



Uniwersytet Jagielloński, Collegium Medicum



Katedra Chemii Organicznej

***Materiały do ćwiczeń laboratoryjnych z chemii
organicznej dla studentów farmacji
wstęp***

**Marek Cegła
Barbara Drożdż**

Kraków 2012



Regulamin BHP

obowiązujący na sali ćwiczeń Katedry Chemii Organicznej CM UJ

Zasady ogólne

- Wstęp na sale ćwiczeń mają tylko studenci odbywający ćwiczenia.
- Na ćwiczeniach **bezwzględnie obowiązuje** noszenie bawełnianego fartucha z długimi rękawami (który ma być zawsze zapięty), okularów ochronnych i obuwia zapobiegającego ślizganiu. Zakazane jest noszenie butów na wysokich obcasach.
- Na sali laboratoryjnej nie wolno nosić szkielek kontaktowych.
- Osoby z długimi włosami muszą je bezpiecznie upinać.
- Jedzenie, picie i trzymanie żywności jest na sali zabronione.
- Na sali należy zachowywać umiarkowaną ciszę.
- O każdym wypadku należy natychmiast powiadomić któregokolwiek z asystentów obecnych na sali ćwiczeń.
- Chęć opuszczenia sali należy zawsze zgłaszać asystentowi.
- Osoba odczuwająca nagle złe samopoczucie nie powinna nigdy wychodzić z sali sama gdyż mogą to być wczesne objawy zatrucia lub alergii (w niegroźnie wyglądających przypadkach można w pierwszej kolejności poprosić o pomoc kolegów)

Przygotowanie stanowiska pracy

- Przed rozpoczęciem montażu aparatury należy zapoznać się z **całym** opisem planowanego doświadczenia i ocenić wszystkie zagrożenia towarzyszące przeprowadzanym doświadczeniom. Należy ustalić z asystentem czy i które prace mają być wykonywane pod dygestorium.
- Montując zestaw do przeprowadzenia doświadczenia należy zwrócić uwagę na procesy rozpoczęte już przez sąsiadów przy stole laboratoryjnym, aby wzajemnie nie stwarzać niebezpiecznych sytuacji.
- Nie wolno rozpoczynać pracy na przygotowanej aparaturze przed sprawdzeniem jej przez asystenta.
- Na stole laboratoryjnym musi panować porządek, może na nim znajdować się tylko niezbędne do prowadzonego doświadczenia szkło, odczynniki i używana aparatura.
- Prace z odczynnikiem łatwopalnym należy wykonać z dala od ognia stosując ogrzewanie elektryczne.
- Pracę z bromem należy wykonywać pod dygestorium pod kontrolą asystenta.



Szkło i odczynniki

- Nie wolno pozostawiać zapalonych palników z płomieniem nieświecącym.
- Przeznaczone do użycia szkło należy dokładnie obejrzeć sprawdzając czy nie zawiera uszkodzeń szczególnie groźnych, jeżeli szkło będzie ogrzewane lub narażone na niskie lub wysokie ciśnienie.
- Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem zawsze należy wykonywać w okularach ochronnych; kolbę ssawkową należy bezwzględnie umieszczać w statywie.
- Przygotowane do doświadczenia odczynniki należy przechowywać w poprawnie podpisanych, zamkniętych naczyniach (nawet, jeżeli czas przechowywania wynosi kilkanaście minut).
- Stężone kwasy należy prznosić i przechowywać w naczyniach zamkniętych.
- Ogólnie dostępne odczynniki należy pobierać z butelek za pomocą czystych i suchych pipet, po zakończeniu należy butelkę dokładnie zakręcić i odstawić na miejsce.
- Nie wolno pipetować ustami, do tego celu służą specjalne pompki.
- Podczas pracy z substancjami silnie żrącymi lub gorącymi nie należy siadać przy stole laboratoryjnym gdyż zmniejsza to znacznie mobilność w razie wypadku.
- Podczas prowadzenia doświadczenia należy stale doglądać aparatury i nie oddalać się na dłuższy czas, a w razie takiej konieczności zapewnić dozór innej osoby.
- Nie wolno wylewać do zlewów na sali ćwiczeń odczynników chemicznych.

Zakończenie pracy

- Po zakończeniu pracy należy uporządkować miejsce pracy, zwracając szczególną uwagę na **wyłączenie prądu, gazu i wody**.
- Przed wyjściem z pracowni należy dokładnie umyć ręce, zdjąć fartuch laboratoryjny i rękawiczki.

Typowe zagrożenia:

- pożar
- wybuch – eksplozja i implozja
- praca ze stężonymi kwasami i zasadami
- silnie toksyczne odczynniki (substraty lub produkty)
- łatwo lotne rozpuszczalniki (np. eter) zagrażające możliwością zatrucia lub zapalenia się



Zasady obowiązujące na pracowni z chemii organicznej

Aby przeprowadzić i zaliczyć ćwiczenie należy:

- Przeczytać przepis zwracając uwagę na:
 - zagrożenia wynikające z pracy ze szkodliwymi, żrącymi lub łatwopalnymi odczynnikami i stosownie do tego wybrać miejsce prowadzenia doświadczenia
 - dostęp do wody i gazu jeżeli będą używane
- Zaplanować kolejne etapy doświadczenia.
- Zbudować aparaturę, wypisać rewers na odczynniki.
- Zrelacjonować asystentowi przebieg doświadczenia i zaplanowane etapy pracy.
- Poprosić asystenta o **sprawdzenie aparatury** i podpisanie rewersu na odczynniki.
- Przeprowadzić doświadczenie pamiętając o **zanotowaniu** w zeszyte laboratoryjnym **ilości** dodawanych odczynników i **zmian** wprowadzonych podczas pracy w stosunku do zaleceń podanych w przepisie
- Przygotować w pudełeczku lub erlenmajerce produkty doświadczenia i **oddać je asystentowi (co jest warunkiem zaliczenia ćwiczenia)**. Należy pamiętać o odpowiedniej do ilości preparatu wielkości pudełeczka i erlenmajerki.
- Przygotować **sprawozdanie** (wg podanego wzoru).



ĆWICZENIA WSTĘPNE

Prowadząc doświadczenia chemik musi samodzielnie zestawić odpowiednią aparaturę zapewniającą bezpieczeństwo pracy i dobrą wydajność prowadzonych reakcji.

Najprostsza aparatura składa się z elementów metalowych stosowany do montażu oraz szkła laboratoryjnego w którym prowadzona jest reakcja. Poniżej omówiono podstawowe elementy wyposażenia laboratorium chemii organicznej więcej wiadomości na ten temat można znaleźć między innymi w wymienionych poniżej podręcznikach:

Preparatyka organiczna - A.I. Vogel

Preparatyka organiczna – pod reakcją B.Bochwica

Preparatyka i elementy syntezy organicznej – pod redakcją J.T. Wróbla

Sprzęt metalowy

Do montażu aparatury i zestawów szklanych używanych w laboratorium chemii organicznej stosuje się wiele elementów wykonanych z metalu. Należą do nich statywy, trójnogi, łączniki („mufy”), kółka i łapy.



trójnóg



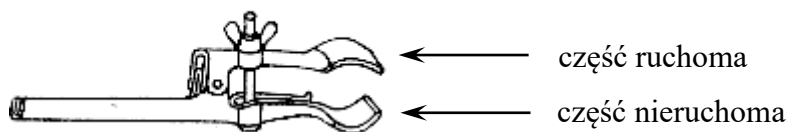
kółka



podnośnik



szczypce metalowe

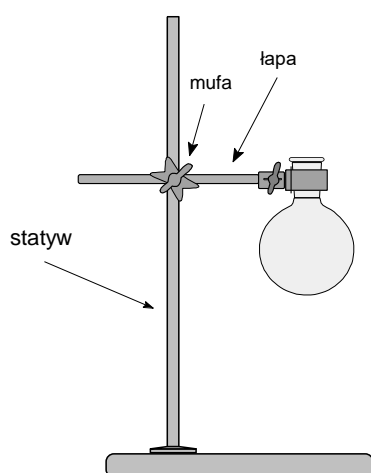


łapy używane do montażu kolb

łapa czteropalcza
do montażu chłodnic



mufy

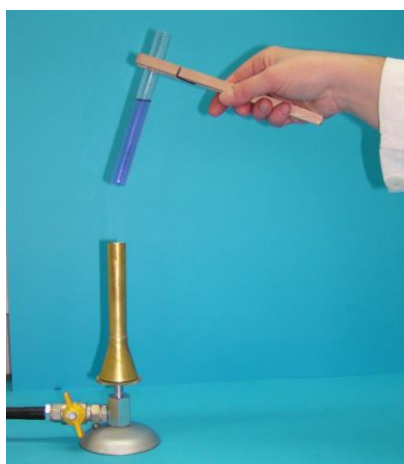


przykład montażu

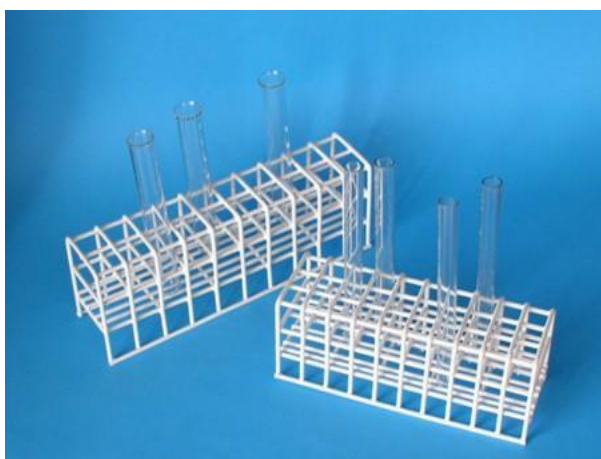


Drobny sprzęt laboratoryjny

Do łączenia rurek szklanych, odprowadzania i doprowadzania wody oraz do palników gazowych używa się węży gumowych lub z tworzyw sztucznych (polietylenowych, igelitowych, teflonowych). Stosuje się też wiele elementów wyposażenia wykonanych z drewna (stojaki, uchwyty do probówek, itp.)



drewniane szczypce do trzymania
ogrzewanych probówek



statywy do probówek

Szkło laboratoryjne

Reakcje chemiczne prowadzi się najczęściej w szklanych naczyniach wykonanych z wysokiej jakości szkła borokrzemianowego, odpornego na działanie większości substancji chemicznych (z wyjątkiem HF). Szkło takie w temperaturze pokojowej odporne jest także na działanie zasad, ale w wyższych temperaturach i po dłuższym czasie może ulegać trawieniu. Niektóre reakcje prowadzi się w naczyniach kwarcowych lub z tworzyw sztucznych takich jak polietylen, polipropylen czy teflon. Ten ostatni jest niezwykle odporny chemicznie i trwały do temperatury ok. 200 °C, ale niestety bardzo drogi. Czasami korzysta się z naczyń porcelanowych (lejki, tygły, moździerze).

Zlewki, cylindry, pipety

Powszechnie stosowane w laboratoriach są **zlewki** różnego kształtu i pojemności, służące do sporządzania roztworów, przygotowywania reagentów czy czasami nawet prowadzenia prostych reakcji. Należy pamiętać jednak, że nie jest to szkło miarowe i zaznaczone na nich podziałki mają jedynie charakter orientacyjny i w żadnym razie nie mogą być podstawą obliczeń stechiometrycznych.



Do dokładnego odmierzania objętości cieczy służą **cyliny miarowe (menzurki) i pipety**.



zlewka



cyliny miarowe



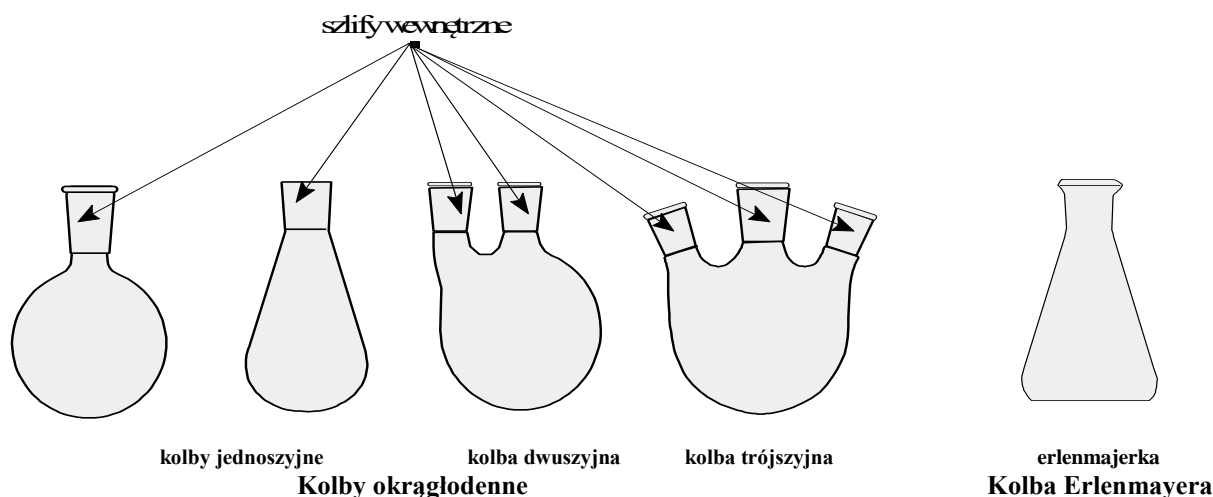
pipeta

Kolby

Do najczęściej używanych w laboratorium naczyń szklanych służących do prowadzenia procesów chemicznych należą różnego typu **kolby**. Wśród nich do najczęściej używanych zaliczamy kolby:

- **okrągłodenne** (czasem o kształcie gruszkowatym, z szyjkami o różnej długości i średnicy)
- **kolby wieloszyjne**, w których montowane są mieszadła, wkraplacze, chłodnice, termometry i inne potrzebne do przeprowadzenia danej reakcji urządzenia.
- **kolby płaskodenne**
- **kolby stożkowe** (tzw. **erlenmajerki** - nazwa pochodzi od nazwiska niemieckiego chemika E. Erlenmeyera)

Większość obecnie produkowanego szkła laboratoryjnego zaopatrzone jest w znormalizowane szlify szklane, tzn. jeden z łączonych elementów ma zeszlifowaną i zmatowioną powierzchnię zewnętrzną (tzw. szlif zewnętrzny) a drugi wewnętrzną (tzw. szlif wewnętrzny). Elementy te mają ściśle określoną geometrię, są produkowane w standardowych wielkościach i doskonale pasują do siebie, zapewniając szczelność połączenia. Pozwala to szybko budować wiele typowych zestawów z kilku podstawowych elementów.



Należy pamiętać, że przy pracy z substancjami silnie zasadowymi powierzchnie szlifów chroni się specjalnymi smarami. Trzeba też zwrócić uwagę, aby pomiędzy powierzchnie szlifów nie dostawały się reagujące substancje, gdyż bardzo często, szczególnie w podwyższonej temperaturze, powoduje to trwałe zespolenie elementów zestawu.

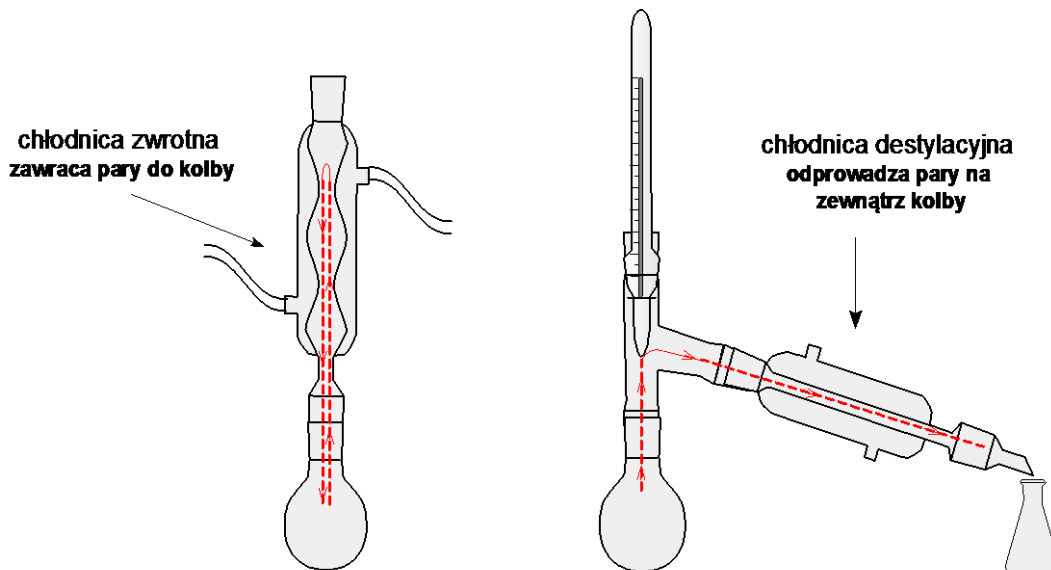
Dobierając poszczególne elementy zestawu do przeprowadzenia planowanej reakcji chemicznej, należy zwrócić uwagę na **dostosowanie wielkości** używanych naczyń laboratoryjnych do skali eksperymentu, tak aby z jednej strony po dodaniu wszystkich reagentów kolba reakcyjna była wypełniona nie więcej niż w $2/3$ swojej objętości, a z drugiej, aby nie stosować np. litrowej kolby do ogrzewania 10 cm^3 roztworu. Stosowanie szkła o zbyt dużej objętości prowadzi do strat ilościowych i świadczy o braku umiejętności laboratoryjnych.

Chłodnice

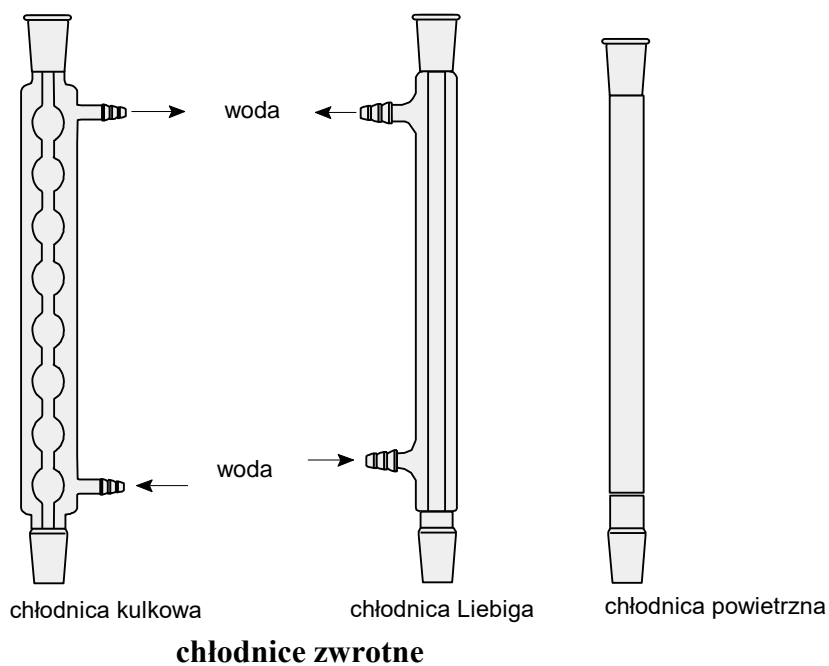
Ogrzewanie ciekłych reagentów w trakcie prowadzenia reakcji chemicznych wymaga schładzania powstających par i zwracania ich do naczynia reakcyjnego lub odprowadzania schłodzonych par na zewnątrz. W pierwszym wypadku mówimy o tzw. **chłodnicach**

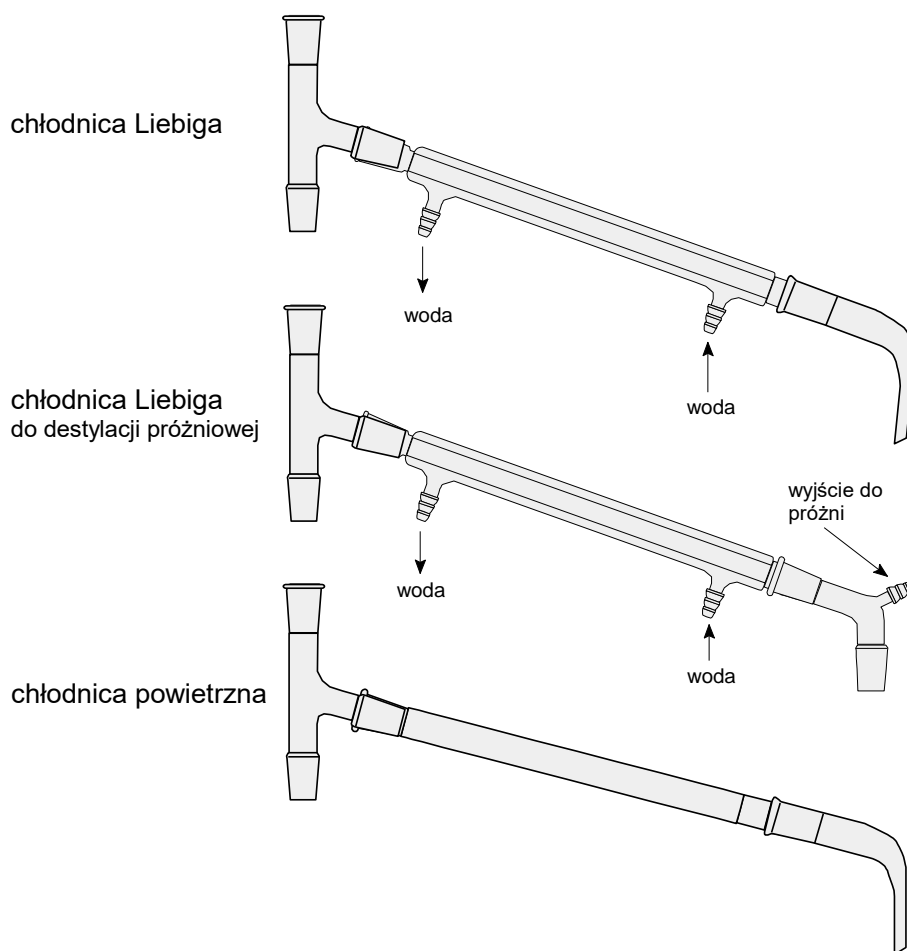


zwrotnych w drugim o **chłodnicach destylacyjnych**. Chłodnice te zaopatrzone są zazwyczaj w połączenia szlifowe i montuje się je w szyjach kolb.



Rodzaj chłodnicy dobiera się w zależności od temperatury wrzenia cieczy, której pary chcemy schładzać. Pary cieczy wrzących do 100°C schładza się najczęściej **chłodnicami Liebiga**, czyli szklanymi rurami obudowanymi płaszczem wodnym, przez który przeciwnie przepływa woda wodociągowa. Pary cieczy wrzących w temperaturach od 100°C do 150°C chłodzi się za pomocą chłodnic Liebiga z zamkniętym przepływem wody a do par o wyższych temperaturach używa się **chłodnic powietrznych**.

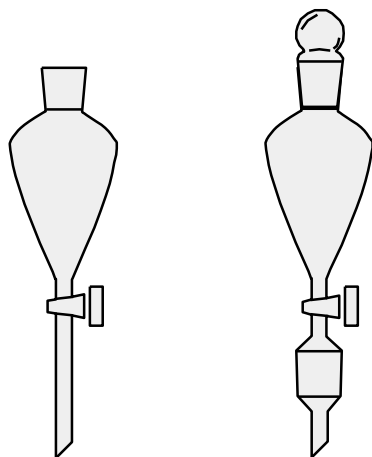




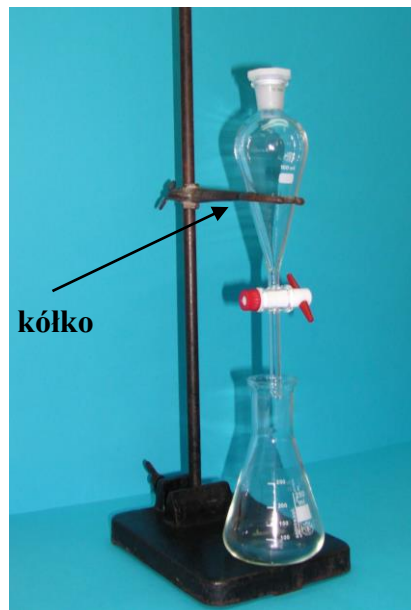
chłodnice destylacyjne

Rozdzielacze, wkraplacze

Rozdział niemieszających się ze sobą cieczy przeprowadza się za pomocą **rozdzielaczy** o różnych kształtach i pojemności. Korki i krany tych naczyń mogą być wykonane z doszlifowanego szkła lub teflonu. Takie same lub podobne naczynia służą jako **wkraplacze**, które umieszczone np. w szyjach kolb, służą do dozowania ciekłych reagentów do mieszaniny reakcyjnej. Ich nóżki wyposażone są wtedy zazwyczaj w szlif zewnętrzny.



rozdzielacz (lub wkraplacz)



sposób montowania

Mycie i suszenie szkła laboratoryjnego

Szklane naczynia przeznaczone do prac laboratoryjnych muszą być czyste i najczęściej dokładnie wysuszone.

Dobór rozpuszczalnika do mycia powinien być dostosowany do rodzaju zanieczyszczeń i wymagań prowadzonego procesu. Najczęściej mycie rozpoczyna się w wodzie z użyciem popularnych detergentów. Należy używać szczotek tak aby nie dotykać gołą ręką zanieczyszczonych powierzchni. Osady nierozpuszczalne w wodzie można usuwać za pomocą niewielkich ilości acetonu.

O tym czy szkło musi być suche decyduje rodzaj prowadzonego procesu, a także postać dodawanych odczynników. Jeżeli używa się roztworów wodnych to oczywiście można używać wilgotnego szkła. Szkło można suszyć w suszarkach, pamiętając aby nie umieszczać w nich naczyń zawierających elementy plastikowe lub gumowe, które mogą ulec zniszczeniu. Innym sposobem suszenia jest przepuszczanie przez nie strumienia gorącego powietrza (np. za pomocą suszarki do włosów). Przepłukanie szkła acetonem znacznie przyspiesza proces suszenia.



Podstawowe czynności laboratoryjne

Ogrzewanie

Szybkość wielu procesów chemicznych wzrasta z temperaturą, dlatego wiele reakcji prowadzi się, stosując ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej. W pracowni chemii organicznej najczęściej stosuje się ogrzewanie elektryczne za pomocą tzw. **plaszczy grzewczych**, których temperaturę można regulować za pomocą transformatora.

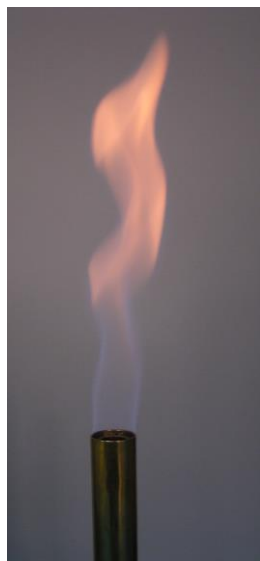
Kontrolę temperatury zapewnia też prowadzenie reakcji w odpowiednim rozpuszczalniku, gdyż zgodnie z prawami fizyki, temp. wrzenia danego rozpuszczalnika wyznacza górną granicę, do której można go ogrzać pod normalnym ciśnieniem. Dlatego też, **ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną** jest jedną z najczęściej stosowanych w chemii organicznej operacji, zapewniającą utrzymanie stałej temperatury procesu. Jest nią temperatura wrzenia danej cieczy.



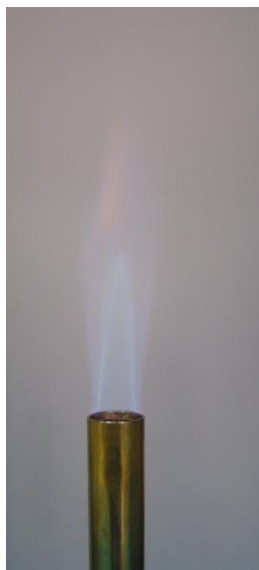
Czasami, dla związków niepalnych stosuje się ogrzewanie palnikami gazowymi, w których mieszanina gazu i powietrza spala się u wylotu kominka. Palniki te posiadają regulację przepływu gazu oraz dopływu powietrza. Przy bezpośrednim ogrzewaniu aparatury szklanej (np. przy oznaczaniu temperatury wrzenia w aparacie Thielego) płomień palnika powinien być mały i należy delikatnie przesuwać go po powierzchni szkła, nie dopuszczając do miejscowego przegrzania.



palnik z płomieniem świecącym



palnik z płomieniem nieświecącym



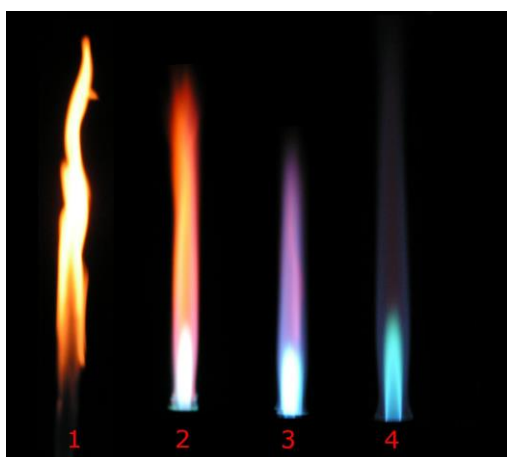
dokręcony



pierścień regulujący dopływ powietrza



odkręcony



Różne kolory i kształty płomienia palnika

w zależności od ilości powietrza doprowadzonego do palnika z pomocą pierścienia regulującego

- 1 - brak powietrza
- 2 - niewiele powietrza
- 3 - duża ilość powietrza
- 4 - maksymalny dopływ powietrza



Ogrzewanie szkła palnikiem należy prowadzić ustawiając je na płytce azbestowej umieszczonej na trójnogu



W sposób pośredni ogrzewa się naczynia reakcyjne na **łaźniach wodnych i olejowych**. Są to różnego typu pojemniki szklane lub metalowe, wypełnione wodą lub olejem, ogrzewane np. za pomocą płytki elektrycznej lub wewnętrznej spirali grzewczej. Rodzaj cieczy stanowiącej wypełnienie łaźni określa nam zakres temperatur możliwych do uzyskania.



Dobór sposobu ogrzewania musi zawsze uwzględniać właściwości ogrzewanych substancji, w tym przede wszystkim ich palność oraz temperaturę, w której ma być prowadzona reakcja. Łatwo lotne ciecze należy zawsze ogrzewać pod chłodnicą zwrotną, w której pary ulegają skropleniu, a ogrzewanie łatwopalnych i wybuchowych cieczy (eter, benzen) należy prowadzić jedynie w specjalnie przystosowanych pomieszczeniach, (tzw. pokoje eterowe), gdzie między innymi instalacja elektryczna i inne pracujące tam urządzenia spełniają specjalne wymogi bezpieczeństwa.

Chłodzenie

Chłodzenie stosuje się w laboratorium przy reakcjach egzotermicznych, przy skraplaniu par cieczy (np. podczas destylacji, przy skraplaniu par wrzącego w czasie reakcji rozpuszczalnika) lub przy oziębianiu roztworu w czasie krystalizacji.

Niekiedy wymagane jest chłodzenie mieszaniny reakcyjnej ze względu na rozkład produktu w wyższych temperaturach (np. podczas reakcji diazowania). Najczęściej



stosowanym i najtańszym środkiem chłodzącym jest woda wodociągowa. Czasem stosuje się drobno pokruszony lód lub specjalne mieszaniny oziębiające z lodu zmieszanego z różnymi solami (np. NaCl, CaCl₂, NH₄Cl).

Specjalnym środkiem chłodzącym jest mieszanina stałego ditlenku węgla (tzw. suchego lodu) z organicznymi rozpuszczalnikami (metanol, aceton), pozwalająca uzyskać temperaturę ok. -78°C. Jeszcze niższe temperatury można uzyskać, stosując ciekły azot (t.wrz. -195,8°C). Należy pamiętać, że do pomiaru tak niskich temperatur używa się specjalnych termometrów, gdyż popularne termometry rtęciowe można używać do -37°C).

Z mieszanin tych sporządza się **łaźnie chłodzące**, czyli odpowiednie naczynie wypełnia się środkiem chłodzącym a w nim umieszcza się chłodzone naczynia reakcyjne.



Saczenie

Proces saczenie ma na celu albo oddzielenie stałych zanieczyszczeń od cieczy, albo oddzielenie stałego produktu od ciekłej mieszaniny reakcyjnej lub ługu pokryształacyjnego.

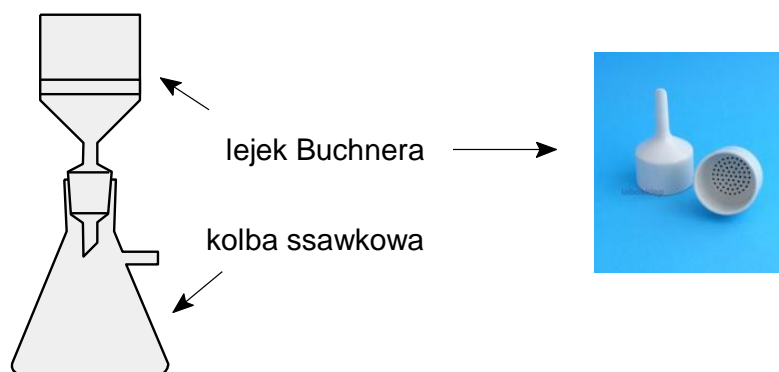
Stale zanieczyszczenia oddziela się od cieczy przez przesaczenie jej przez **karbowany sączek bibułowy** umieszczony w szklanym lejku.

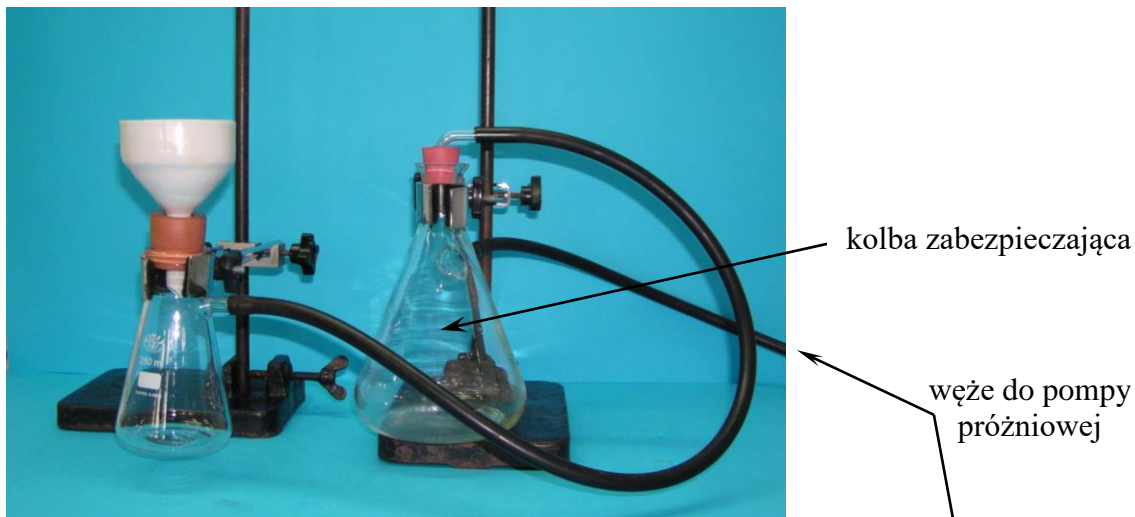


karbowany sączeek bibułowy

Aby zapobiec przedwczesnemu wydzielaniu się substancji krystalizowanej w wyniku ochładzania się cieczy, lejek taki można czasem umieszczać w specjalnym **plaszczu grzewczym**.

Do **sączenia osadów** po reakcji, czy po krystalizacji, stosuje się porcelanowe lub szklane **lejki Büchnera**, na których dziurkowanym dnie umieszcza się ściśle dopasowane krążki bibuły. Lejki te osadza się szczelnie w szyjkach grubościennych kolb ssawkowych z bocznym tubusem, które poprzez kolbę zabezpieczającą łączy się węzłem gumowym z urządzeniem wytwarzającym podciśnienie (nazywanym umownie próżnią), takim jak pompka wodna, pompa membranowa czy centralna instalacja próżniowa.





Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem dużych ilości osadu



Zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem małych ilości osadu

W czasie sączenia kolba ssawkowa **zawsze** musi być umieszczona w łapie. Po odsączeniu osad na sączku przemywa się odpowiednim rozpuszczalnikiem i starannie odsysa ciecz, aż z nóżki lejka przestaną już spływać krople. Można to przyspieszyć np. przez dociśnięcie osadu szklanym korkiem. Podsuszony osad wyjmuje się ostrożnie z lejka na czysty kawałek bibuły i suszy.

Do celów specjalnych np. odsączania bardzo żrących rozpuszczalników lub bardzo drobnych osadów, używa się lejków ze spiekami szklanymi o zróżnicowanej porowatości. Wielkość porów oznaczona jest na sączku symbolem właściwym dla producenta (należy się w konkretnym przypadku z nim zapoznać) ale w większości przypadków większa cyfra oznacza drobniejsze pory sączka.

Gdy osad jest ciężki lub przylega do ścian i dna naczynia, można ciecz znad niego ostrożnie zlać, czyli **zdekantować**.



Osady można oddzielić od cieczy również za pomocą **wirowania** w specjalnych wirówkach o różnej pojemności i szybkości wirowania.

Suszenie

W pracowni do suszenia preparatów i szkła, a czasami do prowadzenia reakcji, stosuje się najczęściej szafkowe suszarki elektryczne o zróżnicowanych pojemnościach i szczegółach konstrukcyjnych. Ich zaletami jest duża stabilność termiczna i możliwość precyzyjnego kontrolowania temperatury. Niekiedy suszarki takie zapewniają możliwość suszenia substancji pod zmniejszonym ciśnieniem, dzięki odpowiedniemu połączeniu z pompą próżniową.

Ciała stałe można także suszyć na wolnym powietrzu, ogrzewając je np. promiennikiem podczerwieni lub na lejku Büchnera strumieniem powietrza zasysanym przez pompkę wodną.

Związki ciekłe i roztwory pozbawia się wilgoci przez dodanie do nich suchego, stałego środka suszącego. Są to substancje silnie higroskopijne, najczęściej bezwodne sole, mające zdolność tworzenia hydratów jak np. bezwodny siarczan(VI) miedzi(II), siarczan(VI) magnezu, węglany sodu lub potasu, bezwodny chlorek wapnia itp. Rodzaj zastosowanego środka suszącego należy dobrać do właściwości osuszanej substancji, tak aby nie dochodziło do niepożądanych reakcji chemicznych. Np. do osuszania ciekłych amin stosuje się stały NaOH lub KOH, a do suszenia chloroformowych roztworów wielu związków organicznych bezwodny siarczan magnezu lub węglany.

Specjalnym rodzajem środka suszącego są tzw. **sita molekularne**. Są to specjalnie preparowane zeolity o różnej wielkości porów, mogące absorbować cząsteczki o różnej wielkości, w tym również cząsteczki wody. Symbol sit molekularnych (3A, 4A, 5A) określa wielkość porów zeolitu wyrażoną w angstromach. Sita molekularne mają również tę zaletę, że można je regenerować i używać ponownie.

Środek suszący usuwa się z osuszonych roztworów przez sączenie, a otrzymany roztwór poddaje dalszej obróbce.

Gazy oczyszcza się i suszy, stosując system płuczek i suszek z odpowiednimi ciekłymi i stałymi środkami absorbującymi.

Wyznaczanie temperatury topnienia

Temperatura topnienia jest jedną z charakterystycznych właściwości fizycznych stałych związków organicznych oraz dobrym kryterium oceny ich czystości. Krystaliczne, czyste związki organiczne topią się na ogół w wąskim, ostrym zakresie temperatur 1 - 2 °C.

Obecnie do pomiaru temperatury topnienia używa się różnego typu aparatów, gdzie termometr i kapilarę umieszcza się w otworach metalowego bloczka ogrzewanego elektrycznie. Pomiar prowadzi się, obserwując zmiany temperatury (wskazywane przez termometr lub wyświetlane na ekranie) a przez wizjer wyposażony w soczewkę topnienie badanej substancji. Wyższej klasy aparaty pozwalają z reguły programować temperaturę i szybkość ogrzewania co bardzo ułatwia przeprowadzenie pomiaru.



Można też oznaczyć temperaturę topnienia pojedynczych kryształów pod specjalnym mikroskopem wyposażonym w ogrzewany stolik i układ optyczny pozwalający obserwować jednocześnie termometr i badaną substancję.

Dokładność pomiaru temperatury topnienia zależy w dużym stopniu od szybkości ogrzewania kapilary (lub pojedynczych kryształów), dlatego pierwszy pomiar przeprowadza się zazwyczaj szybko dla uzyskania przybliżonego wyniku, a w kolejnym oznaczeniu, w pobliżu temperatury topnienia, ogrzewanie prowadzi się, tak aby temperatura przyrastała nie szybciej niż 2-3°C na minutę.

Niektóre związki organiczne topią się z rozkładem, co można poznać po wydzielaniu się bąbelczek gazów w kapilarze i rozszerzeniu zakresu temperatury topnienia.

Substancja do oznaczania temperatury topnienia musi być sucha i drobno sproszkowana. Uzyskuje się to przez utarcie jej w małym moździerzu (najlepiej agatowym) lub ostatecznie, na szkiełku zegarkowym. Substancję wprowadza się do zatopionej z jednego końca kapilary w ten sposób, że otwartym końcem kapilary nabiera się niewielką ilość sproszkowanej substancji, a następnie po odwróceniu kapilary, postukuje się nią o twarde podłoże, tak aby ubić substancję na jej dnie. Dobrym i wygodnym sposobem ubicia substancji i kapilarze jest kilkakrotne wrzucenie jej do ustawionej pionowo i opartej na twardym podłożu szklanej rurki. Wysokość słupa substancji w kapilarze powinna wynosić ok. 2-4 milimetrów.

Porównując oznaczoną temperaturę topnienia związku organicznego (np. otrzymanego preparatywnie) z temperaturą topnienia podaną w literaturze (praca oryginalna, kalendarz chemiczny, przepis preparatywny), można ocenić czystość i tożsamość produktu.

Należy jednak pamiętać, że wiele różnych związków organicznych posiada zbliżone lub wręcz identyczne temperatury topnienia, tak więc sama wartość temperatury topnienia nie może być dowodem tożsamości substancji.

Próba mieszania

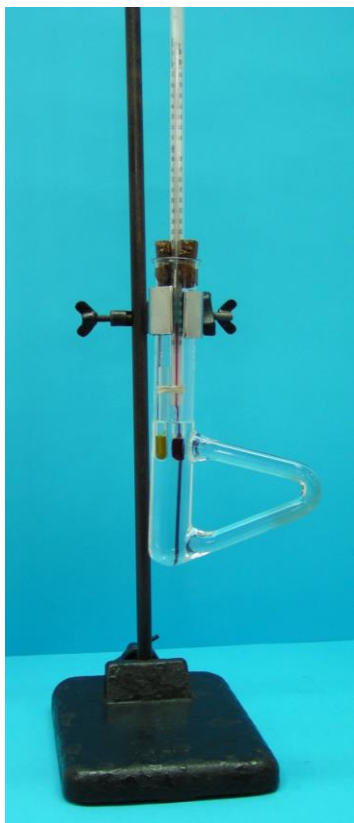
Do identyfikacji związku organicznego bardzo przydatna jest **tzw. próba mieszania**. Podstawą jej jest fakt, że **każde zanieczyszczenie obniża temperaturę topnienia związku**. Tak więc, dwie różne substancje o identycznych temperaturach topnienia są wzajemnie dla siebie zanieczyszczeniami i temperatura topnienia ich mieszaniny jest niższa od temperatury topnienia każdej z nich. Pozwala to ustalić, czy dwie próbki podobnie lub identycznie wyglądających substancji i posiadające podobne, lub identyczne temperatury topnienia, są w istocie dwiema próbkami tej samej substancji, czy też są to substancje różne, a tylko ich wygląd i temperatury topnienia są przypadkowo zbieżne.

Aby się o tym przekonać, ucieramy dwie, w przybliżeniu jednakowe, porcje badanych substancji i oznaczamy temperaturę topnienia mieszaniny. Jeśli substancje są identyczne, to temperatura topnienia mieszaniny jest praktycznie identyczna z temperaturą topnienia substancji wyjściowych. Natomiast jeśli dwie badane substancje są różne, a tylko przypadkowo posiadają takie same temperatury topnienia, to **temperatura topnienia mieszaniny będzie przynajmniej o 10 °C niższa** od temperatury topnienia badanych substancji.

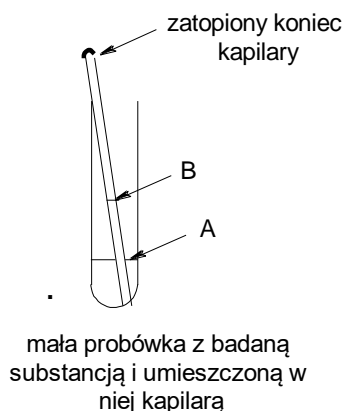


Wyznaczanie temperatury wrzenia

Miarą czystości cieczy jest jej temperatura wrzenia, którą można oznaczyć w procesie destylacji. Dla niewielkich ilości cieczy jej temperaturę wrzenia można oznaczyć następująco: W aparacie Thiego wypełnionym olejem silikonowym umieszcza się termometr z przymocowaną małą probówką, której dno znajduje się na poziomie zbiornika rtęci termometru. Do probówki wlewa się około $0,5 \text{ cm}^3$ badanej cieczy i zanurza w niej, otwartym końcem, zatopioną z jednej strony kapilarę. Zestaw ogrzewa się powoli małym, nie świecącym (ale bez stożka) płomieniem palnika, poruszając nim tak aby płomień przesuwał się po powierzchni szkła bocznej rurki aparatu Thiego, aby nie dopuścić do miejscowego przegrzania.



W probówce z kapilarą można wyróżnić dwie powierzchnie cieczy – otwartą do atmosfery w probówce (A) oraz zamkniętą, znajdującą się wewnątrz kapilary (B). Nad cieczą znajduje się para o prężności charakterystycznej dla danej cieczy i temperatury. Znad powierzchni (A) pary wydostają się poza obręb probówki, natomiast nad powierzchnią (B) wytwarza się po pewnym czasie w kapilarce para nasycona.



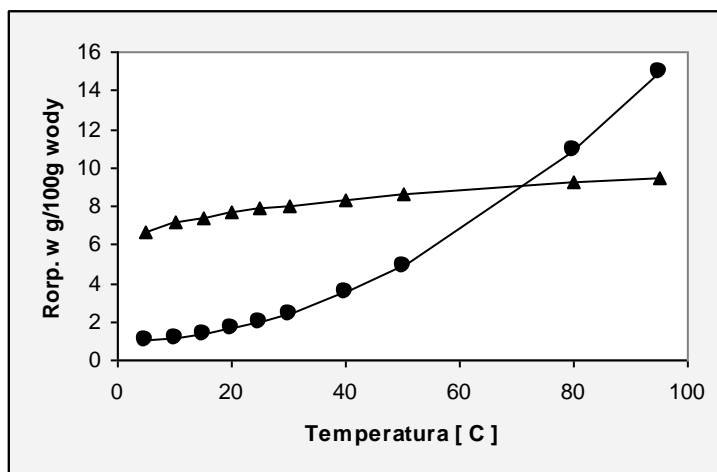
Ogrzewanie cieczy powoduje zwiększone jej parowanie, co prowadzi do wzrostu objętości gazu w kapilarce (ciśnienie jest stałe) i wydostawania się banieczek par z kapilarki. Po osiągnięciu temperatury wrzenia prędkość par cieczy jest równa ciśnieniu zewnętrznemu, a w kapilarce, nad powierzchnią (B), znajdują się już tylko pary cieczy. Lekkie przekroczenie temperatury wrzenia badanej cieczy przez otaczający probówkę pomiarową olej silikonowy (temperatura badanej cieczy po osiągnięciu przez nią temperatury wrzenia już się nie zmienia, a całość dostarczanej energii jest zużywana na jej odparowywanie) powoduje gwałtowne jej wrzenie, przejawiające się intensywnym wydzielaniem par z kapilarki wskutek intensywnego parowania nad powierzchnią (B). Wtedy przerywa się ogrzewanie i olej zaczyna się ochładzać, a szybkość wydzielania baniek par maleje (zmniejsza się różnica temperatury pomiędzy otaczającym probówkę olejem a badaną cieczą, co skutkuje obniżeniem ilości energii dostarczanej do badanej cieczy i zmniejszeniem jej parowania). Gdy ustanie wydzielanie banieczek (następuje zrównanie temperatury oleju i badanej cieczy w probówce pomiarowej), ciśnienie par w kapilarce jest równe ciśnieniu zewnętrznemu i temperatura zaobserwowana w tym momencie na termometrze odpowiada definicyjnej temperaturze wrzenia cieczy. Dalsze niewielkie oziębienie cieczy i par w kapilarce powoduje ich skroplenie i gwałtowny spadek ciśnienia w kapilarce. Wtedy ciśnienie zewnętrzne wciska ciecz do kapilary, aż do wyrównania ciśnień. Zjawisko to zachodzi gwałtownie w temperaturze nieco niższej od rzeczywistej temperatury wrzenia, ale ponieważ jest bardzo łatwe do zaobserwowania, a różnica temperatur jest niewielka, przyjęto tę temperaturę jako praktyczną temperaturę wrzenia oznaczaną tą metodą.

Krystalizacja

Krystalizacja jest jedną z metod oczyszczania związków chemicznych. Polega ona na otrzymaniu **roztworu nasyconego** oczyszczonej substancji w **temperaturze wrzenia rozpuszczalnika**, oddzielenie (przez sączenie roztworu) ewentualnych nierozpuszczalnych zanieczyszczeń, a następnie ochłodzenie przesącza. W miarę obniżania temperatury, powstaje roztwór przesycony i nadmiar substancji wydziela się z roztworu w formie krystalicznej. Otrzymany w ten sposób osad oddziela się przez sączenie.

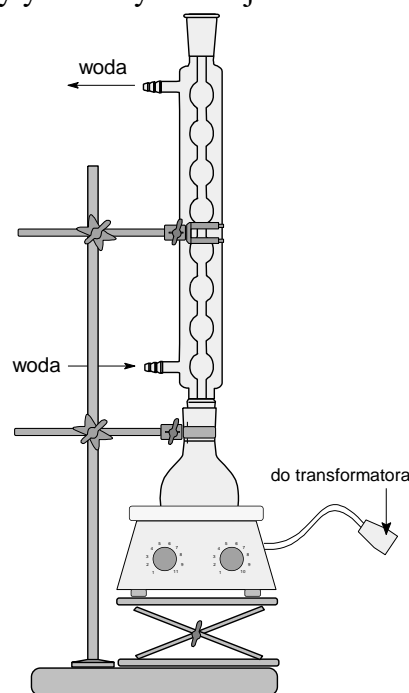


Najlepszym rozpuszczalnikiem do krystalizacji jest taki, w którym występuje duża różnica rozpuszczalności danej substancji wraz ze zmianą temperatury. Poniżej podano przykładowy wykres obrazujący rozpuszczalność dwóch różnych związków w wodzie. Na jego podstawie można przyjąć, że wody można użyć tylko w procesie oczyszczania przez krystalizację dla związku oznaczonego kółkami. Związek oznaczony trójkątami, mimo że jest dość dobrze rozpuszczalny w wodzie, nie wykazuje istotnej różnicy w rozpuszczalności w niskiej i wysokiej temperaturze, w związku z czym nie można go po rozpuszczeniu odzyskać.



Używany rozpuszczalnik powinien również albo zupełnie nie rozpuszczać zanieczyszczeń - wtedy oddzielimy je przez sączenie roztworu, albo rozpuszczać zanieczyszczenia znacznie lepiej niż właściwą substancję i wtedy zanieczyszczenia pozostaną w roztworze również po jego ochłodzeniu. Oczywiście jest, że rozpuszczalnik użyty do krystalizacji nie może reagować z substancją krystalizowaną. Ponadto ze względów praktycznych korzystne jest, aby rozpuszczalnik był mało toksyczny, niepalny i w miarę możliwości tani.

Typowy zestaw do krystalizacji składa się z kolby okrągłodennej, chłodnicy zwrotnej i urządzenia grzewczego. Krystalizowaną substancję umieszcza się w kolbie i dodaje kilka tzw. kamyczków wrzennych (lub kulek), które zapobiegają przegrzewaniu się cieczy. Jeżeli na szyjce kolby osadzi się trochę związku, należy go zetrzeć aby nie było problemów z rozłączeniem szlifów po procesie krystalizacji. Następnie dodaje się niewielką ilość rozpuszczalnika, z którego prowadzi się krystalizację, w szyjce kolby umieszcza się chłodnicę zwrotną i zawartość kolby ogrzewa się do wrzenia. Jeśli substancja nie uległa rozpuszczeniu, dodaje się przez chłodnicę zwrotną kolejne, **małe** porcje rozpuszczalnika, doprowadzając roztwór (po dodaniu każdej porcji) do wrzenia. Czynności te powtarza się tak długo, aż cała substancja ulegnie rozpuszczeniu, lub dodawanie kolejnych porcji rozpuszczalnika nie zmieni ilości osadu.





Następnie roztwór sączy się (do zlewki o odpowiedniej pojemności) przez sączonek karbowany, umieszczony w lejku szklanym.

Uwaga! W czasie sączenia rozpuszczalników palnych, należy bezwzględnie wyłączyć wszystkie znajdujące się w pobliżu palniki gazowe.

Na sączku powinny pozostać jedynie zanieczyszczenia mechaniczne np. dodane na początku kamyczki wrzenne lub węgiel aktywny, ewentualnie substancje stanowiące zanieczyszczenia, nierozpuszczalne w rozpuszczalniku użytym do krystalizacji. Otrzymany przesącz chłodzi się w mieszaninie ochładzającej a wydzielony osad odsącza na lejku Büchnera, i ew. przemywa na sączku niewielką ilością zimnego rozpuszczalnika użytego do krystalizacji. Otrzymany osad suszy się w warunkach odpowiednich do temperatury topnienia oczyszczanego związku mając również na uwadze jego zdolność do sublimacji.

Typowe problemy pojawiające się w trakcie krystalizacji, ich przyczyny i sposoby usuwania:

* W czasie sączenia przez sączkę karbowaną substancja osadza się na sączku i w nóżce lejka.

⇒ Zbyt mała ilość rozpuszczalnika.

⇒ Sączek wraz z osadem umieszcza się w kolbie, dodaje rozpuszczalnika, w ilości potrzebnej do rozpuszczenia osadu w temperaturze wrzenia i ponownie sączy przez nowy sączek.

* Mimo ochłodzenia przesączu, substancja nie wydziela się z roztworu.

⇒ Zbyt duża ilość rozpuszczalnika.

⇒ Roztwór zagęszcza się przez oddestylowanie części rozpuszczalnika. Czasami mimo właściwie dobranych proporcji, substancja mimo wszystko nie chce wydzielać się z przesyconego roztworu. Może to być spowodowane dużą gęstością roztworu lub brakiem zarodków krystalizacji. Często pomaga wtedy pocieranie ścianek naczynia bagietką szklaną lub (o ile to możliwe) dodanie do roztworu kilku kryształków czystej substancji krystalizowanej w celu tzw. "zaszczepienia roztworu".

* W czasie sączenia na lejku Büchnera osad przedostaje się do kolby ssawkowej.

⇒ Źle dopasowany sączek bibułowy. Sączek powinien przylegać do dna lejka i nie może podwijać się na jego ścianki.

⇒ Należy sporządzić nowy sączek i przesączyć jeszcze raz.

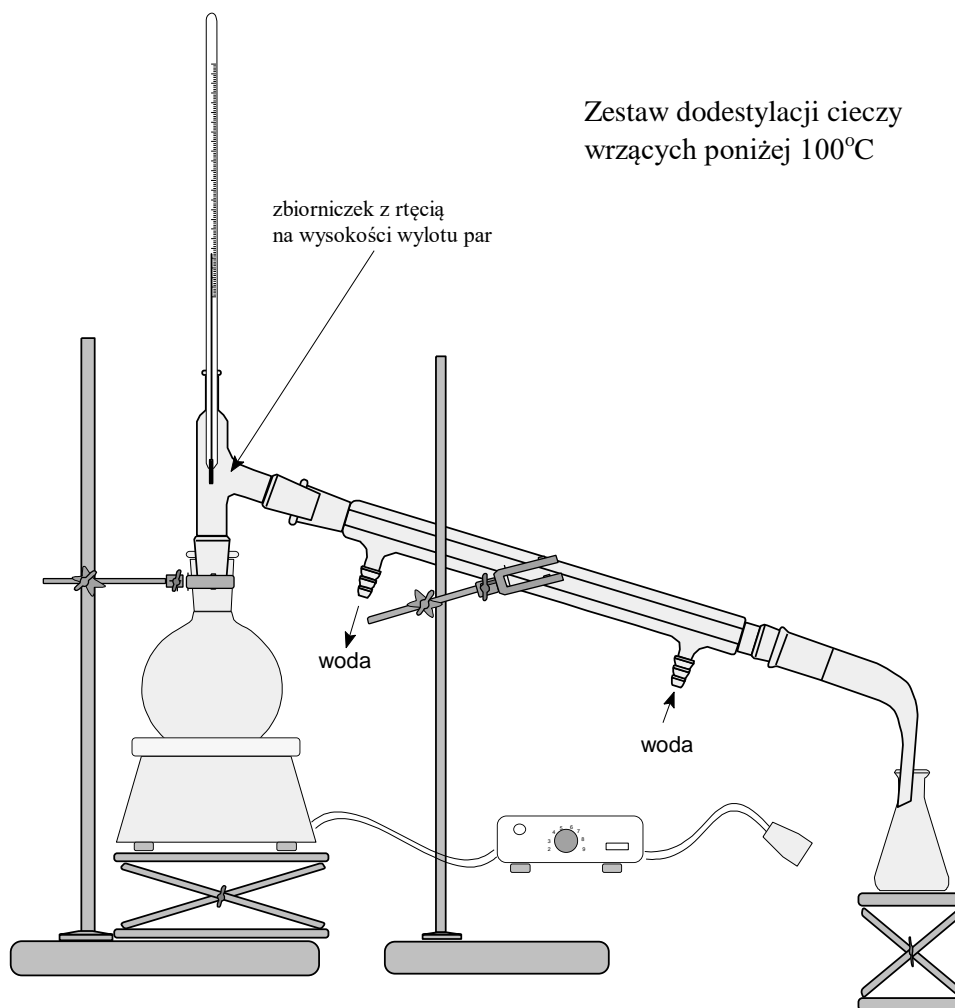
Destylacja

Destylacja jest procesem fizycznym polegającym na ogrzaniu destylowanej cieczy do wrzenia, odprowadzeniu powstającej pary i ponownym jej skropleniu. Służy ona do oczyszczania cieczy i rozdzielania ich mieszanin.

Praktyczne przeprowadzenie destylacji uzależnione jest od właściwości destylowanej cieczy, przede wszystkim jej temperatury wrzenia, ale także palności czy toksyczności, z których eksperymentator musi zdawać sobie sprawę. Odpowiednie dane należy sprawdzić w literaturze (kalendarz chemiczny, poradniki, itp.)



Typowy zestaw destylacyjny składa się z kolby okrągłodennej (lub kolby destylacyjnej zaopatrzonej w boczną rurkę), termometru, chłodnicy destylacyjnej i odbieralnika (erlenmajerki o odpowiedniej objętości). Do ogrzewania najlepsze są urządzenia elektryczne z regulacją mocy grzania. Prawidłowy sposób zestawienia tych elementów przedstawiono na rysunku.



Dobór odpowiedniej chłodnicy związany jest z temperaturą wrzenia destylowanej cieczy. Ogólnie można przyjąć, że do destylacji cieczy o temp. wrz. nie większej niż 100 °C, stosuje się chłodnicę Liebiga z płaszczem wodnym, z przepływem wody. Dla cieczy o temp. wrz. od 100 do 150 °C taką samą chłodnicę z płaszczem wypełnionym wodą, lecz z zamkniętym przepływem wody, natomiast dla cieczy o temp. wrz. powyżej 150 °C tzw. chłodnicę powietrzną, czyli rurę szklaną bez płaszcza chłodzącego.

Należy zwrócić uwagę na prawidłowe umieszczenie termometru. Zbiorniczek z rtęcią powinien znajdować się na wysokości bocznej rurki odprowadzającej pary. Tylko takie jego położenie zapewni prawidłowy odczyt temperatury wrzenia.



Praktyczne przeprowadzenie destylacji

Po prawidłowym zmontowaniu zestawu, stosownie do właściwości destylowanej cieczy, w kolbie umieszcza się oczyszczony związek, pamiętając, że nie może on zajmować więcej niż 2/3 objętości kolby. Następnie dodaje się tzw. kamyków (lub kulek) wrzennych, które zapobiegają przegrzewaniu się cieczy, następnie umieszcza się termometr i rozpoczyna ogrzewanie.

Jeśli przez zapomnienie ciecz zostanie ogrzana bez kamyczków wrzennych, należy natychmiast przerwać ogrzewanie, odczekać aż roztwór trochę ostygnie i dopiero wtedy dodać kamyczki. W przeciwnym razie może nastąpić gwałtowne wrzenie przegrzanej cieczy i zawartość kolby zostanie wyrzucona przez chłodnicę.

Ogrzewając kolbę destylacyjną, należy obserwować skalę termometru, na której na początku następuje bardzo powolny wzrost temperatury do momentu, gdy pary cieczy zaczynają omywać zbiorniczek z rtęcią termometru. Od tego momentu temperatura szybko wzrasta, a pary cieczy skraplając się, zaczynają spływać przez chłodnicę do odbieralnika. Część destylatu, skroploną przed uzyskaniem właściwej temperatury wrzenia, nazywamy **przedgonem**.

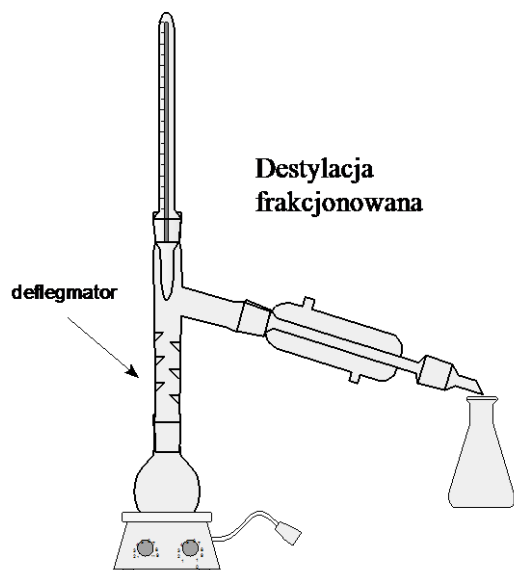
Gdy temperatura ustali się w okolicy teoretycznej temp. wrz. substancji którą w wyniku destylacji chcemy wydzielić, zmienia się odbieralnik na czysty i suchy i odbiera się właściwą frakcję w przedziale 2-3 °C. Destylację kontynuuje się do momentu, gdy ogrzewana ciecz przestanie destylować lub temperatura przekroczy podany powyżej zakres, co dowodzi, że frakcja właściwa już przedestylowała. Destylacji nie wolno prowadzić „do sucha”. W kolbie powinna zawsze pozostać niewielka ilość cieczy (tzw. **pogon**).

Po zakończeniu destylacji mierzymy objętość poszczególnych frakcji i na tej podstawie obliczamy jej wydajność.

Destylacja frakcjonowana

Mieszaninę cieczy o zróżnicowanych temperaturach wrzenia można rozdzielić za pomocą tzw. **destylacji frakcjonowanej**. Istotą tego procesu jest odbiór kolejnych frakcji wrzących w wąskich granicach temperatur i ewentualnie ponowne ich rozdestylowanie.

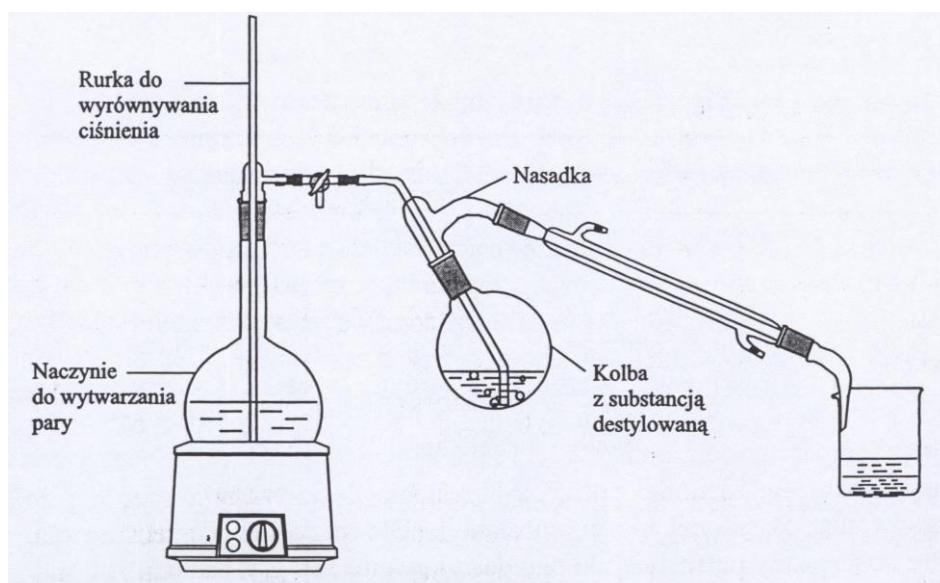
Podstawy fizykochemiczne procesu destylacji frakcjonowanej opierają się na prawach: Daltona (całkowita prężność pary nad roztworem kilku cieczy jest równa sumie ciśnień parcjalnych jego składników) oraz Raoult'a (prężność pary danego składnika nad roztworem jest równa iloczynowi prężności pary tego składnika i jego ułamka molowego w roztworze). Opierając się na tych dwóch prawach, można stwierdzić, że para nad mieszaniną cieczy bogatsza jest w składnik, którego prężność pary jest większa, tj. w składnik lotniejszy. Tak więc, kiedy ogrzewamy mieszaninę cieczy o różnych temperaturach wrzenia, najpierw najintensywniej paruje najlotniejszy składnik. Destylację frakcjonowaną prowadzi się też z zastosowaniem **deflegmatorów**, które umieszcza się w szyjce kolby okrągłodennej i poprzez boczną rurkę w górnej partii deflegmatora łączy z odpowiednią chłodnicą. W górnej szyjce deflegmatora umieszcza się termometr mierzący temperaturę wrzenia poszczególnych frakcji. Pary destylowanej cieczy wędrując w górę deflegmatora, ulega w jego komorach wielokrotnemu skraplaniu i ponownemu parowaniu. Wzbogaca to wędrujące pary w najlotniejszy składnik, destylujący jako pierwsza frakcja, a proces jest powtarzany dla każdego kolejnego składnika mieszaniny.



Metodą tą nie udaje się rozdzielić tzw. **mieszanin azeotropowych**, które destylują w określonej temperaturze w stałym składzie ilościowym.

Destylacja z parą wodną

Na podobnej zasadzie opiera się **destylacja z parą wodną**, gdzie prężności parcjalne wody i destylowanej cieczy sumują się i oba te składniki destylują razem w temperaturze, która jest zawsze niższa od 100°C , zgodnie z prawem Daltona.



Destylację z parą wodną można stosować oczywiście tylko w przypadku związków wykazujących lotność z parą wodną, nierozpuszczalnych w wodzie i niereagujących z nią.



Aparatura i praktyczne wykonanie destylacji z parą wodną są demonstrowane na ćwiczeniach w czasie specjalnego pokazu.

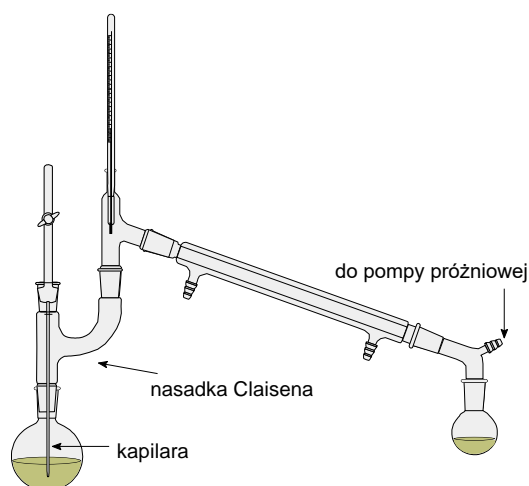
Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem

Destylując ciecze o wysokich temperaturach wrzenia, kiedy zachodzi obawa ich rozkładu podczas ogrzewania, stosujemy **destylację pod zmniejszonym ciśnieniem** („destylacja próżniowa”).

Wiedząc, że ciecz wrze w temperaturze, w której prężność jej par równa się ciśnieniu nad powierzchnią cieczy (ciśnieniu zewnętrznemu), łatwo zrozumieć, że obniżenie ciśnienia w aparaturze destylacyjnej obniża temperaturę wrzenia destylowanej cieczy i zapobiega jej rozkładowi. Destylację pod zmniejszonym ciśnieniem prowadzi się w dwuszyjnych kolbach Claisena. Chłodnicę z odbieralnikiem łączy się za pomocą odpowiednich szklanych elementów zaopatrzonych w znormalizowane szlify.

Obniżone ciśnienie w zestawie do destylacji próżniowej można uzyskać, stosując różnego typu olejowe pompy rotacyjne, pompy membranowe itp. Bardzo popularne są wciąż tzw. pompki wodne, w których prąd wody wodociągowej wypływający ze zwężonej dyszy porywa powietrze i wytwarza podciśnienie, którego wartość może dochodzić, w zależności od ciśnienia i temperatury wody, do kilkunastu mm Hg. Zaletą ich jest prostota konstrukcji i niska cena, ale wadą zależność od ciśnienia i temperatury wody w sieci wodociągowej, duże zużycie wody i wprowadzanie do ścieków par destylowanych związków, niekorzystne dla środowiska naturalnego.

Pomiaru ciśnienia w zestawie destylacyjnym dokonuje się za pomocą różnego typu manometrów mechanicznych, elektronicznych lub rtęciowych.



Ekstrakcja

Ekstrakcja polega na przeprowadzeniu substancji z roztworu, zawiesiny lub stanu stałego do innej fazy ciekłej w sposób wybiórczy, wykorzystując różnice rozpuszczalności substancji i jej zanieczyszczeń w obu fazach. Fazy te nie mieszają się z sobą, a dystrybucja



między substancjami określona jest **prawem podziału Nernsta**, które głosi, że stosunek stężenia substancji w jednym rozpuszczalniku (c_1) do stężenia w drugim (c_2) jest w danej temperaturze wielkością stałą i nazywa się współczynnikiem podziału (K), czyli:

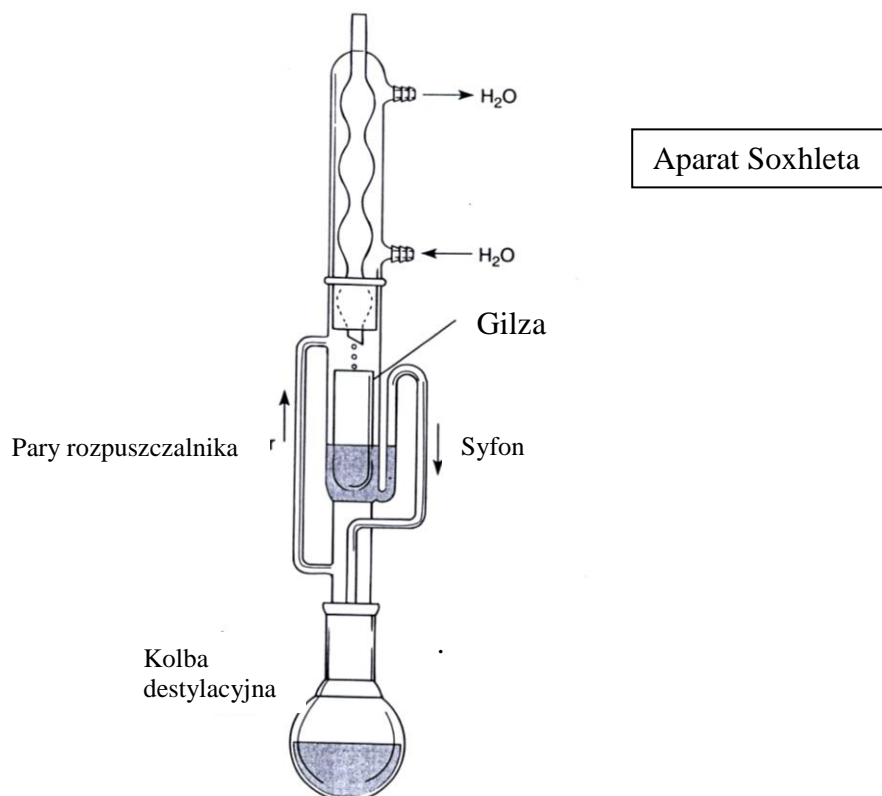
$$K = c_1 / c_2 = \text{constans}$$

Ekstrakcję z roztworów lub zawiesin przeprowadza się w rozdzielaczach, w których wytrząsa się roztwór i rozpuszczalnik. Wytrząsanie można powtarzać z nowymi partiami rozpuszczalnika, a ekstrakty łączyć i osuszać razem.

Po odstaniu i rozdzieleniu się warstw, rozdziela się obie fazy i wydziela zawarte w nich substancje stosownie do ich właściwości przez wytrącanie, odparowanie rozpuszczalnika itp. Niekiedy po wytrząsaniu powstają trudno rozdzielające się emulsje, co wydłuża czas rozdziału warstw cieczy. Można temu zapobiegać, nasycając roztwór wodny chlorkiem sodu lub dodając kilka kropli cieczy zmniejszającej napięcie powierzchniowe (eter, etanol).

Ekstrakcję ciągłą cieczy (perkolację) można prowadzić w specjalnych aparatach szklanych różniących się nieco konstrukcją w zależności od tego, czy ekstrahujący rozpuszczalnik jest lżejszy, czy cięższy od ekstrahowanego roztworu.

Ekstrakcję z ciał stałych prowadzi się często w działających w sposób ciągły aparatach Soxhleta. Pozwala on np. na ekstrakcję pożądanego produktu ze stałej mieszaniny poreakcyjnej lub pokrewnych związków z materiału roślinnego. Konstrukcja, zasada działania i praca aparatu Soxhleta jest demonstrowana na pracowni w czasie ćwiczeń.





Praktyczne przeprowadzenie procesu ekstrakcji

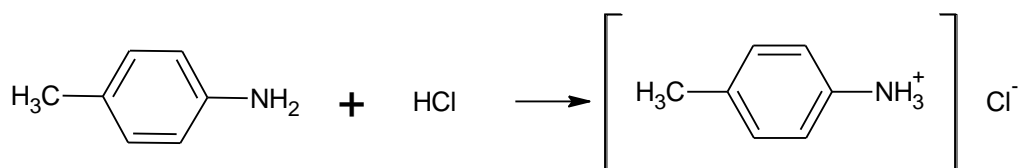
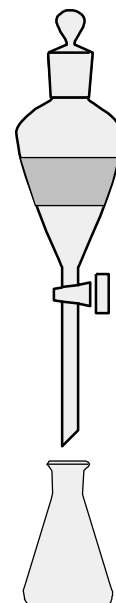
Odczynniki:

mieszanina kwasu benzoesowego i p-toluidyny	2 g
chloroform	40 cm ³
2mol/dcm ³ HCl	50 cm ³
2mol/dcm ³ NaOH	50 cm ³

Przed rozpoczęciem pracy dokładnie sprawdza się czy przygotowany rozdzielacz jest szczelny tzn. czy po nalaniu do niego wody (i wytarciu z zewnątrz do sucha) przez kran i korek nie przedostaje się woda. Należy również sprawdzić czy kran można swobodnie obracać. Rozdzielacz umieszcza się w kółku metalowym na statywie.

Dalsze czynności wykonuje się pod digestorium.

W erlenmajerce (o poj. 100 cm³) rozpuszcza się 2 g mieszaniny kwasu benzoesowego i p-toluidyny w 40 cm³ chloroformu. Następnie otrzymany roztwór przenosi się do przygotowanego wcześniej rozdzielacza, który musi być czysty, ale nie musi być suchy, gdyż dodawane rozpuszczalniki (roztwory HCl i NaOH) są roztworami wodnymi. Następnie do rozdzielacza dodaje się 15 cm³ 2mol/dcm³ HCl. Po szczelnym zamknięciu korkiem zawartość wytrząsa się; na początku bardzo ostrożnie, aby nie dopuścić do zbyt gwałtownego wzrostu prężności par (w celu wyrównania ciśnień co jakiś czas uchyla się korek), a potem bardziej energicznie, aby umożliwić przejście jak największej ilości p-toluidyny do warstwy wodnej (w postaci chlorku p-toluidyny).



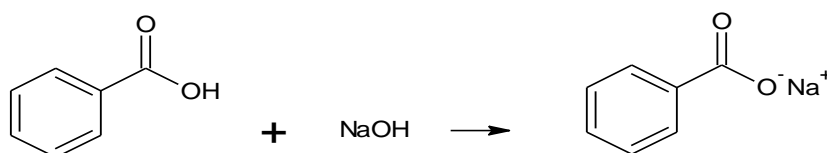
Rozdzielacz z mieszaniną roztworów umieszcza się w kółku i pozostawia na jakiś czas do otrzymania dwóch wyraźnie rozdzielonych warstw. Następnie sprawdza się, która z warstw (górną czy dolną) jest warstwą wodną. W tym celu na szkiełko zegarkowe nalewa się kilka kropli dolnej warstwy cieczy z rozdzielacza (należy pamiętać o odetkaniu górnego korka) a do nich kilka kropli wody; utworzenie się dwóch warstw na szkiełku zegarkowym świadczy o tym, że dolna warstwa jest warstwą chloroformową, jeżeli roztwór na szkiełku jest jednorodny, dolna warstwa jest warstwą wodną.

Warstwę wodną zbiera się w erlenmajerce, a warstwę chloroformową wytrząsa się jeszcze dwukrotnie, postępując tak samo jak za pierwszym razem, używając za każdym razem nowej porcji (5 cm³) 2mol/dcm³ HCl.



Ekstrakty wodne łączy się i wytrąca z nich p-toluidynę, dodając 2mol/dcm^3 NaOH do odczynu alkalicznego względem papierka wskaźnikowego. Ze względu na wydzielające się podczas reakcji zubożenie ciepło oraz bardzo niską temperaturę topnienia p-toluidyny (t.t. 45°C) mieszaninę reakcyjną należy chłodzić w misce z lodem, żeby nie dopuścić do stopnienia produktu. Wytrącony osad p-toluidyny sączy się na lejku Büchnera i przemywa 20cm^3 zimnej wody destylowanej. Osad suszy się na powietrzu.

Pozostający w roztworze chloroformowym kwas benzoesowy ekstrahuje się roztworem zasady sodowej. Postępując analogicznie jak przy ekstrakcji p-toluidyny, zastępując jedynie kwas solny 2mol/dcm^3 roztworem NaOH, w którym kwas benzoesowy rozpuszcza się, tworząc sól sodową.



Kwas benzoesowy wytrąca się z roztworu jego soli zadając 2mol/dcm^3 roztworem HCl do odczynu kwaśnego wobec papierka wskaźnikowego. Po ochłodzeniu osad sączy się na lejku Büchnera i suszy.

Pozostały po ekstrakcji p-toluidyny i kwasu benzoesowego chloroform należy oczyścić przez destylację. Przedgon i pogon po destylacji należy wylać do butelki ze zlewkami chloroformu.



Wzory sprawozdań

W zeszytcie każde sprawozdanie umieszcza się na osobnej stronie

Krystalizacja			
Imię i Nazwisko	Grupa	Nr dwójki	Data wykonania ćwiczenia
Nazwa substancji oczyszczanej przez krystalizację			
Temp. topnienia oczyszczanej substancji	Ilość substancji otrzymana		
	do krystalizacji	po krystalizacji	
Nazwa rozpuszczalnika			
Temp. wrzenia rozpuszczalnika	W procesie krystalizacji użyto (podać ilość użytego rozpuszczalnika)		
Sposób i czas suszenia			
Obliczenie wydajności.			
Zaliczenie i podpis asystenta			



Destylacja			
Imię i Nazwisko	Grupa	Nr dwójki	Data wykonania ćwiczenia
Ilość substancji			
do destylacji ilość warunki destylacji*	po destylacji		
	przedgon	frakcja właściwa (podać w jakim zakresie temperatur została zebrana)	
Obliczenie wydajności.			
Zaliczenie i podpis asystenta			

*rodzaj użytej chłodnicy

Destylacja z parą wodną			
Imię i Nazwisko	Grupa	Nr dwójki	Data wykonania ćwiczenia
Nazwa substancji i właściwości pozwalające na oczyszczanie jej w tym procesie			
Ilość substancji			
do destylacji		po destylacji	
Sposób i czas suszenia			
Obliczenie wydajności.			
Zaliczenie i podpis asystenta			



Pomiar temperatury topnienia			
Imię i Nazwisko	Grupa	Nr dwójki	Data wykonania ćwiczenia
Substancja I	wyniki pomiaru 1. 2. 3.		Średnia
Substancja II	wyniki pomiaru 1. 2. 3.		Średnia
Zaliczenie i podpis asystenta			

Pomiar temperatury wrzenia			
Imię i Nazwisko	Grupa	Nr dwójki	Data wykonania ćwiczenia
Substancja I	wyniki pomiaru 1. 2. 3.		Średnia
Substancja II	wyniki pomiaru 1. 2. 3.		Średnia
Zaliczenie i podpis asystenta			



Ekstrakcja			
Imię i Nazwisko	Grupa	Nr dwójki	Data wykonania ćwiczenia
Rozdział mieszaniny kwasu benzoowego i p-toluidyny w procesie ekstrakcji			
Temp. topnienia kwasu benzoowego		Temp. topnienia p-toluidyny	
Ilość mieszaniny otrzymana do rozdziału:	Ilość otrzymana po rozdziale:		
	kwas benzoowy:	p-toluidyna:	
Obliczenie wydajności. Wydajność procesu oczyszczania p-toluidyny oraz oczyszczania kwasu benzoowego (oblicza się na 2 g mieszaniny).			
Zaliczenie i podpis asystenta			

Sprawozdanie dotyczące oczyszczania chloroformu pozostałego po ekstrakcji należy napisać zgodnie ze wzorem dotyczącym destylacji.

Wydajność procesu oczyszczania chloroformu oblicza się na ilość (zmierzoną!) pozostałą po procesie ekstrakcji.