Laboratorium z chemii organicznej

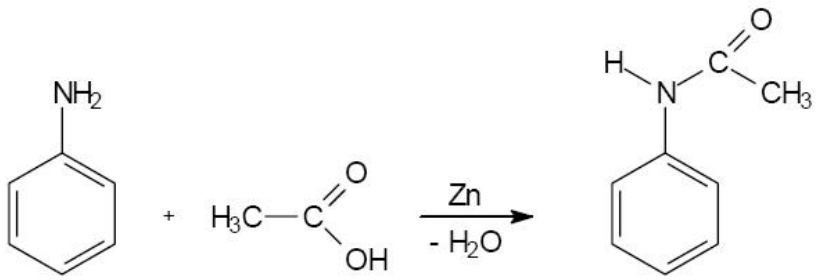
1. KRYSTALIZACJA

Wymagania teoretyczne:

- -ogrzewanie pod chlodnica zwrotna, zasady montazu aparatury, sposoby ogrzewania mieszaniny reakcyjnej, media grzejne
- dobór rozpuszczalnika do krystaliazcji
- krystalizacja
- oznaczanie temperatury topnienia
- suszenie substancji stalych

CWICZENIE wg L. Achremowicz, M. Soroka, Laboratorium Chemii Organicznej, P.Wr. 1980, str. 398

SYNTEZA ACETANILIDU



acetanilid; *tt.* 114°C

Przebieg cwiczenia:

1. W kolbie kulistej o poj. 100 ml zaopatrzonej w chlodnice zwrotna, umiescic 5,1 g (5 ml , 0,06) aniliny, 5,1 g (5 ml , 0,05 mola) bezwodnika octowego, 5,2 g (5 ml) lodowatego kwasu octowego, 0,2 g pylu cynkowego, kilka kawalków porcelanki.
2. Mieszanine ogrzewac lagodnie do wrzenia przez 30 min. **UWAGA** gdyby anilina nie odbarwila sie nalezy przerwac grzanie i dodac ponownie pylu cynkowego i ogrzewac.
3. Nastepnie goraca ciecz wlewa sie cienkim strumieniem do zlewki o poj. 1000 ml zawierajacej 150 ml zimnej wody, przy czym zawartosc zlewki nalezy stale mieszac.
4. Wstawic zlewke do wody z lodem i oziebic.
5. Po oziebieniu surowy produkt odsacza sie pod zmniejszonym cisnieniem i przemywa niewielka iloscia wody. Surowy acetanilid mas postac szarych grudek.
6. W celu oczyszczenia rozpuszcza sie go na goraco w 120 ml wody.
7. Odsacza sie przez lejek z wata szklana lub faldowany saczek do erlenmajerki. Otrzymuje sie bezbarwny przesacz z którego po oziebieniu wypadaja bezbarwne krysztaly acetanilidu (ok. 5,25 g, 70 % wyd.) o t. top 114 ^{o}C.
8. Otrzymany acetanilid suszy sie na powietrzu pozostawiajac do nastepnych zajec).

Sprawozdanie powinno zawierac: zaobserwowane zjawiska, wyznaczona temp. topnienia, obliczona wydajnosc procesu.

Studenci pracuja w rekawiczkach i okularach ochronnych. Przed zajeciami studenci zapoznaja sie z kartami charakterystyk substancji niebezpiecznych

Laboratorium z chemii organicznej

2. EKSTRAKCJA

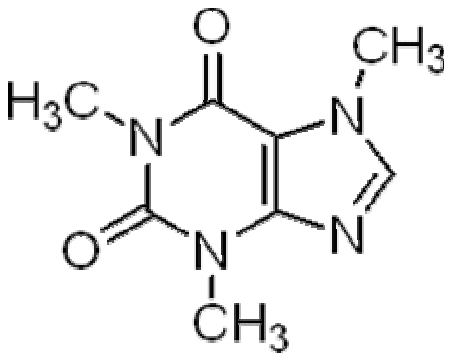
Wymagania teoretyczne:

- **podstawy teoretyvczne**
- **rodzaje ekstrakcji i aparatura**
- **cechy rozpuszczalnika uzytego do ekstrakcji**
- **zastosowanie ekstrakcji**

CWICZENIE

EKSTRAKCJA KOFEINY Z HERBATY lub KAWY

1,3,7-trimetyloksantyna lub 3,7-dihydro-1,3,7-trimetylo-1H-puryno-2,6-dion



1. W kolbie Erlenmayera umieszcza sie 15 torebek herbaty ekspresowej (studenci proszeni sa o przyniesienie róznych gatunków tanich herbat), tzn. kazda grupa 2-3 osobowa powinna przyniesc 15 torebek herbaty).
2. Nastepnie dodaje sie 300 ml wody i ogrzewa do wrzenia.
3. Parzy sie herbate przez 15 minut,
4. Po czy nalezy usunac torebki NA LEJKU Z GAZA WYCISKAJAC DOKLADNIE i schlodzic zawartosc kolby umieszczajac ja w wodzie z lodem lub pod biezaca woda z kranu.
5. Zimny roztwór przenosimy do rozdzielacza o pojemnosci 500 ml i **ekstrahujemy delikatnie wytrzasajac** z 50 ml chlorku metylenu. Po oddzieleniu warstwy organicznej(DOLNA WARSTWA) od warstwy wodnej, ponownie dodajemy do pozostalej warstwy wodnej 50 ml chlorku etylenu i powtarzamy ekstrakcje 3 razy.
6. Polaczone ekstrakty suszymy w kolbie stozkowej z zamknieciem szlifowym nad bezwodnym siarczanem sodu przez 30 min.
7. **Wazymy kolbke okraglodenna i wlewamy do niej** po odsaczeniu (na lejku szklanym z wata szklana) chlorek metylenu z wyekstrahowana kofeina.
8. Odparowujemy do sucha na wyparce rotacyjnej i po ochlodzeniu kolbe wazywmy ponownie.
9. Preparat przenosimy na szalke petriego i oddajemy dolaczajac sprawozdanie.

3. DESTYLACJA Z PARA WODNA, OTRZYMYWANIE LIMONENU

Studenci proszeni sa o przyniesienie zmiksowanych skórek z cytryny lub z pomaranczy.

Limonen ze skórki owoców cytrusowych

Drobno pokrojone skórki z dwóch pomarańczy (lub jednej z grejpfruta) umieszcza sie w starowanej kolbie 500 ml, waży, dodaje się 150 ml wody i destyluje z parą wodną. Po uzyskaniu około 60ml destylatu ekstrahuje się go trzykrotnie 15 ml porcjami dichlorometanu (d = 1.325g/ml). Połączone ekstrakty przemywa się w rozdzielaczu wodą, przelewa do suchej zlewki i suszy nad bezwodnym siarczanem magnezu. Środek suszący odsącza się na lejku z watą bezpośrednio do zważonej kolby 100 ml. Usunięcie rozpuszczalnika na wyparce rotacyjnej daje prawie czysty limonen.

4. DESTYLACJA PROSTA-

Destylacja mieszaniny estrów i alkoholi.
Oznaczanie wspólczynnika zalamania swiatla.
Aparatura do destylacji prostej.

UWAGA:
Studenci posiadaja odziez ochronna , fartuch, okulary i rekawice do pracy w laboratorium.
Wymagana jest znajomosc kart charakterystyki substancji uzywanych podczas cwiczen
W cwiczeniach NIE uczestnicza studenci po spozyciu alkoholu.