

Chemia organiczna

Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych dla
Biotechnologii (I rok)

Zakład Chemii Organicznej
Wydział Chemii
Uniwersytet Wrocławski
2015

Lista wykonywanych ćwiczeń:

[1a] Destylacja frakcyjna.....	3
A) bez deflegmatora	3
B) z deflegmatorem	3
[1b] Destylacja z parą wodną.....	4
[2] Substytucja elektrofilowa – ćwiczenia probówkowe.....	5
[3a] Otrzymywanie barwników azowych.....	6
[3b] Rozróżnianie rzędowości amin.....	7
[4a] Kwas acetylosalicylowy (aspiryna).....	8
[4b] p-Acetaminofenol.....	10
[5a] Azotany(V) celulozy.....	11
[6a] Dibenzylidenoaceton.....	12
[6b] Reakcje związków karbonylowych – ćwiczenia probówkowe.....	13
[7a] (±)-Menton	14
[7b] Reakcje redox – ćwiczenia probówkowe	15
[8] Reakcja Cannizzaro dla aldehydu benzoowego.....	16

[1a] Destylacja frakcyjna

Do okrągłodennej kolby destylacyjnej o pojemności 200 ml wlać 100 ml otrzymanej mieszaniny toluenu i acetonu, wrzucić „kamyczek wrzenny”. Zmontować aparaturę do destylacji cieczy.

Odczynniki:

- mieszanina toluenu i acetonu 100 ml

A) bez deflegmatora

Destylat należy zbierać do cylindra miarowego. Co 2 ml otrzymanego destylatu notować temperaturę wrzenia. Pozostałość po destylacji (tzw. pogon) pozostawia się w kolbie destylacyjnej.

B) z deflegmatorem

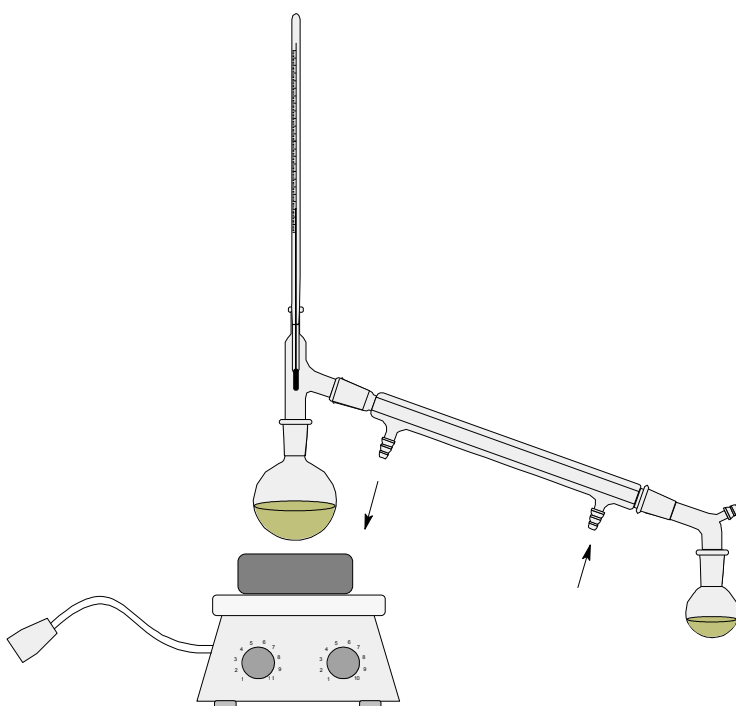
Destylat z części A) zlać z powrotem do kolby destylacyjnej i powtórzyć doświadczenie jak w punkcie A) rozdzielając poszczególne frakcje - do momentu ustalenia się temperatury zbierać przedgon, a następnie frakcję pierwszego składnika. Po przedestylowaniu składnika bardziej lotnego temperatura będzie się wyraźnie zmieniać. Zbiera się wtedy frakcję pośrednią, a po ponownym ustaleniu temperatury wrzenia, frakcję drugiego składnika.

Dla czystych składników określić współczynniki załamania światła.

Sporządzić wykres zależności między ilością destylatu (oś X) i temperaturą wrzenia (oś Y) dla obydwu destylacji. Na podstawie wykresu określić (objętościowo) skład otrzymanej mieszaniny.

Porównać sprawność aparatury do destylacji z deflegmatorem i bez.

Pracować w okularach!
Ćwiczenie wykonywać pod wyciągiem!



[1b]

Destylacja z parą wodną

Zmontować zestaw do destylacji z parą wodną.

50 g aniliny umieścić w kolbie okrągłodennej, dodać ok. 50 ml wody oraz kilka granulek NaOH i destylować z parą wodną do momentu, gdy kilka kropel destylatu zebranych na szkiełku zegarkowym będzie klarowne. Destylat

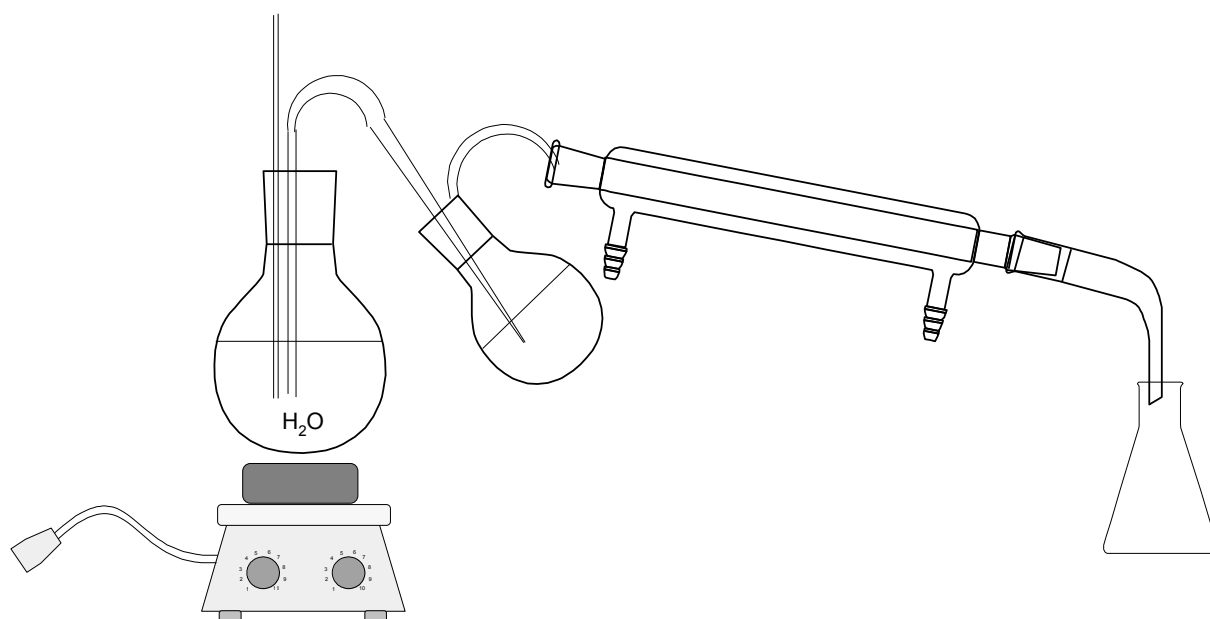
Odczynniki:

- anilina ☞ 50 g
- eter dietylowy ☞ 90 ml
- NaCl
- MgSO₄

przenieść do rozdzielacza, wysycić solą kuchenną i oddzielić warstwę aniliny. Warstwę wodną ekstrahować 3-krotnie eterem dietylowym (3 razy po 30 ml). Połączone frakcje organiczne suszyć przy pomocy bezwodnego MgSO₄, a następnie odsączyć środek suszący.

Pozostałość destylować zbierając frakcję wrzącą w temp 184-186 °C.

Oznaczyć wydajność procesu, zmierzyć współczynnik załamania światła.



Pracować w okularach!
Ćwiczenie wykonywać pod wyciągiem!

[2] Substytucja elektrofilowa – ćwiczenia probówkowe

- a) Do **suchej** probówki (**bardzo ważne: sucha probówka!**) wprowadzamy około 2 ml bezwodnego chloroformu lub czterochlorku węgla, a następnie rozpuszczamy w nim około 0.1 g lub 1 kroplę badanego węglowodoru np. *n*-heksanu, benzenu*, chlorobenzenu, naftalenu oraz antracenu. Do probówki dodajemy około 0,5-1 g sproszkowanego bezwodnego chlorku glinowego, tak aby część proszku zatrzymała się na ściankach probówki. Teraz zwilżamy go ostrożnie naszym roztworem.

Zaobserwować zachodzące zmiany i spróbować je wyjaśnić.

- b) Około 1 ml każdego z węglowodorów (*n*-heksan, cykloheksen, benzen*, toluen) ostrożnie zmieszać w

osobnych probówkach z 5-6-oma kroplami stężonego kwasu azotowego(V). Obserwować zmiany zachodzące w probówkach. Wyjaśnić różnice w przebiegu reakcji. W razie braku oznak reakcji (w przypadku benzenu* i *n*-heksanu), do mieszaniny dodać kilka kropli stężonego kwasu siarkowego i wstrząsać. Wyjaśnić obserwowane zjawiska i napisać równania reakcji. Jaką rolę pełni tutaj kwas siarkowy?

- c) Do trzech probówek wlać po około 1 ml CCl_4 , a następnie dodać:

- 2 ml cykloheksenu,
- kilka kryształków fenolu,
- 2 ml toluenu.

Do każdej z probówek dodać po kilka kropli Br_2 . Zawartość probówek wstrząsać przez chwilę. Zaobserwować zmiany. Do produktów reakcji dodać nieco wody destylowanej, wstrząsnąć i sprawdzić odczyn. Wyjaśnić różnice i napisać reakcje chemiczne.

Odczynniki:
• brom ☠
• HNO_3 stęż.
• CCl_4
• CHCl_3
• AlCl_3 bezw.
• cykloheksen
• fenol ☠
• toluen
• <i>n</i> -heksan
• benzen ☠
• chlorobenzen
• naftalen
• antracen

Brom jest silnie żrący i trujący!

Fenol ma własności parzące, działa szkodliwie na skórę.

W razie poparzenia skórę należy zmywać wodą wapienną.

*** Próby z benzenem wykonuje w formie pokazu opiekun grupy.**

Pracować w gumowych rękawicach i okularach!

Ćwiczenie wykonywać wyłącznie pod wyciągiem!

[3a]

Otrzymywanie barwników azowych

Roztwór soli diazoniowej

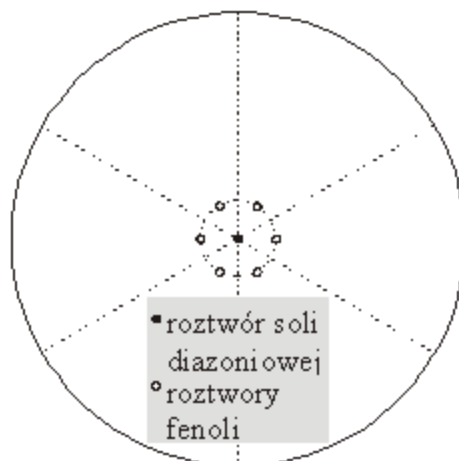
Okolo 0.1 g **każdej** z badanych amin* rozpuścić **osobno** w 5 ml 10% HCl, ochłodzić wodą z lodem do 0°C, po czym dodawać kroplami roztwór 1 g NaNO₂ w 5 ml H₂O do dodatniej próby z papierkiem jodskrobiowym (niebieskie zabarwienie papierka).

Roztwór fenolu

Okolo 0.1 g **każdego** z fenoli** rozpuścić **osobno** w 5 ml 10% NaOH.

Sprzęganie na bibule (patrz rys. obok)

Na krążek bibuły nanieść po jednej kropli alkalicznego roztworu każdego z fenoli. Krople nanosić na okręgu o promieniu okolo 2 cm. W środek okręgu nanieść roztwór soli diazoniowej i obserwować zjawiska na granicy roztworu soli diazoniowej oraz fenolu.



Sprzęganie w probówce

Do trzech probówek dodać po dwie krople alkalicznego roztworu danego fenolu. Do każdej z nich dodać po dwie krople roztworu soli diazoniowej. Zawartość probówek rozcieńczyć 5 ml wody. Roztwór z każdej probówki podzielić na dwie części i do jednej połowy dodać roztworu HCl do uzyskania odczynu kwaśnego, a do drugiej roztworu NaOH do uzyskania odczynu alkalicznego. Obserwować i zanotować zmiany barwy.

Ćwiczenie należy przeprowadzić z następującymi związkami:

* aminy – anilina, kwas *p*-aminobenzoowy, kwas sulfanilowy.

** fenole – 1-naftol, 2-naftol, fenol;

Określić barwy i rozpuszczalność powstających barwników w kwaśnym i zasadowym środowisku, napisać równania reakcji chemicznych, wyjaśnić własności indykatorowe tych związków.

Pracować w gumowych rękawicach i okularach!
Ćwiczenie wykonywać wyłącznie pod wyciągiem!

[3b]

Rozróżnianie rzędowości amin

1. Reakcje amin alifatycznych z kwasem azotawym

- a) Do 3 kropli I-rzędowej aminy alifatycznej (np.: *n*-butyloaminy) umieszczonych w probówce, dodać 0.5 ml 10% roztworu kwasu solnego i 3 krople 10% roztworu azotanu(III) sodu. Obserwować postęp reakcji i napisać jej równanie.
- b) Do próbki z 0.5 ml wodnego roztworu II-rzędowej aminy alifatycznej (np. dietyloaminy) dodać 0.5 ml kwasu octowego i kilka kropli 10% roztworu azotanu(III) sodu. Tworzy się żółta, oleista *N*-nitrozoamina. Napisz równanie reakcji.

Odczynniki:

- *n*-butyloamina
- dietyloamina
- difenyloamina
- *N,N*-dimetyloanilina ☠
- 10% kwas solny
- HCl stęż
- azotan(III) sodu ☠
- azotan(V) sodu
- kwas octowy.
- 20% NaOH

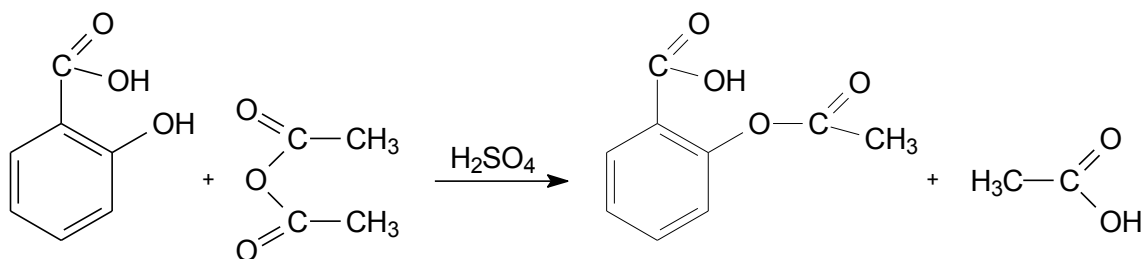
2. Reakcje amin aromatycznych z kwasem azotawym

- a) **Szczyptę** difenyloaminy (kilka drobnych kryształków na czubek szpatułki) rozpuścić w probówce w 5 ml wolnego od azotanów stężonego kwasu siarkowego. Roztwór podzielić na dwie próbki. **Małe** kryształki azotanu(V) sodu oraz azotanu(III) sodu rozpuścić w dwu próbkach w 10 ml wody destylowanej. Do roztworu z difenyloaminą dodawać kroplami roztwór azotanu(V), a do drugiej próbki azotanu(III) sodu, starannie obserwując zachodzące zjawiska. Napisać równania reakcji.
- b) Do próbki z 0.5 ml III-rzędowej aminy (*N,N*-dimetyloaniliny) dodać 3 ml stężonego kwasu solnego i 2 ml wody. Roztwór ochłodzić w łaźni lodowej i dodać małymi porcjami, ciągle mieszając, 10% roztwór azotanu(III) sodu do trwałego jego nadmiaru (papierek jodoskrobiowy powinien być niebieski). Odstawić mieszaninę w lodzie do odstania, ostrożnie zdekantować ciecz znad osadu. Osad przemyć małą porcją lodowatej wody i ponownie ją zdekantować. Do osadu dodać 20% roztwór zasady sodowej. Zanotować obserwacje, zapisać równania reakcji.

Pracować w gumowych rękawicach i okularach!
Ćwiczenie wykonywać wyłącznie pod wyciągiem!

[4a]

Kwas acetylosalicylowy (aspiryna)



kwas acetylosalicylowy (aspiryna); rozkład 129–133 °C

W małej kolbie stożkowej 200–250 ml z szeroką szyją umieszcza się 6 g bezwodnego kwasu salicylowego, 8.5 ml bezwodnika octowego i dodaje 0.5 ml stężonego kwasu siarkowego, mieszając przy tym starannie

zawartość kolby ruchem wirowym. Następnie mieszaninę ogrzewa się na łaźni wodnej do około 50–60°C przez około 20 minut, mieszając ją jednocześnie za pomocą bagietki. Mieszaninę pozostawia się do ostygnięcia, wstrząsając ją co pewien czas, dodaje 150 ml wody, starannie miesza i sączy pod zmniejszonym ciśnieniem przez lejek Büchnera.

Odczynniki:

• kwas salicylowy	6 g
• bezwodnik octowy	9.5 g (8.5 ml)
• kwas siarkowy	0.5 ml
• etanol	15 ml

Oczyszczanie i analiza:

W trzech probówkach zawierających po 5 ml wody rozpuścić parę kryształków:

1. fenolu
2. kwasu salicylowego
3. produktu reakcji

Do każdej probówki dodać 1% roztworu chlorku żelazowego. Fe(III) tworzy z fenolami kompleksy o barwie od czerwonej do fioletowej w zależności od użytego fenolu. Obserwować i zanotować ewentualne zabarwienie roztworów.

Surowy produkt przenieść do zlewki o pojemności 250 ml i dodać 50 ml nasyconego roztworu Na_2CO_3 . Mieszać aż do ustania reakcji z węglanem. Alkaliczny roztwór przesączyć przez lejek Büchnera. Powinno się w ten sposób usunąć większość polimeru, który może być produktem ubocznym reakcji. Przemyć zlewkę, w której prowadzona była reakcja oraz lejek 15 ml wody. Połączyć z głównym przesączem.

W zlewce o pojemności 250 ml przygotować roztwór 9 ml stężonego kwasu solnego w 30 ml wody i ostrożnie wlać do niego otrzymany uprzednio przesącz. Powinna wytrącić się aspiryna. Jeśli osad nie wypada, należy sprawdzić, czy roztwór ma odczyn kwaśny. Jeśli nie, należy dodać roztworu kwasu solnego aż do uzyskania kwaśnego odczynu. Uzyskaną

mieszaninę schłodzić na łaźni wodno-lodowej i przesączyć przez lejek Büchnera. Otrzymany produkt, po przemyciu zimną wodą, porządnie odcisnąć. Pozostawić do wysuszenia na uprzednio zważonym szkiełku zegarkowym.

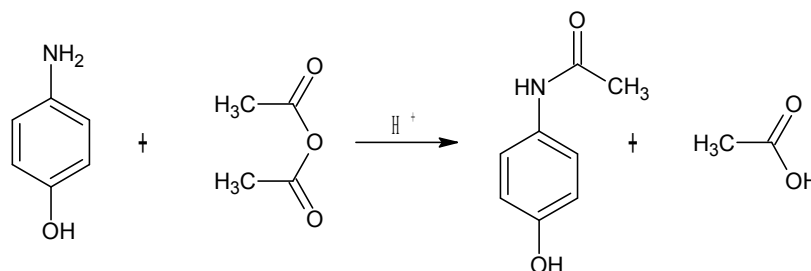
Po wysuszeniu produkt zważyć, obliczyć wydajność reakcji, zmierzyć temperaturę topnienia. Przeprowadzić próbę z FeCl_3 na obecność nieprzereagowanego kwasu salicylowego.

Aby otrzymany przez **wytrącenie** produkt otrzymać w formie krystalicznej, należy przeprowadzić **krystalizację** aspiryny z etanolu. W małej zlewce (25 ml) rozpuścić otrzymany produkt w **minimalnej** ilości etanolu (ok. 20 ml) ogrzewając na łaźni wodnej. i wylewa roztwór do około 70 mL gorącej wody. Jeśli osad wydzieli się natychmiast, mieszaninę ogrzewa się ponownie do uzyskania przezroczystego roztworu, który pozostawia się do powolnego ochłodzenia. Osad wytrąca się w postaci pięknie wykształconych igieł, które należy przesączyć na lejku Büchnera, wysuszyć, zważyć. Obliczyć wydajność krystalizacji i zmierzyć temperaturę topnienia

Pracować w gumowych rękawicach i okularach!
Ćwiczenie wykonywać wyłącznie pod wyciągiem!

[4b]

p-Acetaminofenol



Umieścić 6 g *p*-aminofenolu oraz 100 ml wody w zlewce o pojemności 250 ml. Dodać 4 ml stężonego kwasu solnego i mieszać aż do rozpuszczenia aminy. Jeśli amina nie rozpuści się całkowicie, należy dodać kroplami nieco

więcej kwasu. Dodać do roztworu łyżeczkę węgla aktywnego i ogrzewać na **wrzącej** łaźni wodnej przez 5 minut w celu usunięcia barwnych zanieczyszczeń. Usunąć węgiel aktywny przez sączenie na gęstym sączku karbowanym. Przygotować roztwór 10.5 g octanu sodu w 32 ml wody. Jeśli nie wszystko się rozpuści, przesączyć przez sączek karbowany. Roztwór *p*-aminofenolu przenieść do zlewki o pojemności 250 ml i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej. Dodać roztwór buforu octanowego. Natychmiast dodać bezwodnik octowy i mieszając ogrzewać jeszcze przez około 20 minut. Schłodzić mieszaninę reakcyjną przez zanurzenie zlewki w łaźni wodno-lodowej. Mieszać aż do rozpoczęcia krystalizacji *p*-acetaminofenolu. Zlewkę pozostawić w łaźni przez około 1 godzinę. Otrzymane kryształy przesączyć na lejku Büchnera, przemyć zimną wodą i odcisnąć. Pozostawić do wysuszenia na uprzednio zważonym szkiełku zegarkowym.

Odczynniki:

- | | |
|------------------------|--------|
| • <i>p</i> -aminofenol | 6 g |
| • bezwodnik octowy | 8.5 ml |
| • octan sodu | 10.5 g |

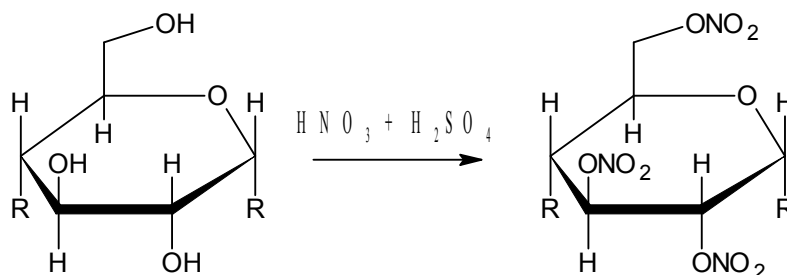
Przeprowadzić próbę na obecność wolnej grupy aminowej w produkcie. W tym celu w probówkach umieścić: w pierwszej *p*-aminofenol, a w drugiej produkt i dodać do nich roztworu ninhydryny, w razie potrzeby ogrzać (ninhidryna tworzy ze związkami posiadającymi wolną grupę aminową związki o różowo-fioletowej barwie).

Otrzymany surowy produkt rozpuścić w minimalnej ilości wrzącej wody (w zlewce o pojemności 250 ml). Roztwór pozostawić do powolnego schłodzenia. Gdy pojawią się pierwsze kryształy, zlewkę zanurzyć w łaźni wodno-lodowej na około 15 minut. Uzyskane kryształy odsączyć na lejku Büchnera, wysuszyć, zważyć, obliczyć wydajność i sprawdzić ich temperaturę topnienia.

Pracować w gumowych rękawicach i okularach!
Ćwiczenie wykonywać wyłącznie pod wyciągiem!

[5a]

Azotany(V) celulozy



Przygotować mieszaninę nitrującą:

Do kolby stożkowej z 25 ml stężonego kwasu azotowego oziębionego i umieszczonego w łaźni lodowej dodać małymi porcjami 40 ml stężonego kwasu siarkowego.

Odczynniki:	
• HNO ₃ stęż.	25 ml
• H ₂ SO ₄ stęż.	40 ml
• wata celulozowa	2 g

- Diazotan celulozy: Połowę tej mieszaniny wlać do zlewki i ochłodzić poniżej 20 °C, po czym do zlewki wprowadzamy 1 g waty celulozowej i mieszamy bagietką szklaną. Po upływie 3 minut (nie dłużej!) przenieść watę do wody. Starannie przemywać bieżącą wodą przez 10 minut, odcisnąć nadmiar wody i dokładnie wysuszyć na powietrzu.
- Triazotan celulozy: Do drugiej porcji mieszaniny nitrującej włożyć następną porcję (1 g) waty i prowadzić proces "nitrowania" przez 15 minut. Przenieść watę do wody i postępować jak poprzednio.

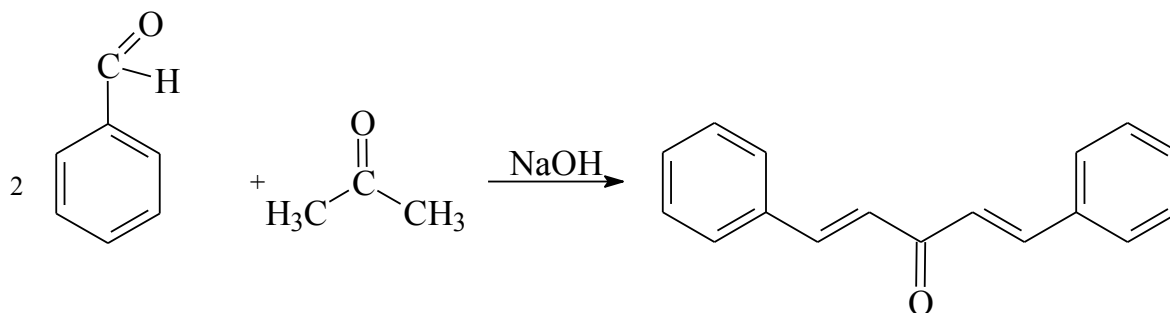
Próba spalania:

Wziąć mniej więcej jednakowe **suche** kawałki waty, diazotanu celulozy i triazotanu celulozy i pod wyciągiem porównać szybkość spalania przez wprowadzenie substancji w płomień palnika gazowego.

Pracować w gumowych rękawicach i okularach!
Ćwiczenie wykonywać wyłącznie pod wyciągiem!

[6a]

Dibenzylidenoaceton



dibenzylidenoaceton (1,5-difenylo-1,4-pentadien-2-on); *tt.* 112°C

Do kolby okrągłodennej zaopatrzonej w termometr i umieszczonej w łaźni wodnej (dużej krystalnicy z wodą) na mieszadle magnetycznym, wlewa się roztwór 5 g NaOH w 50 ml wody i 40 ml metanolu. **Energicznie mieszając** zawartość kolby dodaje się połowę

uprzednio przygotowanego roztworu 5.3 g aldehydu benzoowego w 2.4 ml acetonu. Temperatura mieszaniny reakcyjnej powinna wynosić **20-25 °C** (w razie potrzeby do łaźni wodnej wrzucić małą kostkę lodu). Po 15 minutach wlewa się drugą połowę tego roztworu i miesza jeszcze przez 30 minut w tej temperaturze.

Jasnożółty, kłaczkowaty osad odsącza się na lejku sitowym i przemywa wodą aż do obojętnego odczynu przesącza (co jakiś czas sprawdzać papierkiem uniwersalnym wyciek z lejka) i suszy na powietrzu.

Surowy, suchy produkt oczyszcza się przez krystalizację na gorąco z minimalnej ilości metanolu.

Odczynniki:

- | | |
|--------------------|----------------|
| • aldehyd benzoowy | 5 ml (5.3 g) |
| • aceton | 2.4 ml (1.5 g) |
| • metanol ☞ | 40 ml |
| • NaOH | 5 g |
| • metanol | ok. 50 ml |

Pracować w okularach!
Ćwiczenie wykonywać pod wyciągiem!

[6b] Reakcje związków karbonylowych – ćwiczenia próbówkowe

a) **Próba jodoformowa:** W probówce umieścić ok. 5 kropli acetonu i dodać 3 ml 5% roztworu NaOH oraz 2-3 krople 20% roztworu jodu w jodku potasowym. Całość ogrzać we wrzącej łaźni wodnej. Powtórzyć eksperyment biorąc zamiast acetonu kolejno: etylometyloketon, cykloheksanon, propanol oraz propan-2-ol. Porównać wyniki, zapisać równania reakcji.

b) **Połączenia bisulfitowe:** Kilka kropli aldehydu benzoesowego silnie wytrząsnąć w probówce z pięciokrotną ilością około 40% roztworu wodorosiarczanu(IV) sodowego. Zaobserwować wypadanie osadu. Powtórzyć eksperyment używając acetonu oraz cykloheksanonu. Porównać wyniki, zapisać równania reakcji.

c) **Powstawanie fenylohydrazonów:** Kilka kropli aldehydu benzoesowego silnie wytrząsnąć w probówce z kilkoma mililitrami wody, dodać kroplę fenylohydrazyny i ponownie wytrząsnąć. Dodać kroplami kwas octowy aż do wytrącenia osadu. Powtórzyć eksperyment używając cykloheksanonu. Porównać wyniki, zapisać równania reakcji.

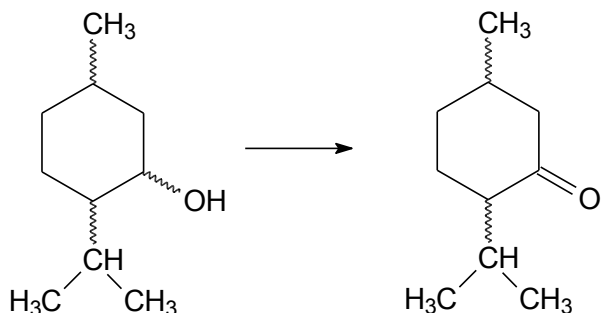
d) **Bromowanie enolu:** W zlewce o pojemności 400 ml mieszać 50 ml wody z ok. 0.2 ml (duża kropla) acetylooctanu etylu i 0.2 ml (kropla) 7% roztworu chlorku żelazowego. Do zabarwionej na fioletowo mieszaniny dodać mieszając wodę bromową aż do zaniku fioletowej barwy. Po pewnym czasie zabarwienie pojawia się ponownie, a dodatek kolejnej porcji wody bromowej powoduje znów jego zniknięcie. Zanotować obserwacje. Napisać równania reakcji.

Odczynniki:

- aceton
- etylometyloketon
- aldehyd benzoesowy
- cykloheksanon
- propanol
- propan-2-ol
- 5% NaOH
- 20% I₂/KI
- 40% wodorosiarczan(IV) sodu
- fenylohydrazyna
- kwas octowy
- acetylooctan etylu 0.2 ml
- 7% r-r FeCl₃ 0.2 ml

[7a]

(±)-Menton¹



(±)-menton; *tw.* 210°C (98–100°C przy 18 mmHg)

Do kolby kulistej o pojemności 250 ml ustawionej na mieszadle magnetycznym z płytą grzejącą dodaje się 65 ml wody oraz 6 ml kwasu siarkowego(VI) i rozpuszcza się w niej 23.5 g Na₂Cr₂O₇. Mieszając do roztworu dodaje się powoli, w 3 porcjach, mentol. W trakcie dodawania wydziela się ciepło i

Odczynniki:

• (±)-mentol	10 g
• dwuchromian sodu	23.5 g
• stężony H ₂ SO ₄	6 ml
• eter etylowy	50 ml
• 5% roztwór NaOH	około 80 ml

roztwór powinien osiągnąć temperaturę około 55°C. Jeśli temperatura jest niższa, kolbę należy łagodnie ogrzewać. W pierwszym etapie tworzy się czarna gąbczasta masa, która mięknie w miarę wzrostu temperatury i na koniec tworzy się na powierzchni brązowy olej. Gdy temperatura spada utlenianie jest zakończone. Mieszaninę reakcyjną przenosi się do rozdzielacza i ekstrahuje 50 ml eteru, ekstrakt eterowy przemywa się czterokrotnie 20 ml porcjami 5% roztworu NaOH (do jasnożółtego zabarwienia roztworu eterowego), a następnie jeden raz wodą. Po wysuszeniu bezwodnym siarczanem magnezu (około 1 godziny) i przesączeniu, eter oddestylowuje się na łaźni wodnej lub wyparce obrotowej, a pozostałość destyluje się pod normalnym ciśnieniem. Menton zbiera się jako frakcję wrzącą w granicach 205-210°C. Zmierzyć współczynnik załamania światła produktu.

Pracować w okularach!

Ćwiczenie wykonywać pod wyciągiem!

Ostrożnie! Sole chromu(VI) są rakotwórcze!

¹ A. I. Vogel, „Preparatyka organiczna” WNT, Warszawa 1964, str. 341.

[7b]

Reakcje redox – ćwiczenia probówkowe

1. Utlenianie nadmanganianem potasowym

a) Do trzech probówek nalać po ok. 1 ml 1% wodnego roztworu KMnO_4 , a następnie dodać po 2 ml odpowiedniego węglowodoru: a) *n*-heksanu (lub *n*-heptanu), b) cykloheksenu lub heksenu, c) benzenu*. Zawartość probówek przez chwilę mocno wytrząsać i obserwować zachodzące zmiany. Wyjaśnić różnice w przebiegu reakcji.

b) Do kilku kropli toluenu dodać kilka kropli stęż. kwasu siarkowego i ostrożnie, małymi porcjami 5% r-r KMnO_4 . Ogrzewać ostrożnie na wrzącej łaźni wodnej. Reakcję powtórzyć używając odpowiednio: a) alkoholu etylowego, b) kwasu mrówkowego. Wyjaśnić obserwowane zjawiska, zapisać reakcje.

2. Próba Tollensa

Do ok. 1 ml odczynnika Tollensa (amoniakalny r-r tlenku srebra) dodać kilka kropli formaldehydu i ostrożnie ogrzać (bez wstrząsania!).

Powtórzyć reakcję używając odpowiednio: a) aldehydu octowego, b) acetonu, c) kwasu mrówkowego, d) glukozy, e) sachrozy. Porównać obserwacje, zapisać równania reakcji.

3. Próba Fehlinga

Zmieszać równe ilości odczynników Fehling I i II. Do otrzymanego klarownego r-ru dodać kilka kropli formaldehydu i ogrzać.

Powtórzyć reakcję używając odpowiednio: a) aldehydu octowego, b) acetonu, c) kwasu mrówkowego, d) glukozy, e) sachrozy. Porównać obserwacje, zapisać równania reakcji.

Odczynniki:

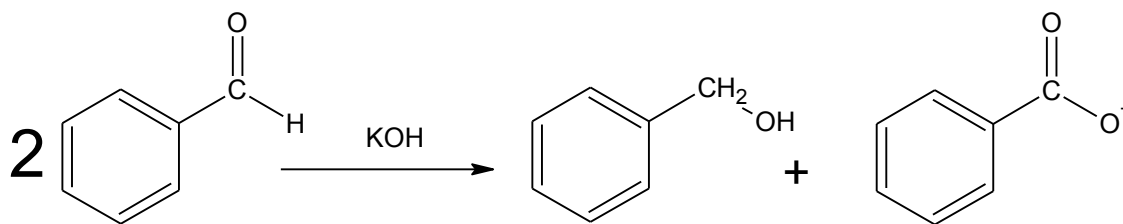
- *n*-heksan (*n*-heptan)
- cykloheksen (heksen)
- benzen*
- toluen
- alkohol etylowy
- kwas mrówkowy
- aldehyd octowy
- formalina
- aceton
- glukoza
- sachroza
- odczynnik Tollensa
- odczynniki Fehling I i II
- 5% r-r KMnO_4
- 5% r-ru NaOH
- stęż. H_2SO_4
- 20% r-r I_2 w KI

Pracować w okularach!

Ćwiczenia wykonywać pod wyciągiem!

*** Próbę z benzenem wykonuje prowadzący w formie pokazu.**

[8] Reakcja Cannizzaro dla aldehydu benzoowego



W małej zlewce rozpuścić 0.108 mola (6 g) stałego wodorotlenku potasu w 7.2 ml wody. Otrzymany roztwór schłodzić do temperatury 25°C.

W erlenmajerce o pojemności 100 ml umieścić

8 ml (8.4 g, 0.08 mola) benzaldehydu. Dodać roztworu KOH, zamknąć szczelnie i mocno mieszać aż do utworzenia emulsji (między korek a szlif kolby wstawić pasek papieru lub folii, starać się nie zanieczyścić szlif alkalicznym roztworem). Mieszaninę pozostawić do następnych zajęć. Do tego czasu powinien zaniknąć zapach aldehydu benzoowego.

Odczynniki:	
• aldehyd benzoowy	8 ml (8.4 g)
• chlorek metylenu	40 ml
• kwas solny	16 ml
• KOH	6 g

Do mieszaniny dodać ok. 20 ml wody i mieszać aż do rozpuszczenia powstałego osadu. Zasadowy roztwór wyekstrahować chlorkiem metylenu (3 x 10 ml) zbierając zarówno warstwę organiczną (a), jak i warstwę wodną (b).

- a) Warstwę organiczną zebrać do kolbki o pojemności 50 ml i oddestylować nadmiar rozpuszczalnika na wrzącej łaźni wodnej. Gdy w kolbce pozostanie około 5 ml, roztwór schłodzić i przenieść do dużej probówki. Kolbkę przepłukać jednokrotnie małą objętością chlorku metylenu i roztwór dołączyć do r-ru w probówce. Używając pipety Pasteura przemyć roztwór dwukrotnie 20% tiosiarczanem sodu aby usunąć resztki nieprzereagowanego benzaldehydu, a następnie dwukrotnie wodą i wysuszyć nad siarczanem magnezu. Usunąć środek suszący przesączając mieszaninę do uprzednio zważonej małej kolbki i oddestylować na łaźni wodnej chlorek metylenu. Zważyć pozostały w kolbce alkohol benzoowy i obliczyć wydajność reakcji.
- b) Zasadowy roztwór wodny (warstwa wodna po ekstrakcji) wlać silnie mieszając do zlewki z mieszaniną 16 ml stężonego kwasu solnego, 16 ml wody i około 16 g pokruszonego lodu. Upewnić się papierkiem wskaźnikowym, czy roztwór jest kwaśny. Otrzymany osad przesączyć przemywając małą porcją zimnej wody i przekrystalizować z wody. Kryształy po wysuszeniu zważyć i obliczyć wydajność reakcji. Zmierzyć temperaturę topnienia.

Pracować w okularach!
Ćwiczenie wykonywać pod wyciągiem!