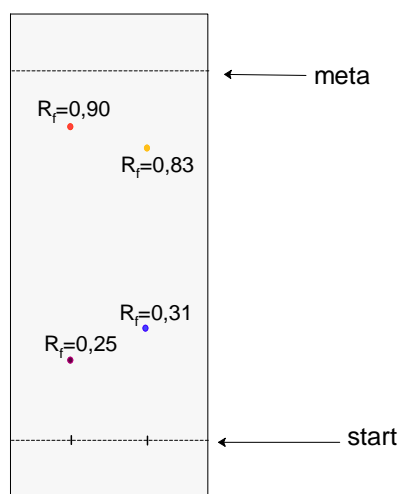
- zaopatrzyć się w 6 płytek (o odpowiednich wymiarach) do chromatografii cienkowarstwowej.

Niewielką ilość (10-15 mg) otrzymanej mieszaniny rozpuszcza się w małej ilości łatwo lotnego rozpuszczalnika (chlorek metylenu, octan etylu itp.). Na płytce do TLC należy zaznaczyć miękkim ołówkiem 0,5-1 cm od górnego brzegu płytki, tzw. linię czoła do której będzie rozwijana płytka, można też ostrożnie zaznaczyć linię startu (tak aby nie usunąć adsorbenta). Na tak przygotowaną płytkę nanosi się niewielką ilość rozdzielanej mieszaniny (w odległości nie mniejszej niż 0,5 cm od brzegu płytki) w postaci jednej, jak najmniejszej „plamki”. Obok w odległości ok. 1 cm swoją substancję nanosi druga osoba. Płytki suszy się na powietrzu w celu odparowania rozpuszczalnika (można od razu przygotować wszystkie 6 płytek). Po wyschnięciu płytki umieszcza się ją w komorze chromatograficznej z odpowiednim rozpuszczalnikiem i rozwija do momentu osiągnięcia przez rozpuszczalnik zaznaczonej górnej linii. Po rozwinięciu płytki należy ją wysuszyć, a następnie obejrzeć pod lampą UV lub, gdy nie widoczne są żadne plamki wywołuje się w komorze jodowej. Ujawnione plamki obrysowuje się ołówkiem w celu dalszej analizy.

Wiadomo, że w takich samych warunkach doświadczalnych przemieszczenie każdej substancji względem czoła rozpuszczalnika, w danym układzie chromatograficznym, ma wartość stałą, charakterystyczną dla danej substancji. Wartość tę, oznacza się symbolem R_f ,

a określa ją wzór:
$$R_f = \frac{\text{odległość przebyta przez substancję}}{\text{odległość przebyta przez czoło rozpuszczalnika}}$$

Na rysunku przedstawiono przykładową płytkę chromatograficzną wraz z odpowiednimi wyznaczonymi wartościami współczynnika R_f



Optymalna sytuacja jest gdy udaje się uzyskać różnicę współczynników $R_f \geq 0.3$.

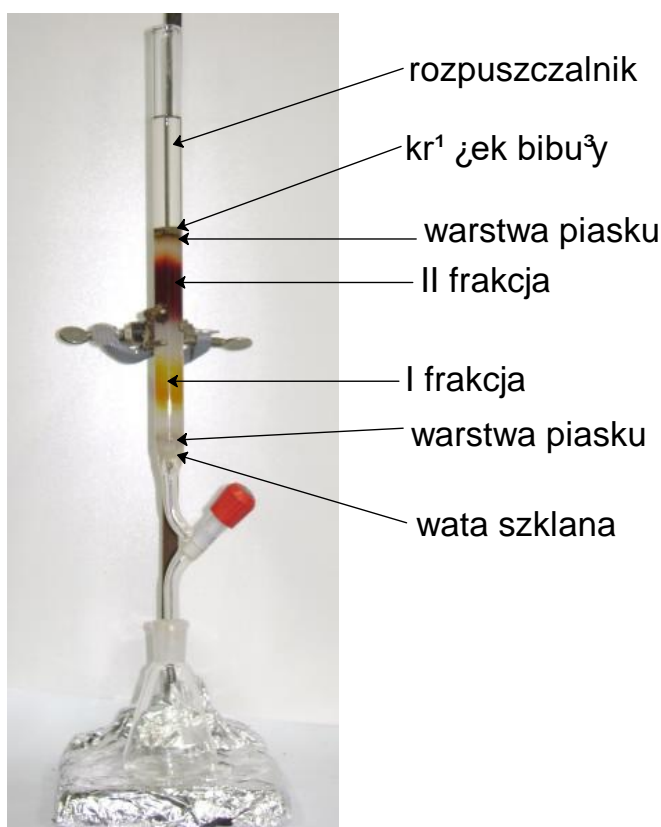
Po dokonaniu pomiarów, wyciągnięciu odpowiednich wniosków i po konsultacji z prowadzącym można przystąpić do dalszej części ćwiczenia.

b) Chromatografia kolumnowa

Rozdzielenie mieszanin na skalę preparatywną od 0,1g do kilkuset g metodą chromatografii ciecz – ciało stałe polega na wprowadzeniu substancji na stałą fazę stacjonarną umieszczoną w cylindrycznej kolumnie i na rozwinięciu chromatogramu przy użyciu wprowadzanej ciekłej fazy ruchomej, przepływającej przez kolumnę pod wpływem siły ciężkości. Obecnie najczęściej stosowanymi adsorbentami są żel krzemionkowy oraz tlenek glinu.

Wykonanie ćwiczenia cz II

Pracę powinno prowadzić się pod sprawnie działającym wyciągiem, ze względu na prace z łatwo lotnymi rozpuszczalnikami. Aparaturę należy zmontować według załączonej fotografii:



Kolumnę napełnia się 15-20g żelu krzemionkowego wymieszanego z odpowiednią ilością wybranego rozpuszczalnika, odkręca kran i czeka aż poziom cieczy osiągnie poziom adsorbenta (nie dopuszczać do wysuszenia kolumny). w niewielkiej próbówce umieszcza się rozdzielaną mieszaninę i rozpuszcza w jak najmniejszej ilości toluenu (maks. 1-2 cm³). Po rozpuszczeniu należy całość nanieść ostrożnie pipetą na górę kolumny. Rozwija się wybranym układem rozpuszczalników zbierając po ok. 10 cm³ eluatu do kolejnych odbieralników. Zebrane frakcje analizuje się przy pomocy chromatografii cienkowarstwowej

stosując wcześniej dobrany rozpuszczalnik. Frakcje o tym samym R_f należy połączyć i odparować rozpuszczalnik.

Opracowanie wyników:

1. Opisać uzasadnienie wyboru rozpuszczalnika.
2. Wyznaczyć temperatury topnienia oczyszczonych substancji i zidentyfikować je poprzez porównanie z wartościami temperatur topnienia wzorców.
3. Policzyc wydajność rozdzału chromatograficznego.

Literatura obowiązkowa:

A. I. Vogel „*Preparatyka organiczna*” wyd. III, WNT 2006

4. Rozdział mieszaniny poprzez ekstrakcję

Wstęp teoretyczny:

Ekstrakcja prosta jest jedną z najczęściej stosowanych technik laboratoryjnych w chemii organicznej, której zadaniem jest wydzielenie obojętnego związku organicznego z mieszaniny poreakcyjnej. Najczęściej stosowaną odmianą tej metody jest ekstrakcja w układzie woda – rozpuszczalnik organiczny. Możliwe są także inne warianty ale zawsze musi być spełniony warunek, aby ciecze nie mieszały się ze sobą.

Najczęściej stosowane rozpuszczalniki do ekstrakcji to eter dietylowy, octan etylu i chlorek metylenu. Rozpuszczalnik powinien być w miarę lotny bo ułatwia to jego późniejsze usunięcie. Należy wiedzieć, że podczas procesu ekstrakcji niekiedy powstaje emulsja - najczęściej podczas ekstrakcji z wodnych roztworów alkalicznych przy pomocy chlorku metylenu, dużo korzystniejsze jest wtedy, o ile to możliwe, użycie eteru dietylowego.

Przeprowadzenie procesu ekstrakcji wiąże się ze szczególnym zwróceniem uwagi na bezpieczeństwo pracy. Po wlaniu do rozdzielacza, zawierającego roztwór wodny, eteru dietylowego, tworzy się układ dwóch faz ciekłych. Po zamknięciu rozdzielacza oraz wytrząśnięciu mieszaniny, prężność par eteru (400-600 hPa) oraz prężność pary wodnej sumuje się z ciśnieniem atmosferycznym wywołuje to znaczny wzrost ciśnienia wewnątrz rozdzielacza. Nieostrożne otwarcie rozdzielacza może spowodować wyrzucenie jego zawartości na zewnątrz, co rodzi konsekwencje pożaru, jak i poparzenia innym roztworem kwasu lub ługu. Najbezpieczniej jest wyrównywać ciśnienie poprzez ostrożne otwarcie kranu trzymając rozdzielacz ukośnie i mając wylot skierowany w pustą część pomieszczenia.

Ćwiczenie składa się z dwóch części. w pierwszej należy dokonać wyboru odczynu roztworu wodnego użytego do ekstrakcji (gdyż jedna z substancji zawartych w mieszaninie wykazuje właściwości kwasowe lub zasadowe), a następnie wykonujemy rozdział substancji przez ekstrakcję. w drugiej części należy oczyścić (na drodze krystalizacji i destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem) i zidentyfikować, korzystając z dostępnych danych fizykochemicznych, otrzymane substancje.

Wykonanie ćwiczenia cz. I

Otrzymana mieszanina składa się z dwóch substancji, z których jedna jest ciałem stałym, a druga cieczą:

L.P.	Związki	L.P.	Związki
1	kwask benzoesowy i alkohol benzylowy	4	<i>p</i> -toluidyna i alkohol benzylowy
2	kwask benzoesowy i benzoesan etylu	5	<i>p</i> -bromoanilina* i ksylen
3	<i>p</i> -toluidyna i ksylen	6	<i>p</i> -bromoanilina* i alkohol benzylowy

*lub *p*-chloroanilina (informacja u Pani laborantki)

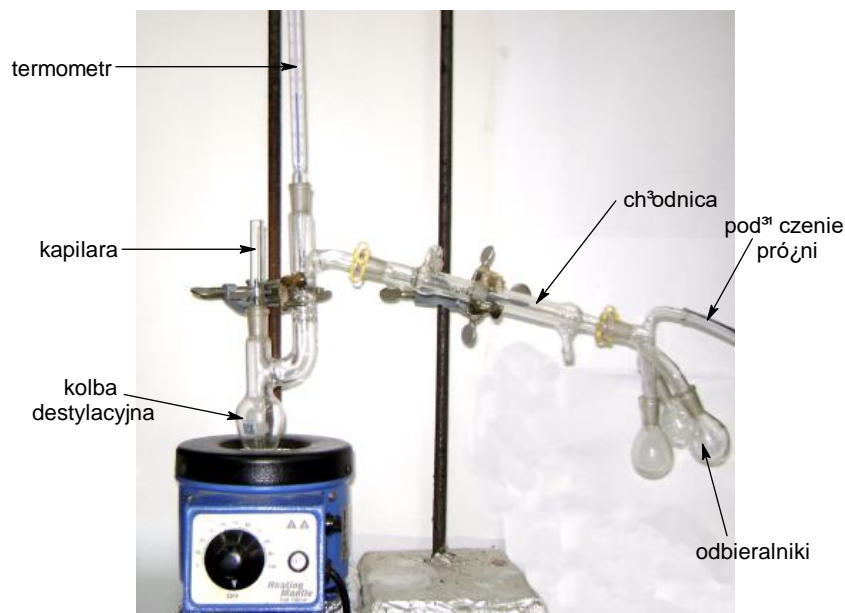
Na podstawie znanych właściwości podanych związków należy określić ich właściwości kwasowo-zasadowe.

Po określeniu właściwości kwasowo - zasadowych przygotowujemy 45 cm³ 5% roztworu NaOH lub 5% roztworu HCl w zależności od wyniku prób wstępnych. Rozdzielaną mieszaninę umieszczamy w rozdzielaczu, rozcieńczamy 50 cm³ chlorku metylenu (dla substancji o właściwościach zasadowych) lub eteru etylowego, gdy stwierdzimy, że w badanej mieszaninie znajduje się substancja o właściwościach kwasowych. Dodajemy 15 cm³ przygotowanego roztworu kwasu lub zasady i dokładnie wytrząsamy, od czasu do czasu odpowietrzając rozdzielacz. Po ustaleniu się równowagi, oddzielamy warstwę wodną do kolby Erlenmayera, a warstwę organiczną zawracamy do rozdzielacza i ponownie wytrząsamy z 15 cm³ przygotowanego roztworu. Postępujemy tak trzykrotnie, łącząc ze sobą warstwy wodne (frakcja A). Połączone frakcje A zakwaszamy lub alkaliczujemy (do pH=1 lub pH=12) 5% roztworem kwasu solnego lub wodorotlenku sodu. Odsączamy wydzielony osad lub rozdzielamy warstwę wydzielonego oleju. Jeżeli wydzielona substancja po zobojętnieniu roztworu jest stała to należy poddać ją krystalizacji, a jeżeli ciekła to poddaje się ją destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Pozostałość po ekstrakcji, frakcję B (organiczna), należy wysuszyć nad bezwodnym siarczanem sodu lub magnezu, dokładnie oddzielić i odparować rozpuszczalnik na wyparce. w dalszej części postępuje się jak wyżej, w zależności od stanu skupienia.

Identyfikację substancji stałej należy potwierdzić wykonując pomiar temperatury topnienia i porównując z danymi literaturowymi; w razie potrzeby, po uzgodnieniu z osobą prowadzącą oznaczyć depresję temperatury topnienia.

Wykonanie ćwiczenia cz. II

Krystalizację należy wykonać według wskazówek do ćwiczenia pierwszego, natomiast destylację pod zmniejszonym ciśnieniem wykonujemy w aparaturze, której zestaw przedstawia poniższa fotografia:



Ciecz przeznaczoną do destylacji należy przenieść do specjalnej kolby destylacyjnej, zaopatrzonej w kapilarę (Uwaga: można używać kolby bez kapilary i przeprowadzić destylację w kolbie z wirującym bączkiem, po konsultacji z prowadzącym). Po zestawieniu aparatury należy podłączyć pompkę wodną i odczekać chwilę na ustalenie się ciśnienia w aparaturze. Wraz z rozpoczęciem ogrzewania należy kontrolować pracę kapilary. Odpowiednie frakcje zbiera się do wcześniej zważonych odbieralników. Po zakończeniu destylacji należy poczekać aż aparatura ostygnie i wyrównać ciśnienie w aparaturze poprzez wyjęcie kapilary lub termometru (Ostrożnie !!!). Należy oznaczyć masę destylatu i współczynnik załamania światła.

Opracowanie wyników:

1. Napisać uzasadnienie wyboru rozpuszczalników do ekstrakcji.
2. Za pomocą odpowiednich równań reakcji chemicznych zilustrować przebieg rozdziału otrzymanej mieszaniny substancji metodą ekstrakcji.
3. Oznaczyć temperaturę topnienia badanej substancji stałej oraz odczytać z nomogramu temperaturę wrzenia dla cieczy pod normalnym ciśnieniem, podać wartość współczynnika załamania światła.

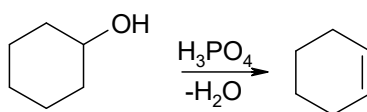
4. Na podstawie danych fizykochemicznych zidentyfikować substancje poprzez porównanie z wartościami dla substancji wzorcowych.
5. Obliczyć i podać wydajność rozdziału dla każdej substancji zakładając, że wyjściowa mieszanina zawierała jednakowe ilości obu składników.

Literatura obowiązkowa:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. III, WNT 2006

A. Józwiak, G. Młostoń „Pracownia praktycznej chemii organicznej dla studentów biologii” wyd. III

5. CYKLOHEKSEN



Odczynniki

- cykloheksanol 0,22 mola ($d=0,968 \text{ g/cm}^3$)
- kwas fosforowy(V) 0,040 mola (85% $d=1,689 \text{ g/cm}^3$)

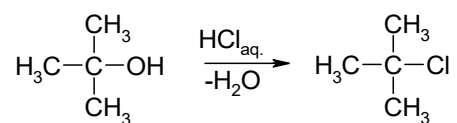
W kulistej kolbie dwuszyjnej, o pojemności $50 \div 100 \text{ cm}^3$, wyposażonej w kolumnę frakcyjną, umieszczonym na jej szczycie termometrem, sprawną chłodnicę, wkraplacz, oraz odbieralnik chłodzony w wodzie z lodem umieszcza się 0,04 mola 85% kwasu ortofosforowego. Zawartość kolby ogrzewa się na płaszczu grzejnym do temperatury $160-170^\circ\text{C}$ (w tej temperaturze zawartość kolby zaczyna wrzeć), po czym z wkraplacza dodaje się w ciągu 0,5-1 godz. 0,22 mola cykloheksanolu (cykloheksanol należy wkraplać w takim tempie, w jakim destyluje cykloheksen). Po wdropleniu całej ilości cykloheksanolu destylację prowadzimy nadal, aż do uzyskanie pierwotnej objętości zawartości kolby reakcyjnej. Temperatura na szczycie kolumny nie powinna przekroczyć 90°C .

Destylat nasycy się solą kuchenną, dekantuje z nad nierozpuszczonej soli do rozdzielacza, oddziela się górną warstwę i suszy ją bezw. siarczanem magnezu. Po odsączeniu środka suszącego, surowy produkt poddaje się destylacji, zbierając frakcję wrzącą w temperaturze $81-83^\circ\text{C}$.

Literatura

- A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006*
R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

6. 2-CHLORO-2-METYLOPROPAN (chlorek *tert*-butylu)



Odczynniki

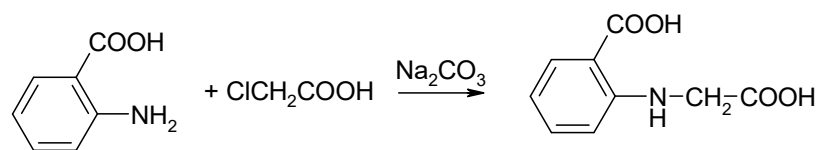
- 2-metylopropan-2-ol (alkohol *tert*-butylowy) 0,15 mola ($d=0,7812\text{g/cm}^3$)
- kwas solny stężony 50 cm³
- chlorek wapnia bezw. 6÷10 g.

W rozdzielaczu o pojemności 250 cm³ umieszcza się 0,15 mola alkoholu *tert*-butylowego, 50 cm³ stężonego kwasu solnego, oraz 6÷10 g bezw. chlorku wapnia. Mieszaninę należy mocno wytrząsać co pewien czas przez 30 min. Po każdym wytrząśnięciu należy z rozdzielacza wyjąć korek w celu wyrównania ciśnienia. Następnie mieszaninę pozostawia się na 15 min. celem rozdzielenia się warstw. Dolną warstwę (kwas) spuszcza się i odrzuca. Pozostałą, górną warstwę przemywa się 15 cm³ 5% roztworem wodorowęglanu sodu, a następnie 15 cm³ wody. Po wysuszeniu bezw. CaCl₂, środek suszący odsącza się, a produkt poddaje się destylacji. Należy zbierać frakcję wrzącą w zakresie 49-51°C.

Literatura

- A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006
R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

7. KWAS FENYLOGLICYNO-*o*-KARBOKSYŁOWY



Odczynniki:

- kwas antranilowy 0,05 mola
- kwas chlorooctowy 0,05 mola
- węgiel sodu 0,11 mola

W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 0,05 mola kwasu antranilowego, 0,05 mola kwasu chlorooctowego, 0,11 mola bezw. węglanu sodu i 100 cm³ wody. Mieszaninę ogrzewa się do wrzenia w ciągu 2 godz., przelewa do zlewki i chłodzi. Po zakwaszeniu stężonym kwasem solnym do odczynu słabo kwaśnego wobec papierka Kongo, pozostawia do wykrystalizowania. Surowy kwas odsącza się, i przemywa niewielką ilością wody. Czysty produkt o t.t.=218-220°C otrzymuje się po krystalizacji z wody z dodatkiem węgla aktywnego.

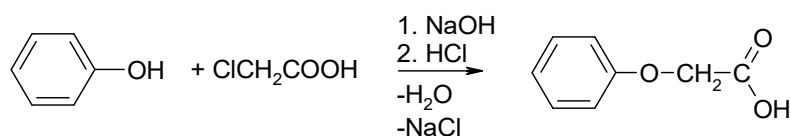
Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

8. KWAS FENOKSYOCTOWY



Odczynniki

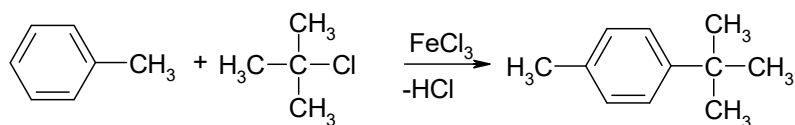
- fenol 0,025 mola
- kwas chlorooctowy 0,025 mola
- wodorotlenek sodu 0,0535 mola
- kwas solny stężony 5 cm³

W kolbie trójszyjnej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, wkraplacz i mieszadło magnetyczne umieszcza się 0,025 mola kwasu chlorooctowego i 30 cm³ wody. Mieszając, wkrapla się roztwór wodorotlenku sodu (0,0275 mola) w 4 ml wody, utrzymując temperaturę 10°C. Następnie do powstałego roztworu dodaje się 0,025 mola fenolu i wkrapla wodorotlenek sodu (0,026 mola) w 4 ml wody i mieszając ogrzewa w temperaturze wrzenia przez 1 godzinę. Do gorącej mieszaniny reakcyjnej wlewa się wodę (10 ml), chłodzi do temperatury pokojowej i wylewa do zlewki zawierającej rozcieńczony (1:1) kwas solny (10 ml). Wytrącony osad odsącza się na lejku Büchnera, przemywa niewielką ilością zimnej wody i krystalizuje z wody.

Literatura

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

9. 4-Tert-BUTYLOTOLUEN



Odczynniki

- toluen 0,11 mola ($d=0,8623\text{g/cm}^3$)
- 2-chloro-2-metylopropan (chlorek *tert*-butylu) 0,1 mola ($d=0,842\text{g/cm}^3$)
- chlorek żelaza(III) bezw. 0,15÷0,25 g

Reakcję wykonywać pod wyciągiem. Sprzęt używany do reakcji musi być suchy, w tym celu zaraz po rozpoczęciu zajęć należy wsuszyć go w suszarce.

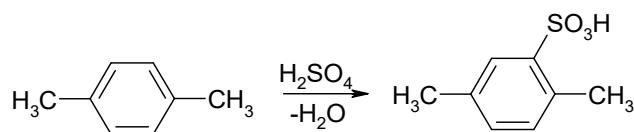
W kolbie okrągłodennej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i mieszadło magnetyczne umieszcza się 0,11 mola toluenu i 0,1 mola chlorku *tert*-butylu. Zawartość kolby miesza się 10 minut, po czym dodaje bezw. chlorek żelaza(III)¹ (0,1 g) i mieszanie kontynuuje przez 45 minut w temperaturze pokojowej. Produkt przenosi się do rozdzielacza zawierającego wodę (50 ml) miesza ruchem wirowym nie zamykając rozdzielacza korkiem, a następnie oddziela warstwę organiczną, którą wytrząsa się z wodą (3 x 20 ml) i suszy bezw. chlorkiem wapnia. Po usunięciu środka suszącego produkt destyluje się (chłodnica powietrzna) zbierając frakcję o t.w. 190–192°C lub poddaje destylacji próżniowej t.w. 78°C/17 mm Hg.

Literatura

R. T. Morrison, R. N. Boyd „*Chemia organiczna*”, PWN, Warszawa 1990

¹ Chlorek żelaza(III) odważamy z butelki, która znajduje się na sali, bezpośrednio przed dodaniem do kolby reakcyjnej. Czynność tę należy wykonać szybko
Uwaga. Zawartość butelki z chlorkiem żelaza(III) należy natychmiast po użyciu dokładnie zamknąć.

10.KWAS 2,5-DIMETYLOBENZENOSULFONOWY



Odczynniki

- p-ksylen 0,05 mola ($d=0,8567\text{g/cm}^3$)
- kwas siarkowy stęż. 0,267 mola

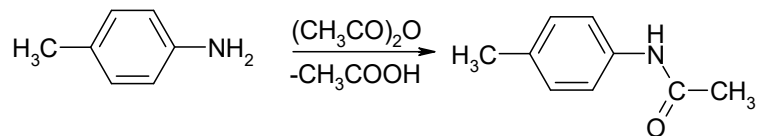
W kolbie kulistej o pojemności 50cm^3 umieszcza się 0,05 mola p-ksylenu i podczas łagodnego mieszania ruchem wirowym zawartości kolby, dodaje się 0,178 mola stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę ogrzewa się na łaźni wodnej (100°C) przez 10-15 min, mieszając (po wyjęciu z łaźni wodnej) co 2 min ruchem wirowym. Reakcję uważa się za zakończoną wówczas, gdy zniknie warstwa ksylenu znajdująca się na powierzchni kwasu. Wówczas zawartość kolby chłodzi się do temperatury pokojowej i łagodnie mieszając ruchem wirowym, dodaje do niej 5cm^3 wody. Zawartość kolby przenosi się do zlewki o pojemności 100cm^3 i chłodzi w wodzie z lodem. Wydzielone kryształy odsącza się na lejku ze spiekim szklanym i odciska szklanym korkiem. Produkt oczyszcza się poprzez krystalizację z toluenu.

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

11. N-ACETYLO-*p*-TOLUIDYNA



Odczynniki

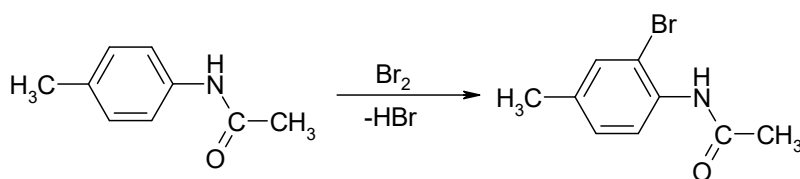
- p-toluidyna 0,05 mola
- bezwodnik octowy 0,049 mola ($d=1,075\text{g/cm}^3$)
- kwas octowy lodowaty 20 cm^3

W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną z rurką suszącą wypełnioną bezw. CaCl_2 , umieszcza się 0,05 mola p-toluidyny w 20cm^3 lodowatego kwasu octowego, oraz dodaje 0,049 mola bezwodnika octowego. Mieszaninę ogrzewa się i utrzymuje przez 30min w stanie łagodnego wrzenia, a następnie gorący roztwór wylewa się do $0,1\text{ dm}^3$ wody, energicznie mieszając powstałą zawiesinę. Na koniec, celem schłodzenia roztworu dodaje 10 g lodu. Wydzielony produkt odsącza się na lejku Büchnera, przemywa wodą i dokładnie odciska. Surowy produkt krystalizuje się z mieszaniny woda-etanol 5:1.

Literatura:

R. T. Morrison, R. N. Boyd „*Chemia organiczna*”, PWN, Warszawa 1990

12. 4-ACETAMIDO-3-BROMOTOLUEN



Odczynniki

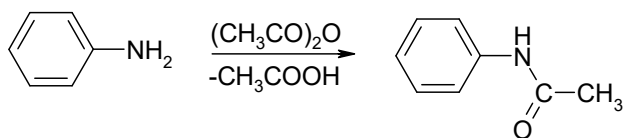
- N-acetylo-p-toluidyna 0,03 mola
- brom 0,0305 mola ($d=3,119 \text{ g/cm}^3$)
- kwas octowy 25 cm^3

W kolbie kulistej trójszyjnej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, wkraplacz i termometr umieszczamy 0,03 mola N-acetylo-p-toluidyny w 20 cm^3 lodowatego kwasu octowego. Mieszaninę ogrzewa się do ok. 45°C i podczas mieszania dodaje się z wkraplacza roztwór 0,0305 mola bromu w 5 cm^3 lodowatego kwasu octowego, w takim tempie, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej utrzymywała się w zakresie $50\text{-}55^\circ\text{C}$. Po dodaniu bromu mieszanie kontynuuje się przez 30 min, a następnie mieszaninę poreakcyjną wylewa się cienkim strumieniem do mieszaniny 50 g lodu, 50 g wody i 0,5 g disiarczany(IV) sodu (pirosiarczany sodu, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), energicznie mieszając powstającą zawiesinę. (Jeżeli zabarwienie pochodzące od bromu nie zniknie, należy dodać nieco więcej pirosiarczany sodu). Powstały osad 4-acetamido-3-bromotoluenu odsącza się na lejku Büchnera, starannie przemywa wodą i dokładnie odciska. Czysty 4-acetamido-3-bromotoluen otrzymuje się przez krystalizację surowego produktu z mieszaniny woda:etanol 1:1.

Literatura

- A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006
R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

13. ACETANILID



Odczynniki

- anilina 0,07mola ($d=1,0175\text{g/cm}^3$)
- bezwodnik octowy 0,068 mola ($d=1,075\text{g/cm}^3$)
- kwas octowy 10 cm^3
- pył cynkowy 0,03 g

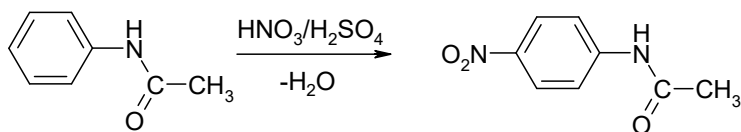
W kolbie kulistej o poj. 50 cm^3 zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną z rurką suszącą wypełnioną bezw. CaCl_2 , umieszcza się 0,07mola aniliny, 0,069mola bezwodnika octowego, 10 cm^3 lodowatego kwasu octowego oraz 0,03 g pyłu cynkowego. Mieszaninę ogrzewa się łagodnie do wrzenia, w ciągu 30 min., a następnie gorącą cieczą wylewa cienkim strumieniem do zlewki zawierającej 50 cm^3 zimnej wody, mieszając cały czas powstającą zawiesinę. Po oziębieniu, surowy produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem, przemywa się niewielką ilością zimnej wody, dobrze odciska. Surowy acetanilid krystalizujemy z 5% alkoholu etylowego.

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

14. *p*-NITROACETANILID



Odczynniki

- acetanilid 0,04 mola
- kwas azotowy(V) stężony 3,35 g (d=1,42 g/cm³)
- kwas siarkowy(VI) stężony 22,6 g
- kwas octowy lodowaty 5,5 cm³

W zlewce o poj. 50 cm³ umieszcza się 0,04mola drobno sproszkowanego i suchego acetanilidu oraz 5,5cm³ lodowatego kwasu octowego. Zawartość zlewki energicznie miesza się i dodaje do niej 19,9 g stężonego kwasu siarkowego(VI). Podczas dodawania kwasu siarkowego mieszanina rozgrzewa się i staje się klarowna. Zlewkę umieszcza się w mieszaninie chłodzącej składającej się z drobno pokruszonego lodu i soli. Podczas mieszania mechanicznie zawartości zlewki, gdy temperatura mieszaniny reakcyjnej spadnie do 0-2°C, dodaje się do niej pipetą zimną mieszaninę nitrującą (3,35 g stężonego kwasu azotowego i 2,7 g stężonego kwasu siarkowego). Podczas dodawania mieszaniny nitrującej należy uważać by temperatura mieszaniny reakcyjnej nie wzrosła powyżej 10°C. Po zakończeniu dodawania mieszaniny nitrującej, zlewkę wyjmuje się z łaźni chłodzącej i odstawia na 1 godz. w temperaturze pokojowej. Następnie mieszaninę poreakcyjną wylewa się na 50g drobno pokruszonego lodu. Surowy *p*-nitroacetanilid natychmiast się wytrąca. Zawiesinę produktu pozostawia się na 15 min., po czym produkt odsącza na lejku Büchnera, osad starannie przemywa wodą¹ (aż do obojętnego odczynu przesącza, sprawdzonego papierkiem wskaźnikowym) i dokładnie odciska. Surowy, jasnożółty produkt po przekrystalizowaniu z etanolu i wysuszeniu na powietrzu na bibule filtracyjnej, tworzy drobne, bezbarwne kryształy.

Efektywność krystalizacji należy określić za pomocą chromatografii cienkowarstwowej. w tym celu na płytkę o wymiarach 20X5 cm, pokrytą warstwą Silica Gelu G, należy nanieść w postaci 3 plamek o średnicy około 2-3 mm acetonowe roztwory surowego i przekrystalizowanego produktu (plamki a i B), oraz **zateżony** przesącz po krystalizacji (plamka C). Chromatogram rozwija się w mieszaninie toluen:octan etylu (4:1).

Po obejrzeniu w świetle UV i zaznaczeniu widocznych plamek składników, pozostałe składniki uwidacznia się w komorze jodowej.

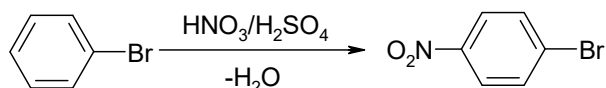
Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

¹ *Najszybciej osad od kwasu można odmyć przenosząc osad z lejka do zlewki, w której miesza się go z wodą i ponownie sączy. Czynność tę należy powtórzyć 3-4 krotnie.*

15. *p*-BROMONITROBENZEN



Odczynniki

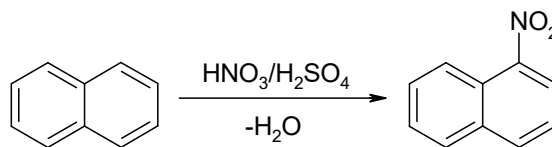
- bromobenzen 0,033 mola ($d=1,488\text{g/cm}^3$)
- kwas siarkowy stężony 12,3 g
- kwas azotowy stężony 0,10 mola

W kolbie kulistej o pojemności 50 ml przyrządza się mieszaninę 0,1 mola stężonego kwasu azotowego(V) i 12,3 g stężonego kwasu siarkowego(VI) (kwas siarkowy(VI) dodaje się porcjami wstrząsając i chłodząc mieszaninę) i oziębia ją do temperatury otoczenia. Kolbę łączy się z chłodnicą zwrotną i w ciągu około 15 minut dodaje się 0,033 mola bromobenzenu porcjami po $0,5\text{ cm}^3$. Podczas dodawania bromobenzenu kolbę należy energicznie wstrząsać, przy czym temperatura nie powinna przekroczyć $50\text{--}60^\circ\text{C}$; w razie potrzeby kolbę chłodzi się bieżącą wodą. Gdy temperatura przestaje wzrastać samorzutnie na skutek ciepła reakcji, mieszaninę reakcyjną ogrzewa się we wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 minut. Po ostygnięciu do temperatury pokojowej zawartość kolby wylewa się, mieszając, do 50 ml zimnej wody, odsącza się *p*-bromonitrobenzen na lejku Büchnera, przemywa starannie zimną wodą, w końcu jak najdokładniej odsysa (odcisnąć). Produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu.

Literatura

- A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006*
R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

16. 1-NITRONAFTALEN (α -nitronaftalen)



Odczynniki:

- naftalen 0,032 mola
- kwas azotowy(V) stężony 0,0522 mola
- kwas siarkowy(VI) stężony 0,059 mola
- etanol

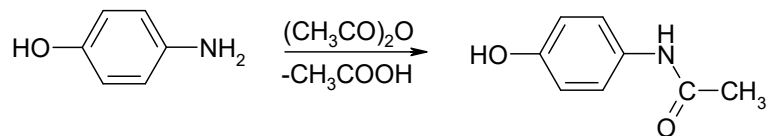
W kolbie kulistej o pojemności 50 ml umieszcza się 0,0522 mola kwasu azotowego(V) i wstrząsając dodaje porcjami 0,059 mola stężonego kwasu siarkowego(VI). Mieszaninę należy przy tym chłodzić zanurzając ją w zimnej wodzie. w mieszaninie nitrującej umieszcza się termometr i dodaje małymi porcjami, wstrząsając energicznie, 0,032 mola dokładnie sproszkowanego naftalenu. Należy przy tym utrzymywać temperaturę 45–50°C, a w razie potrzeby chłodzić w wodzie z lodem. Po dodaniu całej ilości naftalenu mieszaninę ogrzewa się w łaźni wodnej o temperaturze 55–60°C w ciągu 30-40 minut, aż do zaniku zapachu naftalenu. Mieszaninę wylewa się do 50 ml zimnej wody, w wyniku czego 1-nitronaftalen opada na dno. Po zdekantowaniu cieczy zbity osad wygotowuje się kilkakrotnie w ciągu 15 minut ze 50 ml wody, aż do zaniku kwaśnego odczynu cieczy i wlewa stopiony nitronaftalen cienkim strumieniem, silnie mieszając do zlewki z 50 ml zimnej wody, w której zastyga on w postaci czerwono-żółtych ziaren. Produkt odsącza się na lejku Büchnera, przemywa wodą, wyklada pomiędzy dwa kawałki kilkakrotnie złożonej bibuły, ponownie odciska i suszy pomiędzy dwoma suchymi bibułami. Surowy 1-nitronaftalen krystalizuje się z mieszaniny woda:etanol (2:1).

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

17. 4-ACETAMIDOFENOL (paracetamol)



Odczynniki

- 4-aminofenol 0,05 mola
- bezwodnik octowy 0,06 mola (1,075g/cm³)

W kolbie o pojemności 50 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, ogrzewa się do wrzenia przez 15 min. zawiesinę 0,05 mola p-aminofenolu w 15 cm³ wody destylowanej i 0,06 mola bezwodnika octowego. Ogrzewanie prowadzi się pod wyciągiem. w trakcie ogrzewania p-aminofenol rozpuszcza się całkowicie. Po ochłodzeniu mieszaniny, wytracają się kryształy surowego produktu. Jeśli kryształy nie powstają, dodajemy wodę destylowaną, ciągle mieszając. Surowy produkt odsącza się na lejku Buchnera i przemywa kilkakrotnie wodą destylowaną. Otrzymany produkt rekrystalizuje się z wody destylowanej i suszy na powietrzu.

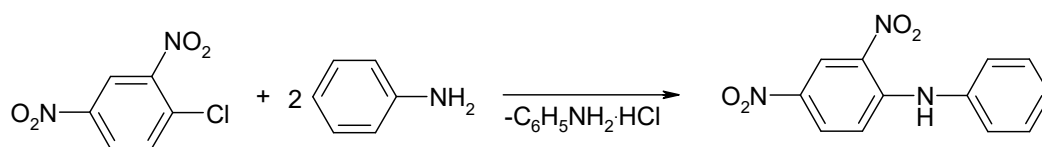
Czystość otrzymanego produktu ocenia się na podstawie chromatografii cienkowarstwowej, wobec substratu (p-aminofenolu), oraz wzorca z tabletki zawierającej paracetamol. Chromatografię przeprowadzamy na płytkach chromatograficznych pokrytych SiO₂ ze wskaźnikiem fluorescencyjnym. Chromatogram rozwijamy trzykrotnie w układzie CHCl₃:MeOH w stosunku objętościowym 16:1. Detekcję plamek na chromatogramie wykonujemy w świetle UV, a następnie w komorze z parami jodu.

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

18.2,4-DINITRODIFENYLOAMINA



Odczynniki

- anilina 0,021 mola ($d=1,0175 \text{ g/cm}^3$)
- 1-chloro-2,4-dinitrobenzen 0,01 mola

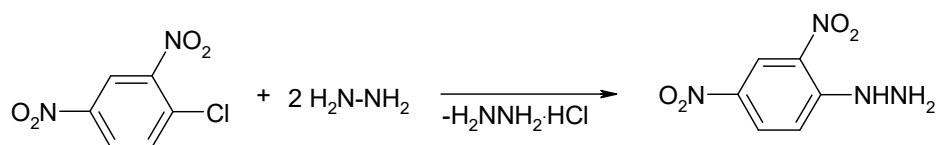
W kolbie stożkowej o poj. 100 cm^3 umieszcza się 0,021 mola aniliny i dodaje małymi porcjami 0,01 mola drobno sproszkowanego 1-chloro-2,4-dinitrobenzenu. Początkowo obserwuje się spadek temperatury od temperatury pokojowej do około 10°C . Podczas dodawania dalszych porcji odczynnika temperatura wzrasta do około 15°C . w miarę dodawania 1-chloro-2,4-dinitrobenzenu mieszanina reakcyjna stopniowo gęstnieje i przybiera czerwony kolor. Po dodaniu całej ilości reagenta, kolbę należy przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej przez godzinę w temperaturze ok. 80°C . Po tym czasie do mieszaniny poreakcyjnej wlewa się 75 cm^3 zimnej wody, dokładnie miesza, a następnie sączy pod zmniejszonym ciśnieniem. Osad przemywa się na sączku 5% roztworem kwasu solnego, następnie wodą, aż do uzyskania obojętnego odczynu przesącza. Surowy produkt (około $\frac{1}{4}$) krystalizuje się z etanolu.

Należy zmierzyć temperaturę topnienia surowego i oczyszczonego produktu.

Literatura:

- A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006*
R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

19. 2,4-DINITROFENYLOHYDRAZYNA



Odczynniki

- siarczan hydrazyny 0,018 mola
- octan sodu bezwodny 0,07 mola
- 1-chloro-2,4-dinitrobenzen 0,008 mola

W zlewce o poj. 100 cm³ umieszcza się 0,018 mola siarczanu hydrazyny w 10cm³ wody i następnie dodaje się 0,07 mola bezwodnego octanu sodu. Całość ogrzewa się do słabego wrzenia przez 5 min., ochładza do ok. 50°C i dodaje 10cm³ alkoholu etylowego. Osad soli nieorganicznych odsącza się na lejku Büchnera i przemywa 5 cm³ alkoholu etylowego. Otrzymany roztwór hydrazyny umieszcza się w kolbie okrągłodennej, dodaje ciepły roztwór 1-chloro-2,4-dinitrobenzenu w 15cm³ ciepłego alkoholu etylowego. Całość ogrzewa się do łagodnego wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 1 godz. (w trakcie ogrzewania wydziela się czerwono-fioletowy osad produktu). Po zakończeniu ogrzewania zawartość kolby ochładza się, produkt odsącza i przemywa 5cm³ gorącej wody, a następnie 5 cm³ gorącego alkoholu etylowego. Produkt suszy się strumieniem powietrza (pozostawiając na kilkanaście minut w zestawie do sączenia podłączonego do próżni). Czysty produkt otrzymuje się po krystalizacji (1/4 otrzymanej ilości) z etanolu.

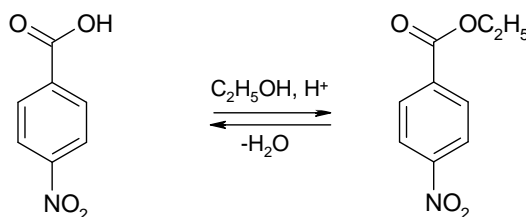
Należy zmierzyć temperaturę topnienia surowego i oczyszczonego produktu.

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

20. *p*-NITROBENZOESAN ETYLU



Odczynniki:

- kwas *p*-nitrobenzoesowy 0,03 mola
- etanol 0,5 mola
- kwas siarkowy(VI) stęż. 11 cm³
- węgiel sodu 5 % 20 cm³

0,03 mola kwasu *p*-nitrobenzoesowego, 0,5 mola etanolu i 11 cm³ stęż. H₂SO₄ ogrzewać w kolbie okrągłodennej pod chłodnicą zwrotną, w temperaturze wrzenia przez 1 godz. Produkt reakcji po oziębieniu do temperatury ok. 50 °C wlać do mieszaniny 15 cm³ wody i 25 g lodu. Wydzielony ester odsączyć, przemyć małą ilością wody i oczyścić. Najpierw rozetrzeć osad z 20 cm³ 5 % roztworu Na₂CO₃ i ponownie odsączyć, przemywając zimną wodą. Jeszcze wilgotny surowy produkt rozpuścić na gorąco pod chłodnicą zwrotną w jak najmniejszej ilości etanolu, ogrzewać do wrzenia, dodać przez chłodnicę wodę do lekkiego zmętnienia, usunąć zmętnienie kilkoma kroplami etanolu, dodać węgiel aktywny i ogrzewać z nim ok. 5 min. Roztwór przesączyć następnie przez ogrzewany lejek z sączkiem karbowanym, przesącz energicznie schłodzić, osad odsączyć i wysuszyć.

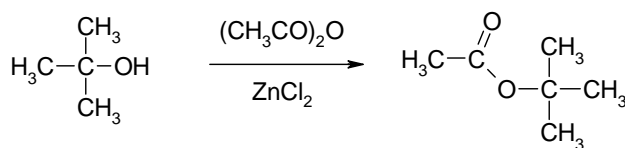
Literatura:

J. Bojarski, „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej” Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

21. OCTAN *tert*-BUTYLU



Odczynniki:

- bezwodnik octowy (świeżo dest.) 0,212 mola ($d = 1,08 \text{ g/cm}^3$)
- bezw. alkohol *tert*-butylowy 0,212 mola ($d=0,78 \text{ g/cm}^3 (30^\circ\text{C})$)
- bezw chlorek cynku (ZnCl_2) 0,06 g
- bezw. K_2CO_3
- 10 % roztwór węglańu sodu

Do kolby kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną (zabezpieczoną przed dostępem wilgoci rurką z chlorkiem wapnia) wprowadzić 0,212 mola świeżo przedestylowanego bezwodnika octowego, 0,212 mola bezw. alkoholu *tert*-butylowego (*alkohol tert-butylowy suszy się tlenkiem wapnia lub bezw. siarczanem wapnia i destyluje*) i 0,06 g bezw. ZnCl_2 . Kolbę potrząsnąć kilkakrotnie a następnie ogrzać mieszaninę reakcyjną do temperatury wrzenia i utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia przez 2 godz.. Następnie mieszaninę ochłodzić. Chłodnicę zwrotną zamienić na chłodnicę do destylacji prostej zaopatrzoną w sprawną kolumnę frakcyjną i prowadzić destylację tak długo aż temperatura oparów nie osiągnie 110°C . Surowy destylat przemyć dwiema porcjami wody po 5 cm^3 a następnie porcjami po 5 cm^3 10 % roztworu węglańu sodu do chwili aż warstwa estrowa stanie się obojętna wobec papierka lakmusowego. Warstwę estrową suszy się bezw. węglanem potasu. Po odsączeniu środka suszącego produkt oczyszcza się poprzez destylację frakcyjną.

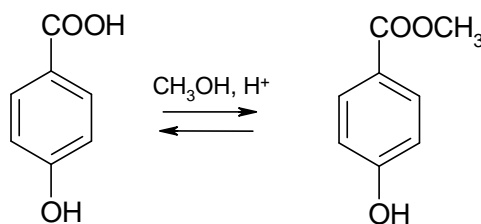
Literatura:

A.I. Vogel, „Preparatyka Organiczna – wydanie trzecie zmienione”, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2006.

J. McMurry, „Chemia organiczna”, Wydawnictwo naukowe PWN.

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

22. *p*-HYDROKSYBENZOESAN METYLU



Odczynniki:

- kwas *p*-hydroksybenzoesowy 0,05 mola
- metanol 0,25 mola ($d = 0,79 \text{ g/cm}^3$)
- kwas siarkowy (VI) stężony $2,7 \text{ cm}^3$

0,05 mola kwasu *p*-hydroksybenzoesowego, 0,25 mola metanolu i $2,7 \text{ cm}^3$ stężonego kwasu siarkowego ogrzewać w kolbie okrągłodennej pod chłodnicą zwrotną przez 2 godz. w temperaturze wrzenia. Po tym czasie otrzymany roztwór ochłodzić najpierw w zimnej wodzie, potem dodać 15 cm^3 zimnej wody a następnie całość ochłodzić w mieszaninie oziębiającej. Wydzielony ester odsączyć i rozetrzeć z 25 cm^3 wody i ponownie odsączyć. Oczyszczanie przez krystalizację przeprowadzić w następujący sposób: surowy, wilgotny produkt rozpuścić na gorąco pod chłodnicą zwrotną w jak najmniejszej ilości etanolu, dodać wody przez chłodnicę (do lekkiego zmętnienia), usunąć zmętnienie niewielką ilością etanolu, dodać węgiel aktywny, ogrzać w temperaturze wrzenia przez 3 min., przesączyć przez sącdek karbowany w ogrzewanym lejku a przesącz ochłodzić, mieszając, aby uniknąć zbijania się osadu w grudki. Otrzymany osad odsączyć.

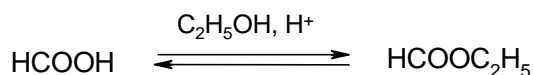
Literatura:

J. Bojarski, „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej”, Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

23. MRÓWCZAN ETYLU



Odczynniki:

- kwas mrówkowy 85 % 0,165 mola ($d = 1,20 \text{ g/cm}^3$)
- etanol bezwodny 0,165 mola ($d = 0,79 \text{ g/cm}^3$)
- chlorek wapniowy krystaliczny ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0,017 mola
- węglan potasu bezwodny

Do kolby okrągłodennej wprowadzić mieszaninę kwasu mrówkowego, alkoholu etylowego i chlorku wapnia (**uwaga:** reakcję można prowadzić również z alkoholem etylowym 96 %-owym; chlorek wapnia użyty w ćwiczeniu może być technicznym $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Zmontować zestaw do destylacji frakcyjnej i ogrzewać **łagodnie** mieszaninę reakcyjną, regulując temperaturę tak, aby zapewnić powolną i równomierną destylację estru tworzącego się podczas ogrzewania (destylacja estru trwa ok. 1 godz.). Odbieralnik należy chłodzić w łaźni lodowej. Mrówczan etylu zbiera się w temp. 53-55 °C. Surowy produkt należy oczyścić na drodze destylacji zwykłej znad bezwodnego węglanu potasu. Zbierać frakcję wrzącą w temp. 53-54 °C. ($d = 0,9168 \text{ g/cm}^3$).

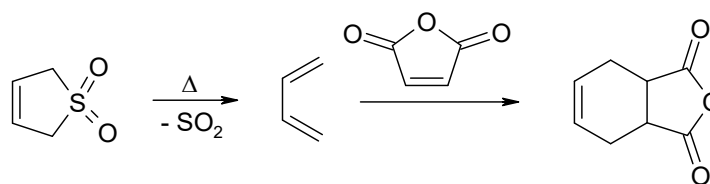
Literatura:

J. Bojarski, „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej” Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

24. BEZWODNIK 1,2,3,6-TETRAHYDROFTALOWY



Odczynniki:

- 3-sulfofen 0,014 mola
- bezwodnik maleinowy 0,009 mola
- ksylen suszony nad sitami 10 cm³
- toluen 1 cm³
- eter naftowy ~ 7 cm³

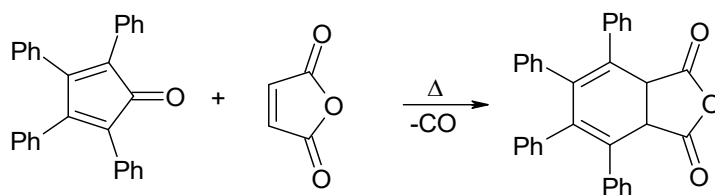
W kolbie kulistej trójszyjnej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 0,014 mola 3-sulfofenu, 0,009 mola bezwodnika maleinowego oraz 10 cm³ suchego ksylenu. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w temperaturze wrzenia przez 20 min. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury pokojowej dodaje się 1 cm³ toluenu, a następnie powoli wkrapla się eter naftowy aż do uzyskania bardzo lekkiego zmętnienia (potrzebna ilość eteru naftowego ok. 5-7 cm³). Uzyskany mętny roztwór podgrzewa się do sklarowania i natychmiast chłodzi w łaźni lodowej. Powstały osad odsącza się na lejku Büchnera i przemywa się zimnym eterem naftowym (Nie używać nadmiaru eteru naftowego przy przemywaniu). Oznaczyć temperaturę topnienia.

Literatura

J. Mc Murry „Chemia Organiczna” 2003

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

25. BEZWODNIK 3,4,5,6-TETRAFENYLODIHYDROF TALOWY



Odczynniki:

- tetrafenylcyklopentadienon 0,0091 mola
- bezwodnika maleinowego 0,0097 mola
- bromobenzen 5 cm³
- benzyna lekka o temp. wrzenia 60-80°C 20 cm³

W kolbie kulistej o pojemności 50 cm³ zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieścić 0,0091 mola tetrafenylcyklopentadienonu, 0,0097 mola bezwodnika maleinowego oraz 5 cm³ bromobenzenu. Zawartość kolby ogrzewać w temperaturze łagodnego wrzenia pod wyciągiem przez 1,5h. Następnie mieszaninę ochłodzić do temperatury pokojowej i dodać 15 cm³ benzyny lekkiej. Otrzymany produkt odsączyć na lejku Büchnera, przemyć benzyną lekką, wysuszyć. Następnie rozpuścić osad w gorącym toluenie przesączyć i do gorącego przesącza dodać benzynę lekką, mieszaninę ochłodzić w łaźni lodowej. Oddzielić wytrącony produkt przez filtrację (lejek Buchnera), przemyć benzyną lekką, wysuszyć. Oznaczyć temperaturę topnienia produktu.

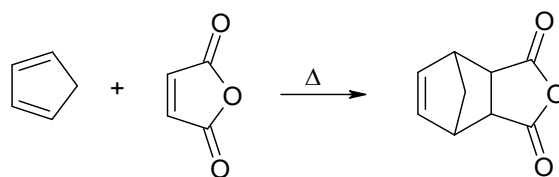
Literatura

A.I Vogel „Preparatyka Organiczna” 2006

J. Mc Murry „Chemia Organiczna” 2003

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia Organiczna” 1998

26. BEZWODNIK BICYKLO [2.2.1]HEPTA-5-EN-2,3- -DIKARBOKSYLOWY



Odczynniki:

- bezwodnik maleinowy 0,03 mola
- cyklopentadien 0,025 mola
- octanu etylu 10 cm³

Uwaga! Ćwiczenie wykonujemy pod wyciągiem!

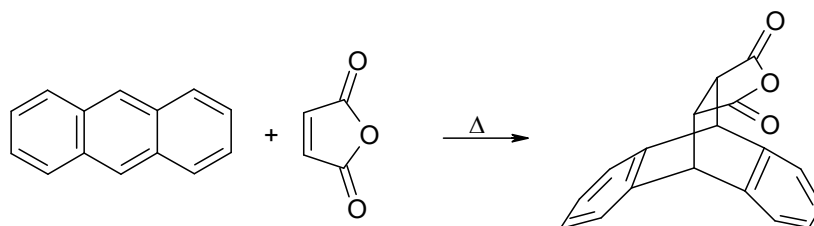
0,025 mola rozdrobnionego bezwodnika maleinowego należy rozpuścić w 10 cm³ octanu etylu w kolbie Erlenmeyera o pojemności 100 cm³ (w razie potrzeby ogrzać). Dodać 10 cm³ ligroiny i umieścić mieszaninę w łaźni lodowej. Następnie do ochłodzonej (homogenicznej) mieszaniny dodać 0,03 mola świeżo destylowanego cyklopentadienu. Roztwór mieszać (mieszadło magnetyczne) aż do zakończenia wytrącania produktu, ciągle chłodzić w łaźni lodowej. Produkt krystalizować z mieszaniny macierzystej (nie odsączać otrzymanego produktu) ogrzewać mieszaninę do rozpuszczenia produktu (ale nie do wrzenia!), następnie pozostawić w temperaturze pokojowej aż do zakończenia krystalizacji. Produkt odsączyć na lejku Büchnera. Oznaczyć temperaturę topnienia produktu.

Literatura

J. Mc Murry, „*Chemia Organiczna*” 2003

R. T. Morrison, R. N. Boyd, „*Chemia Organiczna*” 1998

27. BEZWODNIK 9,10-DIHYDROANTRACENO-9,10-ENDO- α,β - -BURSZTYNOWY



Odczynniki:

- antracen 0,025 mola
- bezwodnik maleinowy 0,05 mola
- ksylen suszony nad sitami 40 cm³

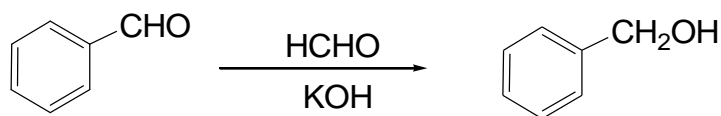
W kolbie okrągłodennej o poj. 100 cm³, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 0,025 mola antracenu, 0,05 mola bezwodnika maleinowego oraz 35 cm³ ksylenu. Mieszaninę ogrzewa się w temperaturze wrzenia przez 30 min, często wstrząsając. Następnie roztwór chłodzi się w łaźni lodowej. Krystaliczny produkt odsącza się na lejku Büchnera. Produkt jest silnie higroskopijny, suszyć w eksykatorze próżniowym. Oznaczyć temperaturę topnienia produktu.

Literatura

J. Mc Murry „*Chemia Organiczna*” 2003

R. T. Morrison, R. N. Boyd „*Chemia Organiczna*” 1998

28.ALKOHOL BENZYLOWY



Odczynniki:

- benzaldehyd ($d=1,04\text{g/cm}^3$) - 0,1 mola
- aldehyd mrówkowy (formalina 40%, $d=1,08\text{g/cm}^3$) 0,13 mola
- wodorotlenek potasu 0,30 mola
- metanol 30 cm^3

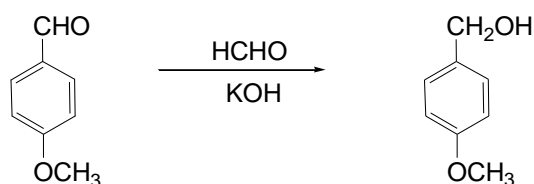
W kolbie trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło, termometr, chłodnicę zwrotną i wkraplacz, ogrzewa się do temp. 65°C mieszaninę 0,10 mola benzaldehydu, 30 cm^3 metanolu i 0,13 mola aldehydu mrówkowego w postaci formaliny. Następnie wkrapla się, mieszając, roztwór 0,30 mola wodorotlenku potasu w 13 cm^3 wody z taką szybkością, aby w wyniku zewnętrznego chłodzenia wodą utrzymywała się temp. $65-75^\circ\text{C}$. Po wkropleniu całej ilości ługu potasowego ogrzewa się jeszcze 40 min do temp. 70°C i na koniec ogrzewa do wrzenia w ciągu 20 min. Następnie chłodzi się, dodaje 70 cm^3 wody i wydzielony olej rozpuszcza w eterze. Warstwę organiczną przemywa się wodą i suszy siarczanem sodu. Po usunięciu eteru produkt oczyszcza się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem ($98^\circ\text{C}/14\text{ mmHg}$).

Literatura:

B. Bochwic „Preparatyka organiczna”, PWN, Warszawa 1971

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

29. ALKOHOL *p*-METOKSYBENZYLOWY



Odczynniki:

- aldehyd anyżowy ($d=1,119\text{g/cm}^3$) 0,1 mola
- aldehyd mrówkowy (formalina 40%, $d=1,08\text{g/cm}^3$) 0,13 mola
- wodorotlenek potasu 0,30 mola
- metanol 30 cm^3

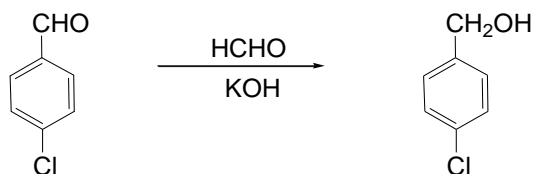
W kolbie trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło, termometr, chłodnicę zwrotną i wkraplacz, ogrzewa się do temp. 65°C mieszaninę 0,10 mola aldehydu anyżowego, 30 cm^3 metanolu i 0,13 mola aldehydu mrówkowego. Następnie wkrapla się, mieszając, roztwór 0,30 mola wodorotlenku potasu w 13 cm^3 wody z taką szybkością, aby w wyniku zewnętrznego chłodzenia wodą utrzymywała się temp. $65\text{-}75^\circ\text{C}$. Po wkropleniu całej ilości ługu potasowego ogrzewa się jeszcze 40 min do temp. 70°C i na koniec ogrzewa do wrzenia w ciągu 20 min. Następnie chłodzi się, dodaje 70 cm^3 wody i wydzielony olej rozpuszcza w eterze. Warstwę organiczną przemywa się wodą i suszy siarczanem sodu. Po usunięciu eteru produkt oczyszcza się przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem ($136^\circ\text{C}/12\text{mmHg}$, t.t. 23°C).

Literatura:

B. Bochwic „Preparatyka organiczna”, PWN, Warszawa 1971

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

30. ALKOHOL *p*-CHLOROBEZYLLOWY



Odczynniki:

- | | |
|--|------------------|
| • <i>p</i> -chlorobenzaldehyd | 0,03 mola |
| • aldehyd mrówkowy (formalina 40%, $d=1,08\text{g/cm}^3$) | 0,04 mola |
| • wodorotlenek potasu | 0,15 mola |
| • metanol | 10 cm^3 |

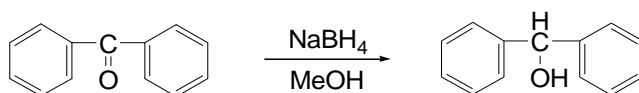
W kolbie trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło, termometr, chłodnicę zwrotną i wkraplacz, ogrzewa się do temp. 65°C mieszaninę 0,03 mola aldehydu, 10 cm^3 metanolu i 0,04 mola aldehydu mrówkowego. Następnie wkrapla się, mieszając, roztwór 0,15 mola wodorotlenku potasu w 4 cm^3 wody z taką szybkością, aby w wyniku zewnętrznego chłodzenia wodą utrzymywała się temp. $65\text{-}75^\circ\text{C}$. Po wdropleniu całej ilości ługu potasowego ogrzewa się jeszcze 40 min do temp. 70°C i na koniec ogrzewa do wrzenia w ciągu 20 min. Następnie chłodzi się, dodaje 20 cm^3 wody i wydzielony olej rozpuszcza w eterze. Warstwę organiczną przemywa się wodą i suszy siarczanem sodu. Po usunięciu eteru produkt oczyszcza się przez krystalizację z wody.

Literatura:

B. Bochwic „Preparatyka organiczna”, PWN, Warszawa 1971

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

31.BENZHYDROL (difenylometanol)



Odczynniki:

- benzofenon 0,025 mola
- borowodorek sodu 0,026 mola
- metanol 50 cm³

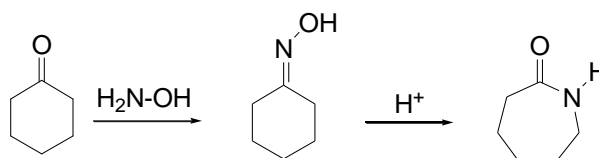
W kolbie zaopatrzonej w termometr i chłodnicę zwrotną, umieszcza się benzofenon oraz metanol i całość miesza się na mieszadle magnetycznym do całkowitego rozpuszczenia. Następnie przez wolną szyjkę dodaje się przy pomocy łopatką małą porcję borowodoru sodu i szyjkę zamyka się korkiem. Natychmiast rozpoczyna się energiczna reakcja. Po jej zakończeniu, następne porcje odczynnika redukującego dodaje się z taką szybkością, aby temperatura nie przekroczyła 40°C. Po dodaniu borowodoru sodu zawartość kolby miesza się przez 1 godz. w temperaturze pokojowej, a następnie ogrzewa do wrzenia w ciągu 15 minut. Po ochłodzeniu dodaje się 5 cm³ wody, przenosi do kolby okrągłodennej i odparowuje rozpuszczalnik na wyparce próżniowej. Do pozostałości dodaje się 75 cm³ wody i ekstrahuje trzykrotnie eterem dietylowym, porcjami po 25 cm³. Połączone warstwy eterowe suszy się nad bezwodnym siarczanem magnezu, sączy przez karbowany sączek do kolby okrągłodennej i odparowuje rozpuszczalnik na wyparce próżniowej. Pozostałość oczyszcza się przez krystalizację (z ligroiny - frakcja benzyny o temp. wrzenia 90-120°C lub etanolu).

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

32. KAPROLAKTAM



Odczynniki:

- chlorowodorek hydroksyloaminy 0,075 mola
- octan sodu 0,06 mola
- cykloheksanon ($d=0,948\text{g/cm}^3$) 0,05 mola
- stęż. kwas siarkowy

Oksym cykloheksanonu:

W kolbie trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszadło i wkraplacz, rozpuszcza się 0,075 mola chlorowodoru hydroksyloaminy i 0,06 mola octanu sodu w 40 ml wody. Zawartość kolby ogrzewa się na łaźni wodnej do temp. 60°C . Mieszając, wkrapla się 0,05 mola cykloheksanonu i mieszanie kontynuuje się w temp. 60°C jeszcze w ciągu pół godziny.

Po oziębieniu zawartości kolby do temp. 0°C odsąca się wydzielony oksym cykloheksanonu. Surowy produkt jest wystarczająco czysty, aby użyć go do następnego etapu (jeśli nie, należy przeprowadzić krystalizację z wody lub mieszaniny etanol/woda).

Kaprolaktam

Uwaga: do reakcji należy użyć całą ilość otrzymanego oksymu, a ilość kwasu siarkowego należy przeliczyć na ilość użytego do reakcji oksymu.

W temperaturze do 20°C , chłodząc i mieszając, miesza się w zlewce 2 equiv. stężonego kwasu siarkowego i 1 equiv. oksymu cykloheksanolu. Roztwór ten wkrapla się do 1,5 equiv. stężonego kwasu siarkowego ogrzanego do temp. 120°C , umieszczonego w kolbie trójszyjnej, zaopatrzonej w termometr, mieszadło, wkraplacz i chłodnicę zwrotną (**reakcja silnie egzotermiczna!**). Jeżeli temperatura opada poniżej 115°C , należy natychmiast przerwać wkraplanie roztworu oksymu do chwili, aż pod wpływem dodatkowego ogrzewania temperatura w kolbie osiągnie ponownie 120°C . Po wdropleniu całego roztworu oksymu ogrzewa się kolbę 20 min do temp. $125\text{-}130^\circ\text{C}$ i następnie oziębia. Zimną mieszaninę po reakcji wylewa się do lodu. Roztwór zobojętnia się stężonym amoniakiem wobec fenoloftaleiny, chłodząc mieszaniną lodu i soli kuchennej. Temperatura roztworu podczas

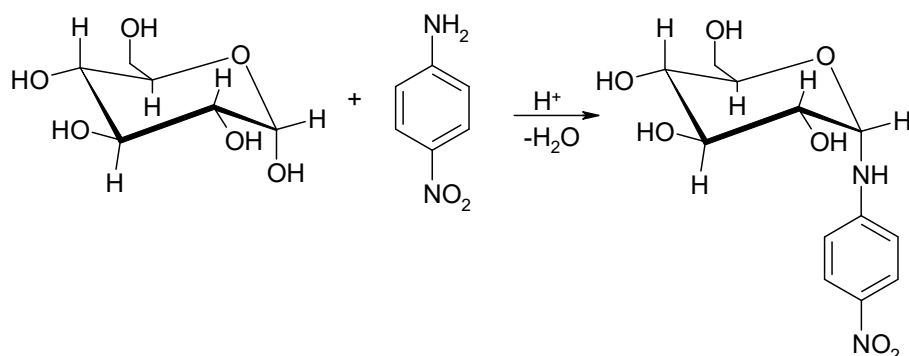
zobojętniania nie powinna przekroczyć 20°C. Kaprolaktam ekstrahuje się trzykrotnie chloroformem, porcjami po 30 cm³. Roztwór chloroformowy przemywa się wodą i suszy chlorkiem wapnia. Produkt krystalizuje się z heksanu lub eteru naftowego.

Literatura:

B. Bochwic „Preparatyka organiczna”, PWN, Warszawa 1971

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

33. N-GLUKOPIRANOZYD *p*-NITROANILINY



Odczynniki:

- *p*-nitroanilina 0,011 mola
- α -D-glukoza 0,01 mola
- alkohol metylowy 30 cm³
- kwas solny stęż. 2 krople
- eter dietylowy 15 cm³

W kolbie okrągłodennej umieszcza się 0,011 mola *p*-nitroaniliny, 0,01 mola α -D-glukozy, 30 cm³ alkoholu metylowego, dodaje 2 krople stęż. kwasu solnego i ogrzewa na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną do całkowitego rozpuszczenia osadu. Następnie zawartość kolby ochładza się, odsącza wydzielony żółty osad i przemywa 15 cm³ eteru. w celu oczyszczenia stosuje się krystalizację z metanolu. (ok. 120ml/1g).

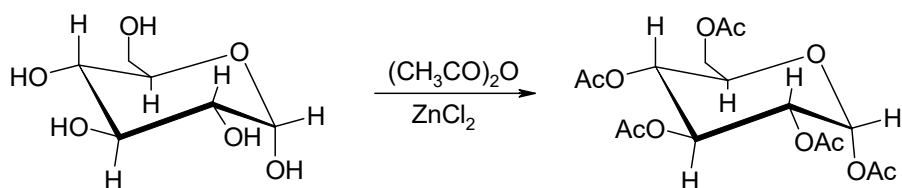
Zmierzyć kąt skręcenia płaszczyzny światła spolaryzowanego i obliczyć skręcalność właściwą $[\alpha]_D^T$.

Literatura:

Z. Jerzmanowska „Preparatyka organiczna związków chemicznych” PZWL, Warszawa 1972

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

34. 1,2,3,4,6-PENTA-O-ACETYLO- α -D-GLUKOPIRANOZA



Odczynniki:

- | | | |
|--|---|------------|
| • α -D-glukoza | - | 0,014 mola |
| • bezwodnik octowy ($d=1,08 \text{ g/cm}^3$) | - | 0,13 mola |
| • chlorek cynku | - | 0,5 g |

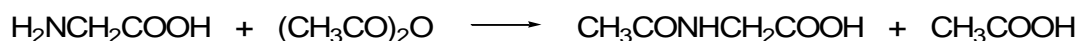
W kolbie kulistej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 0,5 g bezw. chlorku cynku (*chlerek cynku niezwykle łatwo rozpycha się na powietrzu; należy go jak najszybciej wprowadzić do kolby reakcyjnej*) i 0,13 mola bezwodnika octowego. Mieszaninę ogrzewa się na wrzącej łaźni wodnej, wstrząsając od czasu do czasu, przez 5-10 min., aż większość chlorku cynku ulegnie rozpuszczeniu. Wówczas powoli dodaje się 0,014 mola sproszkowanej α -D-glukozy. w czasie dodawania glukozy kolbę wstrząsa się łagodnie, aby kontrolować energicznie przebiegającą reakcję, a następnie mieszaninę ogrzewa się przez 1 h na wrzącej łaźni wodnej (*Ogrzewając kolbę bezpośrednio, można czas ogrzewania skrócić do 30 min. Otrzymuje się jednak wówczas produkt nieci zabarwiony i należy go krystalizować z dodatkiem węgla aktywnego*). Mieszaninę wylewa się do kolby zawierającej 125 cm³ wody z lodem i miesza energicznie, aby ułatwić hydrolizę nieprzereagowanego bezwodnika octowego. Wydziela się olej, który po ok. 30 min. stopniowo się zestala. Produkt odsąca się, przemywa dokładnie zimną wodą i krystalizuje z technicznego alkoholu.

Zmierzyć kąt skręcenia płaszczyzny światła spolaryzowanego (roztwór chloroformowy) i obliczyć skręcalność właściwą $[\alpha]_D^T$.

Literatura:

- A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006
R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

35.ACETYLOGLICZYNA



Odczynniki:

- glicyna 0,037 mola
- bezwodnik octowy ($d=1,08 \text{ g/cm}^3$) 0,08 mola

W kolbie okrągłodennej umieszcza się 0,037 mola glicyny w 20 cm^3 wody i miesza energicznie (mieszadło magnetyczne) do rozpuszczenia glicyny. Następnie dodaje się 0,08 mola bezwodnika octowego, miesza jeszcze 15-20 min., po czym roztwór chłodzi się. Wydzielony osad odsącza się i przemywa lodowatą wodą.

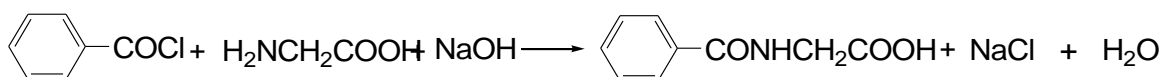
Dodatkową ilość acetyloglicyny uzyskuje się przez odparowanie przesączu do sucha pod zmniejszonym ciśnieniem z łaźni wodnej o temp. $50\text{-}60^\circ\text{C}$. w celu dalszego oczyszczenia należy przeprowadzić krystalizację z wody.

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

36. BENZOILOGLICYNA (Kwas hipurowy)



Odczynniki:

- glicyna 0,02 mola
- chlorek benzoilu ($d=1,211 \text{ g/cm}^3$) 0,026 mola
- wodorotlenek sodu 10% 20 cm^3
- czterochlorek węgla 14 cm^3

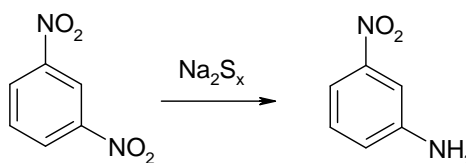
W kolbie stożkowej rozpuszcza się 0,02 mola glicyny w 20 cm^3 10% roztworu wodorotlenku sodowego i dodaje się w dwóch porcjach 0,026 mola chlorku benzoilu. Po wprowadzeniu każdej porcji kolbę zamyka się korkiem i energicznie wytrząsa do całkowitego rozpuszczenia chlorku benzoilu. Następnie do utworzonego roztworu, dodaje się niewielką ilość rozdrobnionego lodu i mieszając, powoli zakwasza stęż. kwasem solnym (papierek Kongo). Wydzielony drobnokrystaliczny osad odsącza się na lejku, przemywa wodą i dokładnie odciska. Wydzielony produkt umieszcza się w zlewce zawierającej 10 cm^3 czterochlorku węgla, przykrywa szkiełkiem zegarkowym i ogrzewa utrzymując mieszaninę w łagodnym wrzeniu przez 5 min. (ekstrakcja CCl_4 ma na celu usunięcie ewentualnego zanieczyszczenia niewielkimi ilościami kwasu benzoowego). Po ochłodzeniu odsącza się kwas hipurowy, przemywa 4 cm^3 CCl_4 i krystalizuje z wody z dodatkiem węgla aktywnego.

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006

R. T. Morrison, R. N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN, Warszawa 1990

37. *m*-NITROANILINA



Odczynniki:

- *m*-dinitrobenzen 0,08 mola
- siarka 0,16 mola
- siarczek sodu ($\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 0,10 mola
- stężony kwas solny 30 cm^3

W kolbie okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i wkraplacz umieścić 0,08 mola *m*-dinitrobenzenu i 100 cm^3 wody. Do wkraplacza wlać świeżo przygotowany z 0,16 mola siarki i 0,10 mola $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ roztwór wielosiarczku sodu¹. Zawartość kolby doprowadzić do wrzenia i wdroplić powoli (w ciągu 30 min.) roztwór wielosiarczku sodu. Następnie mieszaninę utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia przez 20 min. i pozostawić do ochłodzenia. Wytrącony osad odsączyć i dokładnie przemyć wodą. Osad przenieść do kolbki okrągłodennej zawierającej 100 cm^3 wody i 30 cm^3 stężonego kwasu solnego. Mieszaninę ogrzać i przez 15 min. utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia. w tym czasie *m*-nitroanilina przechodzi do roztworu a siarka oraz niezmieniony *m*-dinitrobenzen pozostają nierozpuszczone. Stałe związki odsączyć a przesącz zalkalizować stężonym roztworem amoniaku. z przesączu wytrąca się osad *m*-nitroaniliny, który należy odsączyć i przemyć wodą. Produkt oczyścić na drodze krystalizacji z wody.

¹ Przygotowanie roztworu wielosiarczku sodu:

W zlewce rozpuścić 0,1 mola siarczku sodu ($\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$) w 100 cm^3 wody. Następnie dodać 0,16 mola drobno sproszkowanej siarki i mieszaninę ogrzewać do momentu uzyskania klarownego roztworu.

Literatura:

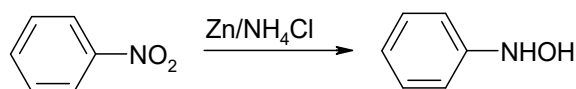
J. Bojarski „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej” Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996, (przepis zmodyfikowany).

J. McMurry „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R.T. Morrison, R.N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN.

38. p-AMINOFENOL

N-Fenylohydroksyloamina

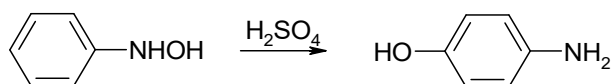


Odczynniki:

- nitrobenzen $d=1,20 \text{ g/cm}^3$ 0,10 mola
- pył cynkowy (o zawartości 90% cynku) 0,205 mola
- chlorek amonu 0,12 mola

W kolbie zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, termometr i mieszadło mechaniczne umieszcza się 0,12 mola chlorku amonu w 200 cm^3 wody, oraz 0,10 mola nitrobenzenu. Zawartość kolby miesza się energicznie i dodaje 0,205 mola pyłu cynkowego. Szybkość dodawania powinna być taka, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej szybko się podniosła do $60\text{-}65^\circ\text{C}$ i utrzymywała się w tych granicach aż do zakończenia dodawania cynku. Po zakończeniu dodawania cynku, miesza się jeszcze przez 15 min. Jeszcze gorącą mieszaninę poreakcyjną sączy się na lejku Büchnera, osad tlenku cynku przemywa się 30 cm^3 gorącej wody. Przesącz umieszcza się w kolbie erlenmajera, wysyca solą kuchenną i chłodzi przez godzinę w wodzie z lodem. Po tym czasie wytworzone białoróżowe kryształki N-fenylohydroksyloaminy odsąca się pod zmniejszonym ciśnieniem i dobrze odciska, a następnie suszy przez 15 min. w strumieniu powietrza (włączona pompka wodna). Osad przenosi się do kolbki erlenmajera, dodaje około 50 cm^3 eteru dietylowego. Po rozpuszczeniu się produktu (na dnie pozostaje nierozpuszczalny osad soli nieorganicznych), eterowy roztwór przesącza się na sączku karbowanym i suszy bezw. siarczanem sodu (jeżeli na dnie eterowego roztworu znajduje się duża ilość wody, należy przed suszeniem oddzielić ją w rozdzielaczu). Po odparowaniu eteru otrzymuje się produkt dostatecznie czysty do dalszej reakcji.

p-Aminofenol



Odczynniki:

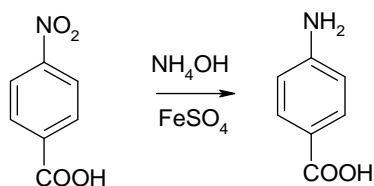
- N-fenylhydroksyloamina 0,05 mola
- kwas siarkowy stężony 20 cm³
- 10% roztwór dichromianu(VI) potasu 5 cm³

Do mieszaniny 20 cm³ stężonego kwasu siarkowego i 70 g lodu znajdującej się w zlewce o poj. 1 dm³ i zanurzonej w mieszaninie oziębiającej¹ należy dodawać powoli 0,05 mola N-fenylhydroksyloaminy. Po dodaniu całej ilości substratu, mieszaninę rozcieńcza się 400 cm³ wody i ogrzewa do chwili, gdy po zadaniu próbki roztworem dichromianu(VI) potasu nie poczujemy zapachu nitrobenzenu (zapachu migdałów)². Następnie roztwór chłodzi się i zobojętnia wodorowęglanem sodu (pienienie), wysyca solą kuchenną i ekstrahuje eterem dietylowym, dwukrotnie, porcjami po 30 cm³. p-Aminofenol otrzymuje się po wysuszeniu ekstraktu siarczanem magnezu i odparowaniu rozpuszczalnika na wyparce.

¹ Mieszanina oziębiająca składająca się z 2/3 lodu i 1/3 soli kuchennej

² Ogrzewanie trwa około 15 min

39.KWAS *p*-AMINOBENZOESOWY



Odczynniki:

- kwas *p*-nitrobenzoesowy 0,025 mola
- amoniak 25 % 40 cm³
- siarczan żelaza (II) siedmiohydrat 0,175 mola
- lodowaty kwas octowy 1 cm³

W kolbie stożkowej rozpuścić 0,025 mola kwasu *p*-nitrobenzoesowego w 15 cm³ 25 % amoniaku i 12 cm³ wody (można delikatnie ogrzać mieszaninę). Otrzymany roztwór wprowadzić małymi porcjami do wrzącego roztworu siedmiohydratu siarczanu żelaza (II) w 90 cm³ wody, stale energicznie mieszając. Następnie dodać ok. 25 cm³ 25 % amoniaku do odczynu słabo alkalicznego. Gorącą mieszaninę przesączyć na lejku Büchnera, przemywając brunatny osad na sączku małą ilością gorącej wody. Przesącz zatężyć do około połowy objętości. Przesączyć ponownie i mieszając bagietką, strącić na gorąco kwas *p*-aminobenzoowy przez dodanie ok. 1 cm³ lodowatego kwasu octowego (należy unikać nadmiaru kwasu). Po oziębieniu w łaźni lodowej osad odsączyć, przemyć małą ilością zimnej wody i oczyścić na drodze krystalizacji z wody.

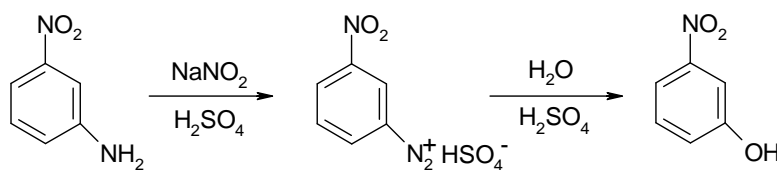
Literatura:

J. Bojarski „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej” Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996, str. 120-121.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R. Morrison, R. Boyd „Chemia organiczna” PWN.

40. *m*-NITROFENOL



Odczynniki:

- *m*-nitroanilina 0,036 mola
- kwas siarkowy (VI) stężony 32 cm³
- azotan (III) sodu 0,037 mola

Do zlewki zawierającej 10 cm³ wody dodać ostrożnie 8 cm³ stężonego kwasu siarkowego a następnie 0,036 mola drobno sproszkowanej *m*-nitroaniliny. Po dodaniu ok. 20-25 g pokruszonego lodu, całość mieszać tak długo, aż cała *m*-nitroanilina ulegnie przekształceniu w siarczan i utworzy jednolitą masę o konsystencji pasty. Zlewkę zanurzyć następnie w mieszaninie oziębiającej, ochłodzić do temperatury 0-5 °C i mieszając ostrożnie bagietką dodać w ciągu 10 min. oziębiony roztwór 0,037 mola azotanu (III) sodu w 6 cm³ wody; mieszanina reakcyjna powinna natychmiast i trwale zabarwić papierek jodoskrobiowy. Temperatura roztworu podczas diazowania nie może wzrosnąć powyżej 5-7 °C. Po dodaniu azotanu (III) sodu roztwór mieszać jeszcze przez 5-10 min. a następnie pozostawić na 5 min.. w tym czasie może wydzielić się niewielka ilość siarczanu *m*-nitrobenzenediazoniowego. Ciecz zdekantować znad osadu możliwie jak najdokładniej.

W czasie, gdy przebiega reakcja diazowania przygotować roztwór kwasu siarkowego: do kolby zawierającej 22 cm³ wody wlać ostrożnie 24 cm³ stężonego kwasu siarkowego. Roztwór ten ogrzać do temperatury wrzenia, po czym dodać z wkraplacza zdekantowaną ciecz (roztwór soli diazoniowej) z taką szybkością, aby mieszanina intensywnie wrzała (ok. 30 min.). Następnie dodać małymi porcjami pozostały po zdekantowaniu wilgotny osad z taką szybkością, aby uniknąć nadmiernego pienienia. Po dodaniu całej ilości soli diazoniowej mieszaninę ogrzewać przez 5 min. w temperaturze wrzenia, a następnie wylać do zlewki umieszczonej w lodowatej wodzie, energicznie mieszając w celu otrzymania jednorodnej krystalicznej masy. Surowy produkt po ochłodzeniu odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem, dobrze odcisnąć i przemyć czterokrotnie małymi porcjami lodowatej wody. Produkt ten przekrystalizować, rozpuszczając go w gorącym rozc. (1:1 obj.) kwasie solnym, zdekantować znad pozostałego ciemnego oleju, przesączyć i ochłodzić przesącz do 0°C. Otrzymane

kryształy *m*-nitrofenolu wysuszyć na powietrzu w temperaturze pokojowej. Po 24 godz. z roztworu macierzystego wydziela się drugi rzut krystalizacyjny.

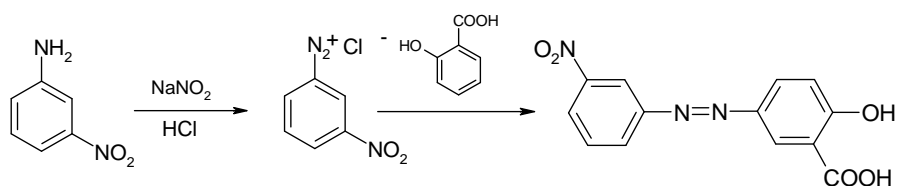
Literatura:

A.I. Vogel „Preparatyka Organiczna” wydanie trzecie zmienione, WNT, Warszawa 2006.

J. McMurry „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R.T. Morrison, R.N. Boyd „Chemia organiczna” PWN.

41. ŻÓLCIEŃ ALIZARYNOWA



Odczynniki:

- *m*-nitroanilina 0,014 mola
- kwas salicylowy (2-hydroksybenzoesowy) 0,014 mola
- azotan (III) sodu 0,017 mola
- kwas solny stężony 7 cm³
- węglan sodu bezw. 0,057 mola

W zlewce rozpuścić 0,014 mola *m*-nitroaniliny w 7 cm³ stężonego kwasu solnego i dodać 30 cm³ wody (mieszaninę należy delikatnie podgrzać do całkowitego rozpuszczenia osadu). Otrzymany roztwór ochłodzić do temperatury 0-1 °C przez dodanie kilku kawałków pokruszonego lodu a następnie diazować go przez powolne dodanie oziębionego roztworu 0,017 mola azotanu (III) sodu w 3-4 cm³ wody, pilnując aby temperatura nie przekroczyła 5 °C; chwilę mieszać bagietką i pozostawić w lodzie na ok. 10 min.. Roztwór diazowiazku, który przy normalnym przebiegu diazowania powinien być przezroczysty (jeżeli pojawia się zmętnienie lub osad roztwór należy koniecznie przesączyć) wlać, energicznie mieszając, do ochłodzonego do 0 °C roztworu 0,014 mola kwasu salicylowego i 0,057 mola węglanu sodu w 30 cm³ wody. Żółty osad barwnika po ukończeniu procesu sprzęgania odsączyć, lekko przemyć 10 % roztworem NaCl i wysuszyć. Temperatury topnienia jako kryterium czystości nie oznacza się, ponieważ związek topi się powyżej 250 °C

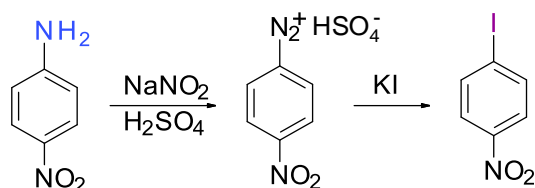
Literatura:

W. M. Rodionow, B. M. Bogusławski, A. M. Fiedorowa „Preparatyka Chemiczna Pólproduktów i Barwników Organicznych”, Łódź 1950, Część I

R.T. Morrison, R.N. Boyd, „Chemia organiczna” PWN.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

42. *p*-JODONITROBENZEN



Odczynniki:

- *p*-nitroanilina 0,018 mola
- kwas siarkowy (VI) stężony 2 cm³
- azotan (III) sodu 0,019 mola
- jodek potasu 0,03 mola

W zlewce zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne mieszać przez 1 godz. 0,018 mola *p*-nitroaniliny, 2 cm³ stężonego kwasu siarkowego (VI) i 15 cm³ wody. Otrzymany roztwór siarczanu (VI) *p*-nitroaniliny ochłodzić do 0-5 °C, zanurzając zlewkę w łaźni oziębiającej. Następnie dodać małymi porcjami oziębiony (poniżej 5 °C) roztwór 0,019 mola azotanu (III) sodu w 4 cm³ wody, często kontrolując temperaturę mieszaniny reakcyjnej (nie powinna przekraczać 5 °C). Zimny roztwór przesączyć a przesącz mieszając, dodać do umieszczonego w zlewce roztworu 0,03 mola jodku potasu w 15 cm³ wody i odczekać aż roztwór przestanie się pienić (ok. 30 min.). Wytrącony *p*-jodonitrobenzen odsączyć i przekrystalizować z alkoholu etylowego.

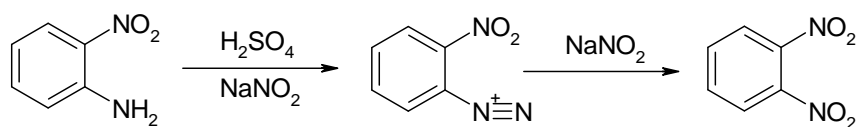
Literatura:

J. Bojarski „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej” Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996.

R.T. Morrison, R.N. Boyd „Chemia organiczna” PWN.

J. McMurry „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

43. 1,2-DINITROBENZEN



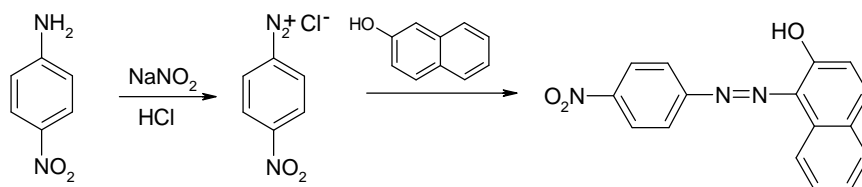
Odczynniki:

- o-nitroanilina 0,028 mola
- H₂SO₄ 0,080 mola w 18 cm³ H₂O
- NaNO₂ 0,028 mola + 0,52 mola
- CaCO₃ 7,14g

Przygotować wodny roztwór aminy w kwasie siarkowym (można łagodnie ogrzać). Następnie oziębic go do 0°C i wkroplic wodny 25% roztwór azotynu sodowego z taką szybkością aby temperatura nie przekroczyła 4°C. Podczas wkraplania mieszać mechanicznie. Po wkropleniu mieszać kolejne 20 minut utrzymując niską temperaturę. Skontrolować papierkiem jodoskrobiowym czy jest nadmiar HNO₂ jeżeli tak dodać około 0,8g mocznika.

Otrzymany roztwór zobojętnić wylewając do mieszaniny CaCO₃ z 14,3 g lodu, stale mieszając aż do zakończenia wydzielania się CO₂. Zobojętnioną mieszaninę dodać porcjami do zimnego roztworu 0,52 mola NaNO₂ w 29 g wody. W celu usunięcia wydzielającego się azotu ogrzać 10 minut do temperatury 70°C. Produkt wydzielic na drodze destylacji z para wodną, a następnie oczyścić przez krystalizację z wody.

44. CZERWIEN *p*-NITROANILINIOWA



Odczynniki:

- *p*-nitroanilina 0,02 mola
- 2-naftol 0,02 mola
- azotan (III) sodu 0,02 mola
- kwas solny stężony 6 cm³
- węglan sodu bezw. 0,047 mola
- 30 % roztwór NaOH 3 cm³

W kolbie okrągłodennej, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną rozpuścić na gorąco 0,02 mola *p*-nitroaniliny w 6 cm³ stężonego kwasu solnego i 6 cm³ wody. Powstały roztwór chlorowodoru *p*-nitroaniliny przelać następnie (jeszcze ciepły – oziębiony krzepnie w kolbie) do zlewki. Następnie dodać ok. 15 g drobno potłuczonego lodu i mieszając bagietką wsypać 0,02 mola drobno sproszkowanego azotanu(III) sodu. Temperatura reakcji nie powinna przekraczać 5°C (w razie potrzeby zlewkę wraz z zawartością należy chłodzić w łaźni oziębiającej). Zawartość zlewki mieszać, aż wydzielający się przejściowo osad ulegnie ponownie rozpuszczeniu. Następnie zlewkę umieścić w wodzie z lodem na ok. 10 min., po czym całość przesączyć. Przesącz powinien być zupełnie klarowny. Następnie sporządzić alkaliczny roztwór 2-naftolu (rozpuszczając 0,02 mola 2-naftolu w mieszaninie 3 cm³ 30 % wodorotlenku sodu, 0,047 mola węglanu sodu i 40 cm³ wody). Powstały roztwór naftolanu sodu ochłodzić się do temperatury 3°C, a następnie wlać do niego, otrzymany wcześniej, klarowny przesącz chlorku *p*-nitrofenyldiazoniowego, kontrolując temperaturę, która nie powinna przekroczyć 8°C. Wydzielony po chwili osad barwnika odsączyć na lejku Büchnera.

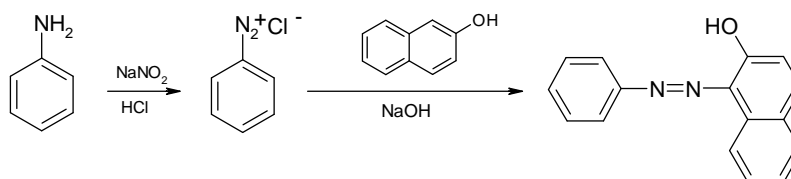
Literatura:

J. Bojarski „Ćwiczenia z preparatyki i analizy organicznej” Wydanie VI, Collegium Medicum UJ, Kraków 1996.

R.T. Morrison, R.N. Boyd „Chemia organiczna” PWN.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

45. 1-FENYLOAZO-2-NAFTOL



Odczynniki:

- anilina 0,054 mola (d = 1,022 g/cm³)
- kwas solny stężony 16 cm³
- azotan (III) sodu 0,058 mola
- 2-naftol 0,054 mola
- 10 % roztwór wodorotlenku sodu 45 cm³

W kolbie stożkowej rozpuścić 0,054 mola aniliny w mieszaninie 16 cm³ stężonego kwasu solnego i 16 cm³ wody. Kolbę ochłodzić w łaźni z pokruszonym lodem do temperatury poniżej 5 °C. Następnie sporządzić roztwór 0,058 mola azotanu (III) sodu w 20 cm³ wody i ochłodzić go w łaźni lodowej do temperatury 0-5 °C. Małymi porcjami (po 2-3 ml) dodać roztwór azotanu (III) sodu do zimnego i energicznie wytrząsanego roztworu chlorowodoru aniliny. w trakcie reakcji wydziela się ciepło. Nie można dopuścić do tego, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej wzrosła powyżej 10 °C (jeśli to konieczne należy dodać do niej kilka kawałków lodu). w przeciwnym razie związek diazoniowy i kwas azotowy (III) rozłożą się w znacznym stopniu. Ostatnie ok. 5 % roztworu azotanu (III) sodu należy dodawać wolniej (porcjami po ok. 1 ml). Po 3-4 min. wytrząsania, kroplę mieszaniny reakcyjnej (rozcieńczoną 3-4 kroplami wody) należy sprawdzić za pomocą papierka jodoskrobiowego. Jeśli papierek nie barwi się natychmiast na niebiesko w miejscu zetknięcia z roztworem, to trzeba do mieszaniny reakcyjnej dodać nową porcję (1 ml) azotanu (III) sodu. Po 3-4 min. ponownie wykonać test z papierkiem jodoskrobiowym. w ten sposób postępuje się do czasu, aż mieszanina reakcyjna będzie zawierać niewielki nadmiar kwasu azotowego (III).

W zlewce przygotować roztwór 0,054 mola 2-naftolu w 45 cm³ 10 % roztworu wodorotlenku sodu i ochłodzić go do temperatury 5 °C, zanurzając zlewkę w łaźni z lodem i jednocześnie dodając do zlewki ok. 25 g pokruszonego lodu. Do energicznie mieszanego roztworu 2-naftolu, dodawać *bardzo powoli* zimny roztwór soli diazoniowej; mieszanina reakcyjna barwi się na czerwono i wydziela się czerwony osad 1-fenyloazo-2-naftolu. Po dodaniu całego roztworu soli diazoniowej mieszaninę pozostawić na 30 min. w łaźni

lodowej, mieszając od czasu do czasu a następnie przesączyć powoli odciągając przesącz. Osad pozostały na lejku przemyć dokładnie wodą i starannie odcisnąć płaską końcówką szklanego korka. Ok. 1 g otrzymanego produktu oczyścić na drodze krystalizacji z etanolu. Obliczyć wydajność reakcji w oparciu o masę surowego produktu.

Literatura:

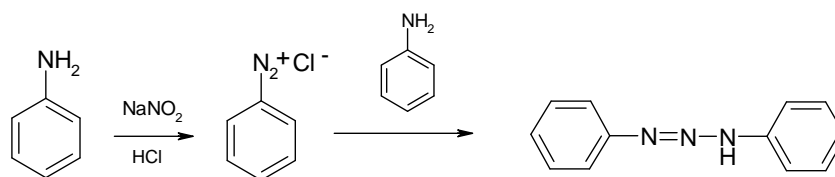
A.I. Vogel „Preparatyka Organiczna – wydanie trzecie zmienione”, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2006.

R.T. Morrison, R.N. Boyd, „Chemia organiczna” PWN.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

46. p-AMINOAZOBENZEN

DIAZOAMINOBENZEN



Odczynniki:

- anilina 0,1 mola ($d = 1,022 \text{ g/cm}^3$)
- kwas solny stężony 13 cm^3
- azotan (III) sodu 0,05 mola
- octan sodu krystaliczny 0,17 mola

W kolbie umieścić 50 cm^3 wody, 13 cm^3 stężonego kwasu solnego i 0,1 mola aniliny. Mieszaninę wytrząsnąć energicznie a następnie dodać ok. 35 g pokruszonego lodu. Ciągłe mieszając zawartość kolby, dodać w ciągu 15 min. roztwór 0,05 mola azotanu (III) sodu w 8 cm^3 wody. Całość pozostawić na 15 min., często wstrząsając, a następnie dodać w ciągu 5-10 min. roztwór 0,17 mola krystalicznego octanu sodu w 25 cm^3 wody – natychmiast wytrąca się żółty osad diazoaminobenzenu. Mieszaninę pozostawić na 45 min., często ją wstrząsając, przy czym nie należy pozwolić, aby jej temperatura wzrosła powyżej $20 \text{ }^\circ\text{C}$ (w razie potrzeby dodać lodu). Żółty osad diazoaminobenzenu odsączyć, przemyć zimną wodą, dokładnie odcisnąć i wysuszyć. Wydajność reakcji obliczyć uwzględniając masę surowego produktu reakcji. Niewielką ilość produktu oczyścić na drodze krystalizacji z benzyny lekkiej.

Do syntezy p-aminoazobenzenu można używać surowego produktu!

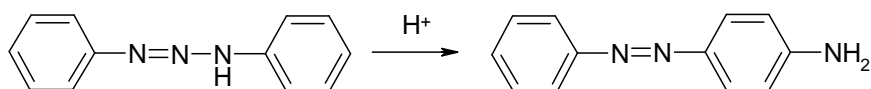
Literatura:

A.I. Vogel „Preparatyka Organiczna – wydanie trzecie zmienione” Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2006.

R.T. Morrison, R.N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN.

J. McMurry „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

p-AMINOAZOBENZEN



Odczynniki:

- diazoaminobenzen 0,025 mola
- anilina 0,15 mola ($d = 1,022 \text{ g/cm}^3$)
- kwas octowy lodowaty 0,26 mola ($d = 1,05 \text{ g/cm}^3$)
- chlorowodorek aniliny¹ 0,019 mola

W małej kolbie rozpuścić 0,025 mola drobno sproszkowanego diazoaminobenzenu w 0,15 mola aniliny i dodać do roztworu 0,019 mola drobno sproszkowanego chlorowodoru aniliny¹. Mieszaninę ogrzewać, często wstrząsając, przez 1 godz. na łaźni wodnej o temperaturze 40-45 °C, po czym pozostawić na 30 min.. Następnie dodać 0,26 mola lodowatego kwasu octowego, rozcieńczonego równą objętością wody. Zawartość kolby mieszać lub wstrząsać w celu przeprowadzenia nadmiaru aniliny w rozpuszczalny octan aniliny. Mieszaninę pozostawić na 15 min. często wstrząsając. Aminoazobenzen odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem, przemyć niewielką ilością wody i wysuszyć. Surowy produkt należy przekrystalizować z tetrachlorku węgla lub z rozcieńczonego etanolu (50 %) z dodatkiem kilku kropli stężonego roztworu amoniaku.

¹ Chlorowodorek aniliny można otrzymać przez zadanie 2 g aniliny stężonym kwasem solnym (użytym w nadmiarze, ok. 3 cm³), ochłodzenie mieszaniny, odsączenie osadu pod zmniejszonym ciśnieniem, przemyć go niewielką ilością eteru i wysuszenie pomiędzy dwiema warstwami bibuły filtracyjnej.

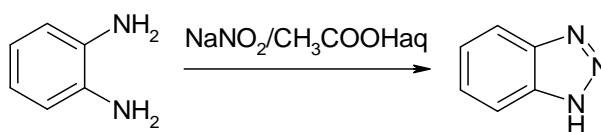
Literatura:

A.I. Vogel „Preparatyka Organiczna – wydanie trzecie zmienione” Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2006.

R.T. Morrison, R.N. Boyd „Chemia organiczna”, PWN.

J. McMurry „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

47. BENZOTRIAZOL



Odczynniki:

- 1,2-fenylenodiamina 0,05 mola
- kwas octowy bezw. 0,10 mola
- azotan(III) sodu 0,055 mola

Do intensywnie mieszanego i ochłodzonego do 15°C roztworu 1,2-fenylenodiaminy, oraz kwasu octowego w 15 ml wody, dodaje się zimny (temp. 10°C) roztwór azotanu(III) sodu w 7,5 ml wody¹. Po ostygnięciu mieszaniny do 35-40°C mieszaninę chłodzi się w łaźni lodowej w ciągu 30 min, odsącza surowy produkt i przemywa go 3 porcjami po 15 cm³ wody z lodu. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z wody².

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

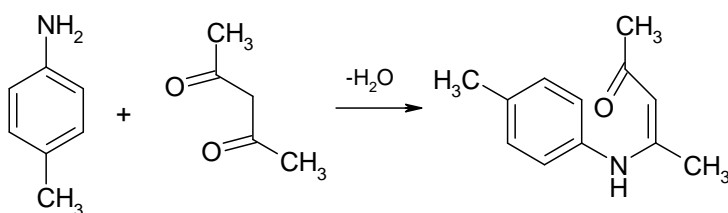
J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

¹ Mieszanina samorzutnie ogrzewa się do ok. 85°C po czym stygnie, przy czym obserwuje się zmianę barwy z czerwonej na jasnobrązową.

² Niezbędne jest dodanie węgla aktywnego. UWAGA!!! Gdy temperatura przesączu spadnie do 50°C do przesączu dodaje się kilka kryształków surowego benzotriazolu i pozostawia się roztwór do powolnego ostygnięcia do temperatury pokojowej, po czym chłodzi w mieszaninie lód-sól.

48. 2,4,6-TRIMETYLOCHINOLINA

4-(*p*-TOLILOAMINO)PENT-3-EN-2-ON (*enamina*)



Odczynniki:

- *p*-toluidyna 0,05 mola
- pentano-2,4-dion 0,05 mola ($d = 0,97 \text{ g/cm}^3$)
- bezw. siarczan wapnia 0,075 mola
- eter dietylowy 80 cm^3

W kolbie kulistej umieścić 0,05 mola *p*-toluidyny oraz 0,05 mola pentano-2,4-dionu, po czym dodać bezw. siarczan wapnia (**uwaga**: siarczan wapnia można zastąpić sitami molekularnymi). Następnie zamontować chłodnicę powietrzną wyposażoną w rurkę z chlorkiem wapnia i ogrzewać mieszaninę przez 1 godz. w $100 \text{ }^\circ\text{C}$ (łaźnia olejowa), od czasu do czasu wstrząsając kolbą. Po tym czasie mieszaninę ochłodzić, dodać 40 cm^3 eteru dietylowego i przesączyć. Pozostały na lejku siarczan wapnia lub sita molekularne przemyć 40 cm^3 eteru dietylowego i z połączonych przesączyć oddestylować eter. Surowy produkt należy przekrystalizować z heksanu.

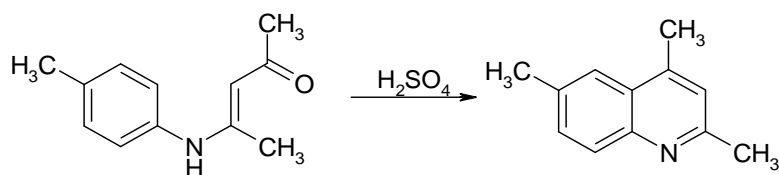
Literatura:

A.I. Vogel „Preparatyka Organiczna – wydanie trzecie zmienione” Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 2006.

J. McMurry „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

R. Morrison, R. Boyd “Chemia organiczna” PWN.

2,4,6-TRIMETYLOCHINOLINA



Odczynniki:

- 4-(p-toliloamino)pent-3-en-2-on (*enamina*) 0,016 mola
- kwas siarkowy (VI) stężony 12,5 cm³
- węgiel sodu
- etanol 10 cm³

Do kolby stożkowej zawierającej 12,5 cm³ stężonego kwasu siarkowego dodać porcjami 0,016 mola otrzymanej w poprzednim etapie enaminy, mieszając od czasu do czasu ruchem okrężnym zawartość kolby. Pierwsza porcja enaminy rozpuszcza się raczej powoli, jednak szybkość rozpuszczania wzrasta w miarę dodawania kolejnych porcji, gdyż temperatura mieszaniny podwyższa się do ok. 60-70 °C. Po dodaniu enaminy kolbę ogrzewać w 100°C (łaźnia olejowa) przez 30 min., po czym uzyskany brunatny roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej i powoli wlewać do zlewki zawierającej 150 cm³ wody z lodem. Następnie dodać stały węgiel sodu w takiej ilości, aby roztwór stał się alkaliczny. w trakcie tej operacji sól chinoliny wykazuje tendencję do wytrącania się z roztworu, w związku z czym mieszanina może ulec zestaleniu. w takim wypadku podczas dodawania węgla sodu należy masę rozdrabniać (za pomocą bagietki lub metalowej łopatką). Chinolina może ewentualnie wytrącać się z alkalicznego roztworu w postaci oleju. Mieszaninę trzeba chłodzić w wodzie z lodem, aby chinolina uległa zestaleniu; nie można jednak dopuścić do przechłodzenia, gdyż może to prowadzić do wydzielenia dużej ilości stałego hydratu siarczanu sodu. Pochodną chinoliny odsączyć i przemyć niewielką ilością zimnej wody. Produkt rozpuścić w 10 cm³ gorącego etanolu, dodać węgiel odbarwiający, przesączyć i dodawać gorącą wodę do czasu, aż roztwór lekko zmętnieje. Następnie dodać kilka kropli etanolu w celu usunięcia zmętnienia, pozostawić roztwór do powolnego ochłodzenia do temperatury pokojowej, po czym wstawić go do łaźni lodowej. Odsączyć produkt pod zmniejszonym ciśnieniem.

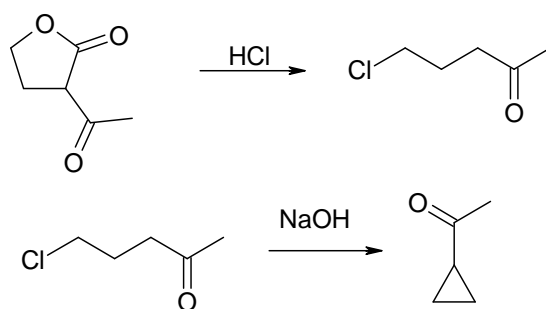
Literatura:

A.I. Vogel, *Preparatyka Organiczna – wydanie trzecie zmienione*, WNT, Warszawa 2006.

J. McMurry, *Chemia organiczna*, Wydawnictwo naukowe PWN.

R. Morrison, R. Boyd, *Chemia organiczna*, PWN.

49.ACETYLOCYKLOPROPAN



5-CHLORO-2-PENTANON

Odczynniki:

- 2-acetylobutyrolakton - 0,25 mola
- kwas solny 36% ($d=1,2 \text{ g/cm}^3$) - 0,43 mola

w kolbie umieszcza się 2-acetylobutyrolakton, 45 cm³ wody i dodaje kwas solny. Po wymieszaniu zawartości kolby ogrzewa się ostrożnie kolbę, aż do zapoczątkowania reakcji¹ i kontynuuje się ostrożne ogrzewanie aż burzliwa reakcja ustanie (ok. 5-10 min), po czym destyluje się szybko². Po zebraniu ok. 60-70 cm³ destylatu do kolby dodaje się 40 cm³ wody³. Destylację kończy się po zebraniu ok. 100 cm³ destylatu. Jasnożółtą warstwę organiczną oddziela się, a warstwę wodną ekstrahuje się trzema 20 cm³ porcjami eteru dietylowego i połączone warstwy organiczne suszy się chlorkiem wapnia. Eter oddestylowuje się na wparce⁴. Surowy produkt stosuje się bez oczyszczania do drugiego etapu syntezy.

¹ Reakcja w początkowym etapie przebiega bardzo burzliwie (WYDZIELA SIĘ DWUTLENEK WĘGLA), należy zastosować kolbę o poj. 250 cm³.

² w tym momencie kolbę należy umieścić bezpośrednio w płaszczu grzejnym – w przeciwnym wypadku wydajność reakcji drastycznie spada.

³ NIE PRZERYWAĆ DESTYLACJI

⁴ Kolbę należy zanurzyć w łaźni wodnej o temperaturze pokojowej, nie wolno ogrzewać wody powyżej 30°C (produkt jest stosunkowo lotny).

ACETYLOCYKLOPROPAN

Odczynniki:

- 5-chloro-2-pentanon 0,175 mola
- wodorotlenek sodu- 0,25 mola

W kolbie umieszcza się roztwór wodorotlenku sodu w 10 cm³ wody i w ciągu 30 min wkrapla się 5-chloro-2-pentanon¹, a następnie kontynuuje się ogrzewanie w ciągu 1h, dodaje się 23 cm³ wody i ogrzewa kolejną godzinę. Po tym czasie kolbę zaopatruje się w chłodnicę Liebiga i oddestylowuje produkt aż do zaniku fazy organicznej w kolbie. Uzyskany destylat wysyca się węglanem potasu, oddziela warstwę organiczną, a warstwę wodną ekstrahuje się trzema porcjami 15 cm³ eteru dietylowego. Produkt wyodrębnia się na drodze destylacji frakcyjnej pod normalnym ciśnieniem.

Literatura

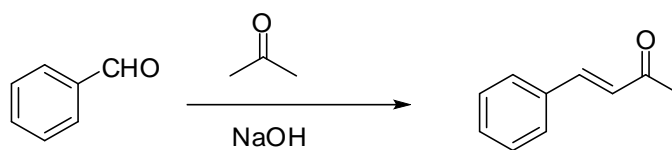
A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” tom 2., PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ w czasie wkrapiania roztwór należy intensywnie mieszać i utrzymywać w stanie łagodnego wrzenia

50. BENZYLIDENOACETON¹



Odczynniki:

- aldehyd benzoesowy ($d=1,045 \text{ g/cm}^3$) 0,08 mola
- aceton ($d=0,791 \text{ g/cm}^3$) 0,22 mola
- wodorotlenek sodu 10% 2 cm^3

W kolbie umieszcza się aldehyd benzoesowy i aceton po czym wkrapla się w ciągu 30 min 10% roztwór wodorotlenku sodu w wodzie destylowanej². Uzyskaną mieszaninę miesza się w temperaturze pokojowej w ciągu 2h, po czym zakwasza się ją rozcieńczonym kwasem solnym. Warstwę organiczną oddziela się, a warstwę wodną ekstrahuje się 5 cm^3 toluenu. Warstwę organiczną przemywa się 5 cm^3 wody, suszy siarczanem magnezu i oddestylowuje się toluen. Czysty benzylidenoaceton wydziela się na drodze destylacji próżniowej

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

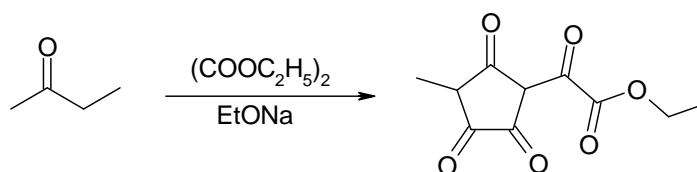
R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” tom 2., PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ PODCZAS PRACY BEZWZGLĘDNI STOSOWAĆ RĘKAWICE OCHRONNE

² w trakcie dodawania wodorotlenku sodu kolbę należy chłodzić w łaźni lód-woda. Szybkość dodawania należy regulować tak, aby utrzymać temperaturę mieszaniny reakcyjnej w granicach 25-30°C

51.4-METYLO-2,3,5-TRIOKSOCYKLOPENTYLOGLIOKSALAN ETYLU



Odczynniki:

- | | |
|---|---------------------|
| • 2-butanon ¹ (d=0,805 g/cm ³) | 0,05 mola |
| • szczawian dietylu ¹ (d=1,076 g/cm ³) | 0,11 mola |
| • sól | 0,1 mola |
| • etanol bezw. | 32 cm ³ |
| • kwas siarkowy(VI) rozc (1:1 obj) | 5,5 cm ³ |

W kolbie umieszcza się etanol i dodaje sól². Po rozpuszczeniu sodu kolbę chłodzi się w łaźni lód-sól i dodaje w ciągu 30 min mieszaninę 2-butanonu i szczawianu dietylu, po czym pozostawia się czerwoną mieszaninę na ok. 30 min do osiągnięcia temperatury pokojowej i ogrzewa do wrzenia w ciągu 30 min³. Po ochłodzeniu w łaźni lód-sól dodaje się, ostrożnie, rozc. kwas siarkowy(VI), odsącza się wydzielone kryształy siarczanu(VI) sodu, przemywa je dwukrotnie 5 cm³ etanolu. Roztwory etanolowe łączy się i zatęża je do objętości ok. 10 cm³ po czym chłodzi się go w łaźni lód-sól w ciągu 1,5-2h⁴ i odsącza wykrystalizowany produkt.⁵

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ Stosować produkt świeżo destylowany

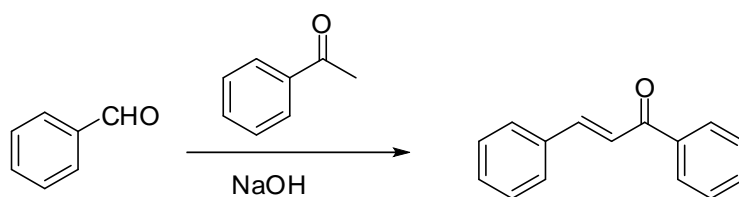
² Stosować wydajną chłodnicę zwrotną, oraz rurkę z chlorkiem wapnia! w razie bardzo energicznego przebiegu reakcji chłodzić kolbę łaźnią z zimną wodą. w celu zakończenia reakcji może okazać się niezbędne ogrzewanie mieszaniny do wrzenia.

³ w trakcie tych czynności roztwór musi być cały czas mieszany

⁴ Im dłużej tym lepiej

⁵ Produktu nie oczyszcza się

52. BENZYLIDENOACETOFENON¹



Odczynniki:

- aldehyd benzoesowy ($d=1,045 \text{ g/cm}^3$) 0,0215 mola
- acetofenon ($d=1,03 \text{ g/cm}^3$) 0,0215 mola
- wodorotlenek sodu 0,0275 mola
- etanol $6,5 \text{ cm}^3$

W kolbie umieszcza się wodorotlenek sodu, 10 cm^3 wody destylowanej oraz etanol i uzyskany roztwór chłodzi się w łaźni lodowej, dodaje się acetofenon i następnie wkrapla się, intensywnie mieszając², benzaldehyd utrzymując temperaturę w granicach $15\text{-}30^\circ\text{C}$. Następnie kontynuuje się mieszanie w ciągu 2h po czym chłodzi się mieszaninę w łaźni lód-sól w ciągu 30 min. Produkt odsącza się i przemywa wodą aż do odczynu obojętnego ($\text{pH}=6,5\text{-}7,5$), a następnie 2 cm^3 zimnego etanolu. Surowy produkt krystalizuje się z etanolu.³

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

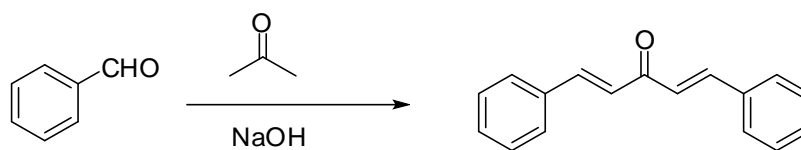
J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ PODCZAS PRACY BEZWZGLĘDNIE STOSOWAĆ RĘKAWICE OCHRONNE

² Należy użyć mieszadło mechaniczne

³ Etanol należy ogrzać do temperatury $47\text{-}51^\circ\text{C}$

53. DIBENZYLIDENOACETON



Odczynniki:

- aldehyd benzoesowy ($d=1,045 \text{ g/cm}^3$) 0,05 mola
- aceton ($d=0,791 \text{ g/cm}^3$) 0,025 mola
- wodorotlenek sodu 0,125 mola
- etanol 40 cm^3

W kolbie umieszcza się zimny roztwór wodorotlenku sodu w 50 cm^3 wody destylowanej i etanolu. Utrzymując temperaturę roztworu w granicach $20\text{-}25^\circ\text{C}$ dodaje się, energicznie mieszając, połowę mieszaniny aldehydu benzoesowego i acetonu. Po 15 min dodaje się pozostałą część tej mieszaniny i miesza dodatkowe 30 min. Produkt odsącza się i krystalizuje z octanu etylu lub etanolu.¹

Literatura

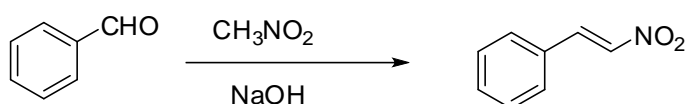
A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ Podczas krystalizacji nie należy dopuścić do przegrzania roztworu

54. ω-NITROSTYREN



Odczynniki:

- aldehyd benzoesowy ($d=1,045 \text{ g/cm}^3$) 0,05 mola
- nitrometan ($d=1,127 \text{ g/cm}^3$) 0,05 mola
- wodorotlenek sodu 0,052 mola
- metanol 10 cm^3
- kwas solny 4M 25 cm^3

W kolbie umieszcza się nitrometan, aldehyd benzoesowy oraz metanol po czym chłodzi się kolbę w łaźni lód-sól do temperatury -10°C . Do uzyskanego roztworu wkrapla się zimny roztwór wodorotlenku sodu w 5 cm^3 wody destylowanej¹ tak aby utrzymać temperaturę mieszaniny reakcyjnej w granicach $10-15^\circ\text{C}$ ². w trakcie przebiegu reakcji wytrąca się biały puszysty osad³. Mieszanie kontynuuje się w ciągu 15 min, po czym dodaje się 35 cm^3 wody z lodem⁴. Uzyskany zimny roztwór wkrapla się, mieszając, do 4M kwasu solnego. Wytrącony produkt odsącza się i przemywa wodą (do odczynu obojętnego). Surowy produkt umieszcza się w zlewce którą zanurza się w gorącej wodzie; ω-nitrostyren topi się i tworzy dolną warstwę. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zlewa się warstwę wodną znad zestalonego produktu, który oczyszcza się przez krystalizację z etanolu.⁵

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ Roztwór sporządza się przez rozpuszczenie wodorotlenku w 2 cm^3 i po ochłodzeniu dodaje się 3g lodu

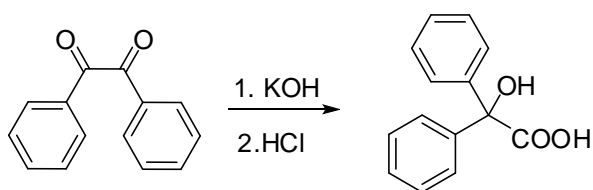
² UWAGA. Pierwsze krople wodorotlenku dodawać ostrożnie, gdyż mieszanina po krótkim okresie utajenia może rozgrzać się powyżej 30°C . w razie konieczności należy dodać do kolby kilka gram lodu.

³ w razie problemów z mieszaniem dodać 2-3 cm^3 metanolu

⁴ Temperatura winna opaść poniżej 5°C

⁵ UWAGA-pary ω-nitrostyrenu działają drażniąco – pracować tylko pod wyciągiem

55.KWAS BENZILOWY



Odczynniki:

- | | |
|---|---------------------|
| • dibenzoil | 0,0334 mola |
| • wodorotlenek potasu | 0,125 mola |
| • etanol | 18 cm ³ |
| • kwas solny 36% (d=1,2 g/cm ³) | 0,2 cm ³ |

W kolbie umieszcza się kolejno: roztwór wodorotlenku potasu w 14 cm³ wody, etanol i dibenzoil. Otrzymany niebiesko czarny roztwór ogrzewa się na wrzącej łaźni wodnej¹ w ciągu 15 min, po czym wylewa do zlewki i pozostawia do ostygnięcia. Wytrącone kryształki soli potasowej kwasu benzylowego odsącza się i przemywa niewielką ilością ochłodzonego etanolu. Otrzymaną sól rozpuszcza się w 70 cm³ wody i dodaje² 0,2 cm³ stężonego kwasu solnego. Wytrącony, czerwono-brązowy, kłaczkowaty osad, odsącza się, a do przesączu³ dodaje się stężony kwas solny, aż do uzyskania odczynu kwaśnego wobec papierka Kongo⁴. Wytrącony kwas benzylowy odsącza się, przemywa wielokrotnie wodą, i krystalizuje z wody.

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

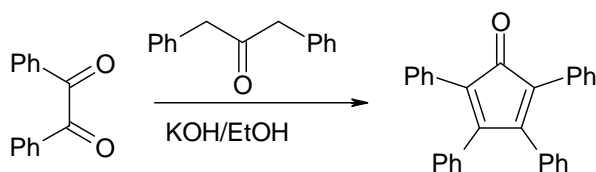
¹ łaźnia wodna powinna zostać wcześniej przygotowana

² Ilość dodanego kwasu solnego musi być dokładnie taka jak podano

³ Przesącz powinien być prawie bezbarwny

⁴ Przybliżona ilość potrzebnego kwasu solnego (c=36%, d=1,2g/cm³) należy obliczyć z równania reakcji

56. TETRAFENYLOCYKLOPENTADIENON



Odczynniki:

- dibenzoil 0,01 mola
- keton dibenzylowy 0,01 mola
- wodorotlenek potasu 0,0055 mola
- etanol bezwodny 33 cm³

W kolbie sporządza się roztwór dibenzoilu i ketonu dibenzylowego w 30 cm³ gorącego etanolu¹, po czym dodaje się porcjami roztwór wodorotlenku potasu w 3 cm³ etanolu² i kontynuuje ogrzewanie do wrzenia w ciągu 15 min. Po ochłodzeniu do temperatury poniżej 5°C odsącza się wydzielone, ciemne kryształy, przemywa je trzema porcjami po 2 cm³ 96% etanolu, po czym krystalizuje z mieszaniny toluen:etanol (1:1). Otrzymuje się produkt o purpurowym zabarwieniu.

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

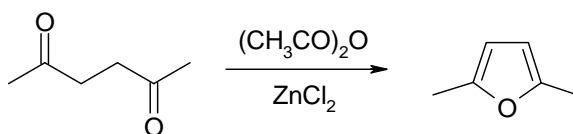
R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

¹ Zastosować łaźnię olejową (temp. łaźni 85-90°C) lub łaźnię wodną

² UWAGA. Może nastąpić pienienie się roztworu

57. 2,5-DIMETYLOFURAN



Odczynniki:

- heksano-2,5-dion ($d=0,973 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) 0,150 mola
- bezwodnik octowy ($d=1,081 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$) 0,165 mola
- chlorek cynku bezwodny 0,00368 mola
- wodorotlenek sodu 6M ok. 50 cm^3

W kolbie kulistej rozpuszcza się bezwodny chlorek cynku w bezwodniku octowym i do otrzymanego roztworu dodaje się przedestylowany heksano-2,5-dion. Otrzymaną mieszaninę ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną (rurka z chlorkiem wapnia) do momentu rozpoczęcia się energicznej reakcji, po czym odstawia się urządzenie grzewcze do chwili aż szybkość reakcji ulegnie zmniejszeniu, a następnie kontynuuje ogrzewanie do łagodnego wrzenia w ciągu 2h. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej do uzyskanej ciemnobrązowej mieszaniny dodaje się roztwór 6M wodorotlenku sodu, aż do uzyskania odczynu alkalicznego (**UWAGA. Podczas alkalizowania należy chłodzić kolbę mieszaniną lodu z solą**). Produkt wyodrębnia się na drodze destylacji z parą wodną. Po oddzieleniu surowego produktu od warstwy wodnej i jego wysuszeniu siarczanem magnezu lub chlorkiem wapnia oczyszcza się go przez destylację (**Temperatura wrzenia poniżej 150°C**).

Literatura

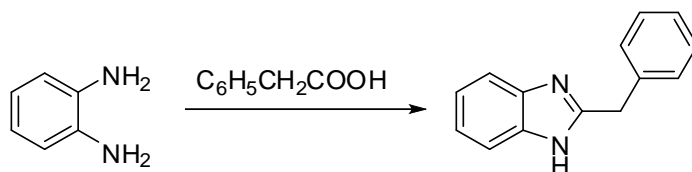
A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

58. 2-BENZYLOBENZIMIDAZOL



Odczynniki:

- dichlorowodorek 1,2-fenylendiaminy - 0,03 mola
- kwas fenylaoctowy - 0,09 mola

W kolbie umieszcza się dichlorowodorek 1,2-fenylendiaminy¹, 20 cm³ wody oraz kwas fenylaoctowy i uzyskaną mieszaninę ogrzewa się do wrzenia w ciągu 45 min po czym chłodzi i dodaje, intensywnie mieszając, stężonego amoniaku do odczynu silnie alkalicznego. Surowy produkt odsącza się, przemywa dwukrotnie wodą o temp 0-2°C. Uzyskany produkt oczyszcza się przez krystalizację z mieszaniny etanol-wody² (2-3).

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

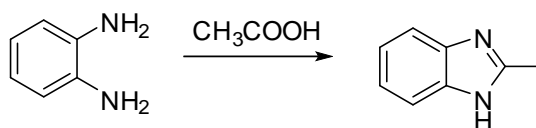
J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

¹ Dichlorowodorek 1,2-fenylendiaminy otrzymuje się poprzez rozpuszczenie 28g 1,2-fenylendiaminy w mieszaninie 60 cm³ stężonego kwasu solnego i 40 cm³ wody zawierającej 2g chlorku cyny(II) i do gorącego roztworu dodaje się 3g węgla aktywnego. Po przesączeniu do gorącego roztworu dodaje się 100 cm³ stężonego kwasu solnego i chłodzi w mieszaninie lodu z solą. Bezbarwne kryształy dichlorowodoru 1,2-fenylendiaminy odsącza się i suszy w eksykatorze próżniowym nad wodorotlenkiem sodu. Otrzymuje się ok. 50g produktu.

² Jeśli roztwór jest ciemny dodać węgla aktywnego.

59. 2-METYLOBENZIMIDAZOL



Odczynniki:

- dichlorowodorek 1,2-fenylendiaminy - 0,03 mola
- kwas octowy (d=1,094 g/cm³) - 0,09 mola

W kolbie umieszcza się dichlorowodorek 1,2-fenylendiaminy¹, 20 cm³ wody oraz kwas octowy i uzyskaną mieszaninę ogrzewa się do wrzenia w ciągu 45 min po czym chłodzi i dodaje, intensywnie mieszając, stężonego amoniaku do odczynu silnie alkalicznego. Surowy produkt odsącza się, przemywa dwukrotnie wodą o temp 0-2°C. Uzyskany produkt oczyszcza się przez krystalizację z mieszaniny etanol-wody² (1-9).

Literatura

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

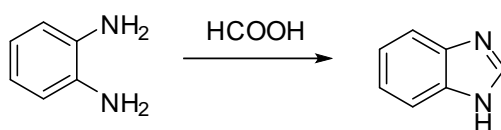
J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

¹ Dichlorowodorek 1,2-fenylendiaminy otrzymuje się poprzez rozpuszczenie 28g 1,2-fenylendiaminy w mieszaninie 60 cm³ stężonego kwasu solnego i 40 cm³ wody zawierającej 2g chlorku cyny(II) i do gorącego roztworu dodaje się 3g węgla aktywnego. Po przesączeniu do gorącego roztworu dodaje się 100 cm³ stężonego kwasu solnego i chłodzi w mieszaninie lodu z solą. Bezbarwne kryształy di chlorowodoru 1,2-fenylendiaminy odsącza się i suszy w eksykatorze próżniowym nad wodorotlenkiem sodu. Otrzymuje się ok. 50g produktu.

² Jeśli roztwór jest ciemny dodać węgla aktywnego.

60. BENZIMIDAZOL



Odczynniki:

- 1,2-fenylenodiamina 0,05 mola
- kwas mrówkowy 90% ($d=1,094 \text{ g/cm}^3$) 0,068 mola
- 10% wodorotlenek sodu

W kolbie umieszcza się 1,2-fenylenodiaminę oraz kwas mrówkowy 90% i uzyskaną mieszaninę ogrzewa się w temperaturze 100°C^1 w ciągu 2h, po czym chłodzi i dodaje, intensywnie mieszając, 10% wodorotlenek sodu do uzyskania odczynu słabo zasadowego wobec. Surowy produkt odsącza się, przemywa dwukrotnie wodą o temp $0\text{-}2^\circ\text{C}$. Uzyskany produkt oczyszcza się przez krystalizację z wody².

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

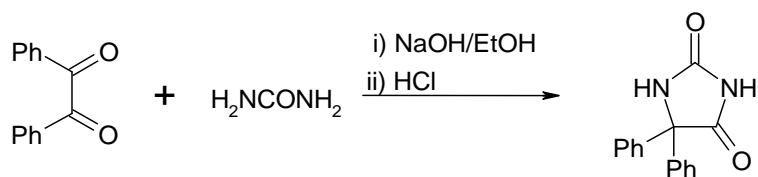
J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

¹ Stosować wrzącą łaźnię wodną lub łaźnię olejową o temp 100°C

² Jeśli roztwór jest ciemny dodać węgiel aktywny.

6.1.5,5-DIFENYLOHYDANTOINA



Odczynniki:

- dibenzoil (1,2-difenyloetanodion) 0,025 mola
- mocznik 0,05 mola
- 30% wodorotlenek sodu 15 cm³
- etanol 96% 75 cm³

W kolbie umieszcza się benzyl, mocznik, 30% roztwór wodorotlenku sodu oraz etanol. Uzyskaną mieszaninę ogrzewa się do wrzenia w ciągu 2,5h, po czym chłodzi do temperatury pokojowej i wylewa do 125 cm³ wody. Po 15 min odsącza się zanieczyszczenia, a do przesącza dodaje się stęż. kwas solny do odczynu silnie kwaśnego (pH=0-1), po czym mieszaninę chłodzi się w łaźni lód-sól. Wydzielony produkt odsącza się szybko i krystalizuje z etanolu.

Literatura:

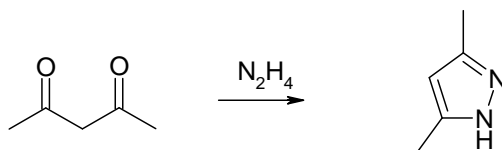
A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

62. 3,5-DIMETYLOPIRAZOL



Odczynniki:

- pentan-2,4-dion ($d=0,975\text{g/cm}^3$) 0,06 mola
- siarczan hydrazyny 0,06 mola
- wodorotlenek sodu 2,5 M 48 cm³

W kolbie kulistej sporządza się roztwór siarczanu hydrazyny w 2,5 M roztworze wodorotlenku sodu, po czym roztwór ten chłodzi się do temperatury 15°C i wkrapla pentan-2,4-dion utrzymując temperaturę poniżej 15°C. Po zakończeniu wkraplania kontynuuje się mieszanie w tej temperaturze w ciągu 1h, dodaje się 25 cm³ wody i ekstrahuje się produkt pięciokrotnie 15 cm³ eteru. Ekstrakt przemywa się równą objętością nasyconego roztworu soli, suszy bezwodnym siarczanem sodu i odparowuje rozpuszczalnik. Otrzymany jasnożółty surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z benzyny.

Literatura:

A. I. Vogel „Preparatyka organiczna” wyd. trzecie zmienione, Wydawnictwo Naukowe Techniczne, Warszawa, 2006.

R. T. Morrison, R. N. Boyd “Chemia organiczna” PWN, Warszawa, 1985.

J. McMurry, „Chemia organiczna” Wydawnictwo naukowe PWN.

J. Młochowski „Chemia związków heterocyklicznych”, PWN, Warszawa, 1994.

63.TABELE

Roztwory wodne kwasu solnego

Procent wagowy HCl	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]	Procent wagowy HCl	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
1	1,0032	22	1,1083
2	1,0082	24	1,1187
4	1,0181	26	1,1290
6	1,0279	28	1,1392
8	1,0376	30	1,1492
10	1,0474	32	1,1593
12	1,0574	34	1,1691
14	1,0675	36	1,1789
16	1,0776	38	1,1885
18	1,0878	40	1,1980
20	1,0980		

Jeżeli w ćwiczeniu jest mowa o stężonym kwasie solnym, mamy na myśli 36% roztwór kwasu solnego.

Gęstość kwasu solnego można w przybliżeniu określić dzieląc jego stężenie wyrażone w % przez 2 i dopisując uzyskaną wartość do jedyńki po przecinku: roztwór 20% ma gęstość w przybliżeniu $1, \frac{20}{2} = 1,10 \text{g/cm}^3$

Roztwory wodne kwasu siarkowego(VI)

Procent wagowy H ₂ SO ₄	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]	Procent wagowy H ₂ SO ₄	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
5	1,0317	90	1,8144
10	1,0661	92	1,8240
20	1,1394	94	1,8312
30	1,2185	95	1,8337
40	1,3028	96	1,8355
50	1,3951	97	1,8364
60	1,4983	98	1,8361
70	1,6105	99	1,8342
80	1,7272	100	1,8305

Jeżeli w ćwiczeniu jest mowa o stężonym kwasie siarkowym(VI), mamy na myśli 95% roztwór tego kwasu.

Roztwory wodne kwasu azotowego(V)

Procent wagowy HNO ₃	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]	Procent wagowy HNO ₃	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
5	1,0256	60	1,3667
10	1,0543	65	1,3913
20	1,1150	70	1,4234
30	1,1800	75	1,4337
35	1,2140	80	1,4521
40	1,2463	85	1,4686
45	1,2783	90	1,4826
50	1,3100	95	1,4932
55	1,3393	100	1,5129

Jeżeli w ćwiczeniu jest mowa o stężonym kwasie azotowym(V), mamy na myśli 65% roztwór tego kwasu o gęstości 1,40g/cm³.

Roztwory wodne kwasu fosforowego(V)

Procent wagowy H ₃ PO ₄	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]	Procent wagowy H ₃ PO ₄	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
5	1,0250	80	1,633
10	1,0532	90	1,746
20	1,1134	92	1,770
30	1,1805	94	1,794
40	1,254	96	1,819
50	1,335	98	1,844
60	1,426	100	1,870
70	1,526		

Roztwory wodne kwasu octowego

Procent wagowy CH ₃ COOH	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]	Procent wagowy CH ₃ COOH	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
5	1,0055	90	1,0661
10	1,0125	92	1,0643
20	1,0263	94	1,0619
30	1,0384	95	1,0605
40	1,0488	96	1,0588
50	1,0575	97	1,0570
60	1,0642	98	1,0549
70	1,0685	99	1,0524
80	1,0700	100	1,0498

Roztwory wodne kwasu mrówkowego

Procent wagowy HCOOH	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]	Procent wagowy HCOOH	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
6	1,0309	80	1,633
10	1,0532	90	1,746
20	1,1134	92	1,770
30	1,1805	94	1,794
40	1,254	96	1,819
50	1,335	98	1,844
60	1,426	100	1,870
70	1,526		

Dymiący kwas siarkowy(VI) - oleum

Procent wagowy SO ₃	Gęstość d_4^{20} [g/cm ³]
5	1,873
10	1,888
20	1,920
30	1,957
50	2,009
60	2,020
70	2,018

Uwaga:
Oleum zawierające:
0÷30% wolnego SO₃ jest ciekłe w temp. 15°C
30÷56% wolnego SO₃ jest stałe w temp. 15°C
56÷73% wolnego SO₃ jest ciekłe w temp. 15°C

Właściwości chemiczne wybranych związków organicznych

Temperatury wrzenia

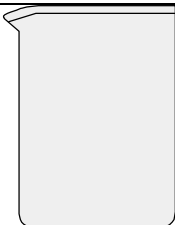
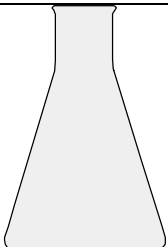
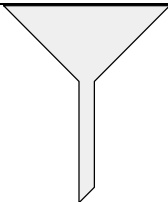
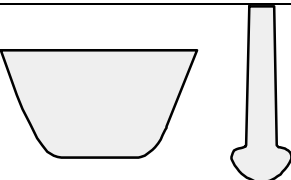
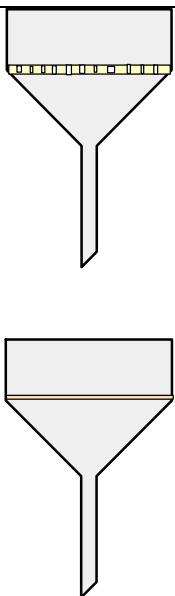
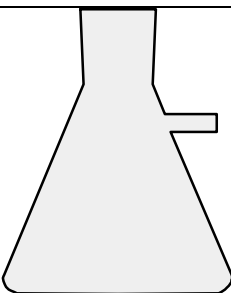
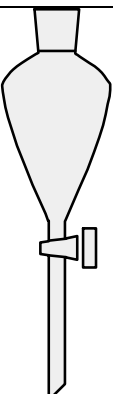

Nr	Związek, nazwa	gęstość	t.w [°C]	n_D^{20}
1	chlorek <i>tert</i> -butylu	0,842	52,0	1,385
2	aceton	0,7844	56,2	1,359
3	metanol	0,7866	64,65	1,329
4	heksan	0,655	68,7	1,375
5	octan etylu	0,902	77	1,3701
6	etanol	0,7851	78,3	1,3594
7	butan-2-on	0,7966	79,6	1,379
8	cykloheksan	0,779	80	1,4263
9	benzen	0,8737	80,1	1,501
10	alkohol <i>tert</i> -butylowy	0,7812	82,4	1,387
11	n-heptan	0,684	98	1,3878
12	toluen	0,8623	110,62	1,496
13	butan-1-ol	0,810	117	1,3990
14	pentan-1-ol	0,811	137	1,4090
15	p-ksylen	0,8567	138,4	1,495
16	acetyloaceton	0,972	139	1,452
17	m-ksylen	0,8599	139,1	1,497
18	bezwodnik octowy	1,075	140	1,390
19	o-ksylen	0,8760	144,3	1,505
20	ortomrówczan etylu	0,887	146,4	1,391
21	cykloheksanon	0,9421	155,7	1,450
22	bromobenzen	1,488	156,0	1,559
23	cykloheksanol	0,968	161,1	1,465
24	aldehyd benzoesowy	1,043	178,9	1,545
25	anilina	1,0175	184,2	1,586
26	benzoesan metylu	1,088	200	1,5160
27	acetofenon	1,0238	202,3	1,535
28	alkohol benzyłowy	1,045	205	1,5400
28	benzoesan etylu	1,0372	213	1,5057

Temperatury topnienia

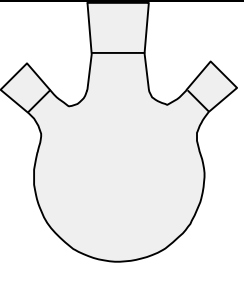
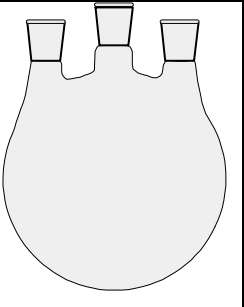
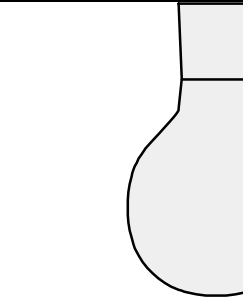
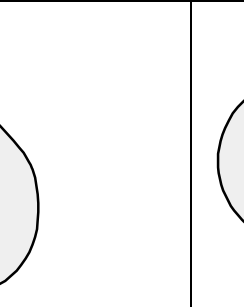
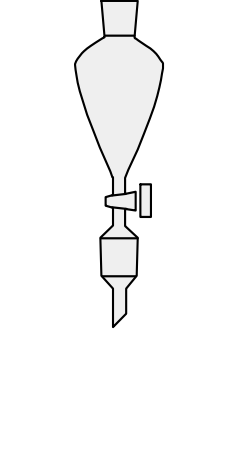
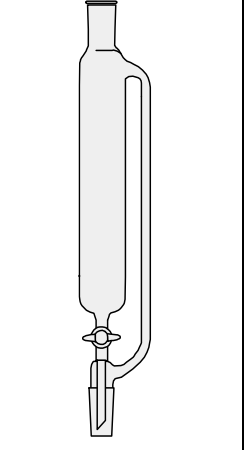
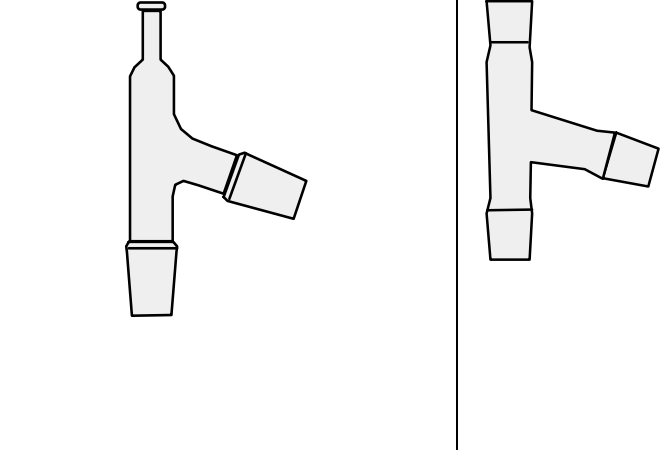
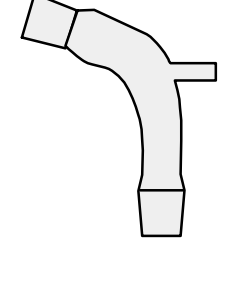
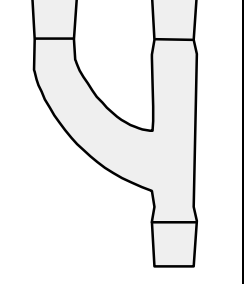
Nrr	Związek, nazwa	Tempertura topnienia t.t. [°C]
1	benzofenon	48,0
2	1-chloro-2,4-dinitrobenzen	49,0
3	1,4-dichlorobenzen	53,0
4	4-metoksyanilina	57,5
5	benzylidenoacetofenon	58,0
6	azobenzen	67,0
7	o-nitroanilina	71,5
8	naftalen	82,0
9	9-fluorenon	84,0
10	1,3-dinitrobenzen	85,0
11	1,4-dibromobenzen	87,0
12	α -naftol	94,0
13	difenyloetanodion (benzil)	95,0
14	3-nitrofenol	97,0
15	4-nitrobenzaldehyd	106,0
16	2-chloro-4-nitroanilina	107,0
17	benzoesan-2-naftyłu	110,0
18	N-fenyloacetamid	114,0
19	1,4-benzochinon	116,0
20	1,2-dinitrobenzen	117,5
21	kwasy benzoowy	122,0
22	2-naftol	123,0
23	benzamid	130,0
24	mocznik	132,0
25	kwasy 2-acetoksybenzoowy	135,5
26	p-nitroanilina	147,5
27	kwasy antranilowy	146,0
28	kwasy adypinowy	151,0
29	N-acetylo-p-toluidyna	154,0
30	kwasy 2-hydroksybenzoowy	159,0
31	N-fenylobenzamid (benzanilid)	161,0
32	trifenylometanol	162,0

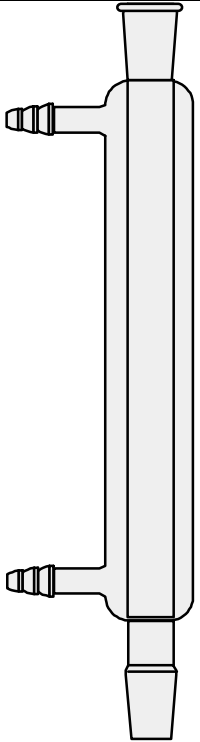

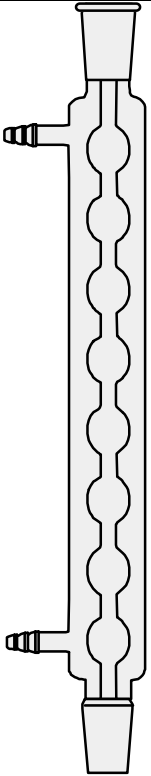
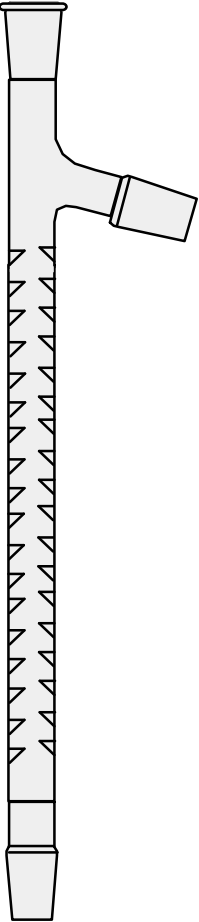
64.SPRZĘT UŻYWANY w LABORATORIUM

Sprzęt bezszlifowy

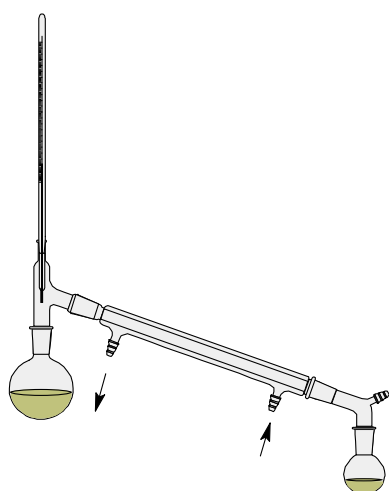
			
zlewka	kolba erlenmajerka	leje	moździerz z pistolem
			
lejek Büchnera i lejek Schota	kolba ssawkowa	rozdzielacz	termometr

Sprzęt szlifowy

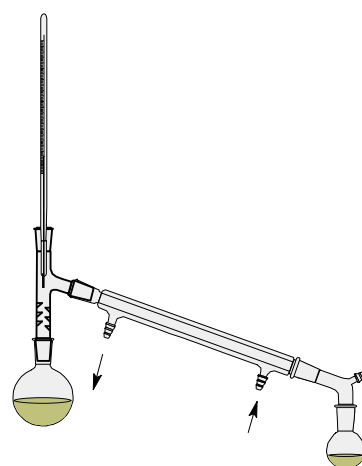
			
kolba okrągłodenna trójszyjna		kolba okrągłodenna	kolba płaskodenna
			
wkręplacz		nasadka destylacyjna	
			
przedłużacz do destylacji	nasadka Claisena		

			
chłodnica destylacyjna Liebiga	chłodnica powietrzna	chłodnica zwrotna	Kolumna rektyfikacyjna

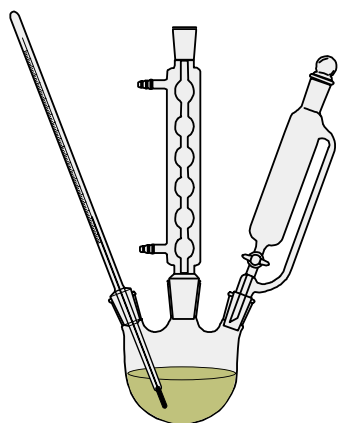
Zestawy aparatury



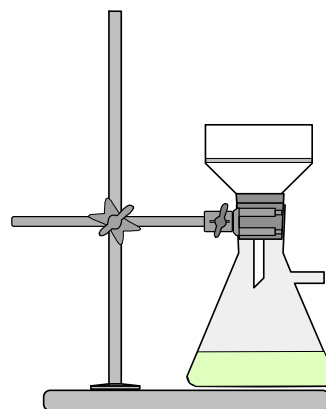
zestaw do destylacji



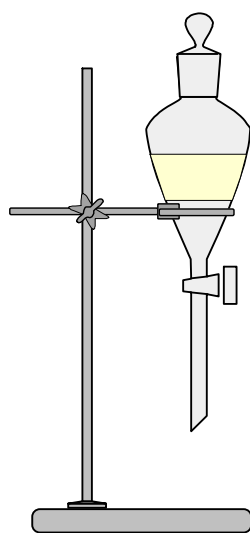
zestaw do rektyfikacji



zestaw do reakcji: ogrzewanie, wkraplanie cieczy
i kontrola temperatury



Zestaw do sączenia pod zmniejszonym
ciśnieniem



zestaw do ekstrakcji

Spis preparatów

A

acetamido-3-bromotoluen	
4-acetamido-3-bromotoluen	34
acetamidofenol	
4-acetamidofenol	<i>Patrz</i> paracetamol
acetanilid	35
acetylocyklopropan	78
acetyloglicyna	59
acetylo-p-toluidyna	
N-acetylo-p-toluidyna	33
acetylo- α -D-glukopiranoza	
1,2,3,4,6-pentaacetylo- α -D-glukopiranoza	58
alkohol benzytowy	51
alkohol p-chlorobenzytowy	53
alkohol p-metoksybenzytowy	52
aminoazobenzen	
p-aminoazobenzen	73
aminofenol	
p-aminofenol	62

B

benimidazol	90
benzhydrol	54
benzoiloglicyna	60
benzotriazol	75
benzylidenoacetofenon	82
benzylidenoaceton	80
benzylbenzimidazol	
2-benzylbenzimidazol	88
bezwodnik 1,2,3,6-tetrahydroftalowy	47
bezwodnik 3,4,5,6-tetrafenylodihydroftalowy	48
bezwodnik 9,10-dihydroantraceno-9,10-endo- α,β - bursztynowy	50
bezwodnik bicyklo[2.2.1]hepta-5en-2,3-dikaroksyłowy	49
bromobenzen	

p-bromobenzen	38
butylotoluen	
4- <i>tert</i> -butylotoluen	31

C

chlorek <i>tert</i> -butylu	28
chloro-2-metylopropan	
2-chloro-2-metylopropan	<i>Patrz</i> chlorek <i>tert</i> -butylu
chloro-2-pentanon	
5-chloro-2-pentanon	78
cykloheksen	27
czerwień p-nitroaniliniowa	70

D

diazoaminobenzen	73
dibenzylidenoaceton	83
difenylohydantoina	
5,5-difenylohydantoina	91
difenylometanol	<i>Patrz</i> benzhydrol
dimetylofuran	
2,5-dimetylofuran	87
dimetylopirazol	
3,5-dimetylopirazol	92
dinitrobenzen	
1,2-dinitrobenzen	69
dinitrodifenyloamina	
2,4-dinitrodifenyloamina	41
dinitrofenylohydrazyna	
2,4-dinitrofenylohydrazyna	42

E

<i>enamina</i>	<i>Patrz</i> 4-(p-toliloamino)pent-3-en-2-on
----------------------	--

F

fenylazo-2-naftol	
-------------------	--

