

CHEMIA ORGANICZNA LABORATORIUM

CHC 2001 L



IRENA GANCARZ
ROMAN GANCARZ
IZABELA PAWLACZYK

POLITECHNIKA WROCŁAWSKA

2002

Od Autorów,

W 1995 roku, na potrzeby studentów biorących udział w kursie Chemia Organiczna – laboratorium, powstał skrypt do ćwiczeń, którego autorami byli Irena Gancarz i Roman Gancarz. Wraz ze zmieniającymi się potrzebami został on „odświeżony” i nieznacznie uzupełniony, aby w rezultacie stanowić opracowanie ćwiczeń laboratoryjnych w Chemii Organicznej I.

Skrypt ten przeznaczony jest dla studentów biorących udział w zajęciach laboratoryjnych Chemii Organicznej I, prowadzonych przez autorów tego opracowania. Uczestnictwo w nich wymaga wstępnego przygotowania do ćwiczeń oraz posiadania niezbędnej, w danej tematyce, wiedzy teoretycznej. Pozwoli ona na wyeliminowanie błędów w wykonywanej pracy, dzięki czemu stanie się ona bardziej przyjemna, a co najważniejsze – bezpieczna. Między innymi dlatego w opracowaniu tym zawarte zostały zasady bezpiecznej pracy w laboratorium chemii organicznej, z którymi każdy student musi się zapoznać przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczeń.

Jednak materiały zawarte w niniejszym opracowaniu mają za zadanie służyć nie jako kompendium wiedzy na temat pracy w laboratorium chemii organicznej, a jedynie jako pomoc do ćwiczeń wykonywanych podczas kursu. Dlatego też zawarto w nich wyłącznie informacje niezbędne, które każdy student uczestniczący w kursie powinien pogłębić we własnym zakresie. Ponadto każde ćwiczenie zaopatrzone jest w wykaz zagadnień teoretycznych, które należy opanować przed przystąpieniem do pracy. Studentów korzystających z naszego skryptu i uczestniczących w prowadzonym przez nas kursie odsyłamy więc do literatury, opisującej w sposób wyczerpujący zagadnienia laboratorium chemicznego i pracy w nim, której spis znajduje się na końcu niniejszego opracowania.

Życzymy Państwu przyjemnej pracy w laboratorium chemii organicznej i zachęcamy do zadawania pytań na nurtujące Państwa tematy, dotyczące prowadzonych przez nas zajęć. Jednocześnie będziemy wdzięczni za sugestie dotyczące niniejszego skryptu.

SPIS TREŚCI

	SRT.
1. Bezpieczeństwo i higiena pracy w laboratorium.	5
2. Pierwsza pomoc.	6
2.1. Substancje szczególnie niebezpieczne.	6
2.2. Pożar.	7
2.3. Oparzenia cieplne.	7
2.4. Oparzenia środkami chemicznymi.	7
2.5. Dostanie się środków chemicznych do oka.	8
2.6. Zatrucia.	8
2.7. Omdlenia.	8
2.8. Skaleczenia i zranienia.	9
3. Szkło laboratoryjne.	10
3.1. Schematy aparatury.	13
4. Dziennik laboratoryjny – zasady prowadzenia notatek.	16
5. Ćwiczenia laboratoryjne.	21
5.1. Krystalizacja.	22
Ćwiczenie 1.1 - Synteza acetanilidu.	22
Ćwiczenie 1.2 - Synteza kwasu acetylosalicylowego (aspiryny).	23
5.2. Destylacja prosta.	24
Ćwiczenie 2.1 - Destylacja metanolu.	24
Ćwiczenie 2.2 - Oczyszczanie chlorku siarczany.	24
Ćwiczenie 2.3 - Otrzymywanie bezwodnego alkoholu etylowego	25
Ćwiczenie 2.4 - Otrzymywanie estrów kwasu octowego	26
5.3. Rektyfikacja.	27
Ćwiczenie 3.1 - Synteza i oczyszczanie alkoholu etylowego.	27
5.4. Destylacja azeotropowa.	28
Ćwiczenie 4.1 - Osuszanie kwasu szczawowego.	28
Ćwiczenie 4.2 - Etylenoacetal aldehydu p-nitrobenzoesowego.	29
Ćwiczenie 4.3 - Estryfikacja azeotropowa.	30
5.5. Destylacja z parą wodną.	31
Ćwiczenie 5.1 - Utlenianie fluorenu i oczyszczanie produktu.	31
Ćwiczenie 5.2 - Otrzymywanie aldehydu kuminowego.	32
Ćwiczenie 5.3 - Otrzymywanie o- i p-nitrofenolu.	33
5.6. Destylacja próżniowa.	35
Ćwiczenie 6.1 - Oczyszczanie octanu izoamyloвого.	35
Ćwiczenie 6.2 - Oczyszczanie metakrylanu metylu.	35
Ćwiczenie 6.3 - Chlorowanie toluenu.	36
5.7. Ekstrakcja.	37
Ćwiczenie 7.1 - Otrzymywanie cykloheksanonu.	37
Ćwiczenie 7.2 - Wydzielanie kofeiny z herbaty.	38
5.8. Sublimacja.	39
Ćwiczenie 8.1 - Otrzymywanie i oczyszczanie kwasu benzoowego.	39
5.9. Chromatografia.	40
Ćwiczenie 9.1 - Nitrowanie acetanilidu.	40

Ćwiczenie 9.2 - Otrzymywanie 2-bromofluorenonu.	41
6. Analiza substancji chemicznej.	42
6.1. Badania wstępne.	42
6.2. Przeprowadzenie niektórych reakcji charakterystycznych – identyfikacja grup funkcyjnych.	45
7. Zakres materiału obowiązujący na kolokwiach.	59
7.1. Kolokwium I.	59
7.2. Kolokwium II.	60
8. Załączniki.	61
8.1. Środki suszące.	61
8.2. Zastosowanie metod spektroskopowych do analizy związków organicznych	62
8.2.1. Spektroskopia UV.	62
8.2.2. Spektroskopia IR.	65
8.2.3. Spektroskopia NMR.	71
9. Spis cytowanej literatury.	73

1. Bezpieczeństwo i higiena pracy w laboratorium.

Aby praca w laboratorium była bezpieczna, ważne jest ściśle przestrzeganie podanych niżej zasad:

- Podczas pracy należy utrzymywać ład, czystość i ciszę.
- Bezwzględnie zabrania się jedzenia, picia i palenia papierosów na terenie laboratorium.
- W pomieszczeniu laboratoryjnym przebywają tylko osoby wykonujące ćwiczenia wraz z personelem.
- W trakcie wykonywania ćwiczeń należy zachować spokój i unikać zbędnego gromadzenia się, aby nie narażać na niebezpieczeństwo siebie i innych.
- Przy wykonywaniu ćwiczenia należy zachować ostrożność, a w razie wypadku jak najszybciej powiadomić osobę prowadzącą zajęcia.
- Osoba wykonująca ćwiczenie musi być ubrana w odzież ochronną (fartuch laboratoryjny), wykonaną z włókien naturalnych (w żadnym wypadku tworzywa sztuczne) oraz zaopatrzona w okulary ochronne i rękawice.
- Wszystkie naczynia z substancjami chemicznymi muszą posiadać etykietę. Podczas pobierania substancji należy zapoznać się z treścią etykiety na opakowaniu. Następnie należy zamknąć opakowanie zapobiegając rozlaniu, rozsypaniu bądź wyparowaniu substancji.
- Nie wolno pozostawiać żadnych substancji w naczyniach bez etykiet lub napisów.
- Przed wykonaniem ćwiczenia należy sprawdzić czystość szkła, w razie potrzeby umyć i wysuszyć. Po zakończeniu pracy należy bezwzględnie oczyścić użyte naczynia.
- Stłuczonego szkła lub substancji stałych, takich jak bibuła, papier i inne nie należy wyrzucać do zlewów, a do pojemników przygotowanych do tego celu.
- Podczas ćwiczenia nie wolno używać uszkodzonych naczyń i przyrządów.
- Należy sprawdzać szczelność montowanej aparatury, jeśli doświadczenie tego wymaga. Do uszczelniania aparatury należy używać smaru do elementów szklanych. Należy sprawdzać szczelność połączeń gumowych w chłodnicach.
- Należy przestrzegać, aby podłoga i stoły laboratoryjne były suche. Poślizgnięcie się na podłodze może być bardzo niebezpieczne.
- Pracę z substancjami szczególnie niebezpiecznymi bądź szkodliwymi dla zdrowia należy wykonywać pod wyciągiem i według instrukcji.
- Przed opuszczeniem pracowni należy pozostawić stanowisko pracy w czystości i bezwzględnie umyć ręce.
- Każdy uczestnik zajęć laboratoryjnych zobowiązany jest do przestrzegania przepisów BHP obowiązujących w pracowni.

2. Pierwsza pomoc.

W laboratorium bardzo ważna jest umiejętność zachowania się w razie wypadku.

Poniżej zaprezentowane zostały sposoby zachowania się w poszczególnych sytuacjach zagrożenia. W razie wypadku należy też szybko ocenić sytuację, usunąć, jeśli to możliwe, przyczynę zagrożenia.

2.1. Substancje szczególnie niebezpieczne.

Każdy użytkownik laboratorium chemicznego powinien wiedzieć jakie zagrożenia niesie ze sobą praca z różnymi substancjami. Wyeliminuje to błędy w postępowaniu z nimi. Poniżej podane są grupy substancji szczególnie niebezpiecznych.

substancje chemiczne	opis działania
sole Ag, As, Ba, Be, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Tl, V, C ₂ O ₄ ²⁻ , F ⁻ , MnO ₄ ⁻	wiele z tych związków jest toksyczna po połknięciu, ale sole As, Be i Ti mogą być wchłaniane przez skórę, AgNO ₃ powoduje oparzenia skóry; szkodliwe stężenia par rtęci powstają nawet w temperaturze pokojowej
H ₂ S	toksyczny niemal tak samo jak cyjanek, osłabia węch
SO ₂ , NO ₂ , Cl ₂ , Br ₂ , I ₂ , HNO ₃ , H ₂ SO ₄ , HF	niebezpieczne jak również nieprzyjemne, stężone powodują bardzo szybką destrukcję skóry; szczególnie niebezpieczny jest HF
tlenki Na i K	postępować ostrożnie
tlenki i chlorki fosforu	postępować ostrożnie
HClO ₃ , HClO ₄ i ich sole	silne utleniacze
chlorki alkilowe	wiele z nich ma działanie narkotyczne
anilina i aminy aromatyczne	toksyczne pary, wchłaniają się przez skórę, mogą być kancerogenne
benzen	pary są toksyczne, powodują zawroty głowy, jeśli czuje się zapach to stężenie jest ponad dopuszczalną normę
chlorek benzoilu	silnie drażniący
siarczan dimetylu	silnie drażniący
eter etylowy	bardzo łatwo palny, np. na gorącej płycie
etylenodiamina	drażniąca i szkodliwa po wchłonięciu przez skórę
hydrazyna	powoduje korozje
nitrobenzen	toksyczne pary, wchłaniają się przez skórę
fenole i krezole	powodują oparzenia skóry

Na etykietach opakowań ze związkami chemicznymi obecne są też piktogramy ostrzegawcze.

Rodzaje znaków ostrzegawczych określających kategorię niebezpieczeństwa • Piktogramy



Substancja wybuchowa



Substancja utleniająca



Substancja skrajnie łatwo palna lub wysoce łatwo palna



Substancja toksyczna lub bardzo toksyczna



Substancja szkodliwa lub drażniąca



Substancja żrąca



Substancja stwarzająca zagrożenie biologiczne



Substancja niebezpieczna dla środowiska

2.2. Pożar.

Należy zachować spokój, nie ulegać panice, nie tarasować przejść.

Gdy zapaliło się ubranie – osobę usunąć szybko z terenu pożaru i zgasić płomień przez owinięcie jej kocem azbestowym, wilgotnym kocem czy fartuchem.

Zgasić wszystkie palniki i w miarę możliwości usunąć wszystkie materiały łatwopalne.

Pożar gasić używając gaśnicy śniegowej, piasku czy koca azbestowego.

2.3. Oparzenia cieplne.

Miejsce oparzone należy natychmiast przemyć zimną wodą, a następnie alkoholem, osłonić sterylną gazą. W żadnym wypadku nie natłuszczać.

2.4. Oparzenia środkami chemicznymi.

1. Kwasy – oparzone miejsce zmyć dużą ilością wody, następnie 5%-owym roztworem kwaśnego węgla sodu i ponownie wodą.
2. Alkalia – zmyć dużą ilością wody, następnie 1%-owym roztworem kwasu octowego i ponownie wodą.
3. Brom – zmywać dużą ilością rozpuszczalnika organicznego, np. benzyna oczyszczona, alkohol, a następnie 5%-owym tiosiarczanem sodu lub 5%-owym wodnym roztworem kwaśnego węgla sodu. Można też bezpośrednio po oparzeniu zmyć brom dużą ilością 5%-owego wodnego roztworu tiosiarczanu sodu.
4. Sód – oparzone miejsce zmyć dużą ilością wody (po zdjęciu pincetą kawałków sodu), następnie 1%-owym roztworem kwasu octowego i ponownie wodą.
5. Fosfor – oparzenie przemywać dużą ilością 5%-owego roztworu siarczanu miedzi lub 1%-owym roztworem azotanu srebra.
6. Siarczan dwumetylu – ranę przemywać stężonym amoniakiem, a następnie stosować okłady z rozcieńczonego amoniaku.
7. Substancje organiczne (np. fenol) – alkoholem, a następnie ciepłą wodą z mydłem.

2.5. Dostanie się środków chemicznych do oka.

Oko należy natychmiast przemywać dużą ilością wody przez okres kilkunastu minut. W przypadku bromu czy kwasu ponadto przemyć 1%-owym wodnym roztworem węglanu sodu i ponownie wodą.

W przypadku zasad – przemyć ponadto 1%-owym wodnym roztworem kwasu borowego i ponownie wodą.

Bezwzględnie należy się udać do lekarza okulisty, a w poważniejszych przypadkach wezwać pomoc medyczną.

2.6. Zatrucia.

W przypadku zaobserwowania oznak zatrucia (ból głowy, osłabienie, duszność wymioty, omdlenie) należy zatrutego wyprowadzić na świeże powietrze i wezwać lekarza. Sposób postępowania, w zależności od typu zatrucia, podano w tabeli poniżej:

rodzaj wypadku	sposób postępowania
zatrucie solami (spożycie)	płukanie żołądka odpowiednim roztworem (podać około 2 dm ³ płynu, spowodować wymioty); stosować: 1 % roztwór MgSO ₄ (zatrucie solami Ba, Sr, Pb) zawiesinę MgO (zatrucie solami Cu, Sn) zakwaszoną wodę (zatrucie solami Hg, Sb) 2 % roztwór CaCl ₂ (zatrucie fluorkami) Podać: mleko lub białko jaja (Ba, Hg, Cr, Zn, Sb, Sr) zawiesinę Fe(OH) ₂ (cyjanki)
zatrucie gazami	wynieść na świeże powietrze; podawać ciepłe mleko z sodą lub białko jaja (NH ₃ , Cl ₂ , Br ₂ , SO ₂); zapewnić ciepło i spokój
zatrucie fosforem	nie podawać tłuszczów (mleka), odtrutką jest rozcieńczony roztwór CuSO ₄
zatrucie zasadami (spożycie)	podawać co kilka minut 1 % roztwór kwasu cytrynowego lub winowego; podać kilka łyżek oleju roślinnego
zatrucie kwasami (spożycie)	wypić dużą ilość (2 dm ³) wody; podawać mleko, białka jaja; podać zawiesinę MgO (spożycie H ₂ SO ₄)
zatrucie aniliną lub benzenem	podać 0.5 g witaminy C; stosować sztuczne oddychanie; nie podawać mleka
zatrucie metanolem	płukanie żołądka wodą; ułożyć głowę wysoko, stosować sztuczne oddychanie
zatrucie alkaloidami	podać zawiesinę 2 łyżek węgla aktywnego w szklance wody; wywołać wymioty

2.7. Omdlenia.

Należy zapewnić dostęp świeżego powietrza. Osobę należy ułożyć w takiej pozycji, aby głowa spoczywała nieco niżej niż tułów. Należy rozluźnić wszystkie części garderoby utrudniające oddychanie i swobodny obieg krwi. Należy umieścić nogi omdlałego wysoko ku górze na kilkanaście sekund i wezwać pomoc medyczną.

2.8. Skaleczenia i zranienia.

Wyjmuje się z rany pincetą resztki obcego ciała i przez kilkanaście sekund pozwala się na krwawienie (jeśli nie jest ono zbyt obfite). Rany nie powinno się obmywać. Brzegi rany i przylegającą powierzchnię skóry dezynfekuje się jodyną. Nakłada się opatrunek.

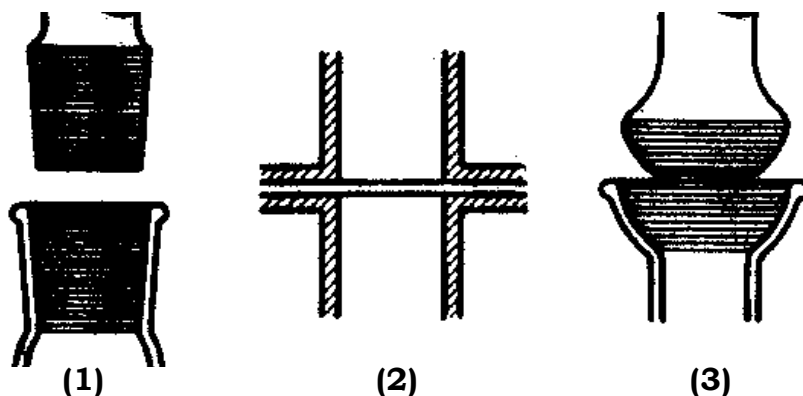
W przypadku dużego zanieczyszczenia, okolice rany obmywa się alkoholem etylowym lub wodą utlenioną, a w przypadku zanieczyszczeń substancjami nierozpuszczalnymi w alkoholu i w wodzie, oczyszczoną benzyną.

W przypadku znacznego krwawienia nakładamy opatrunek uciskowy powyżej rany. Ucisk nie powinien być stosowany dłużej niż 5 minut. Wzywamy lekarza.

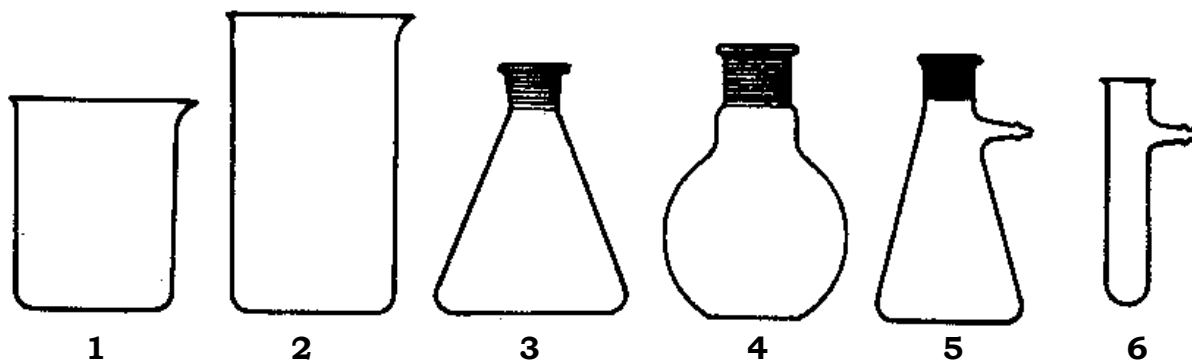
3. Szkło laboratoryjne.

Szkło posiada korzystne właściwości chemiczne, fizyczne i optyczne, dzięki którym jest szeroko wykorzystywane w pracowni chemicznej jako materiał, z którego wykonane są naczynia i aparatura.

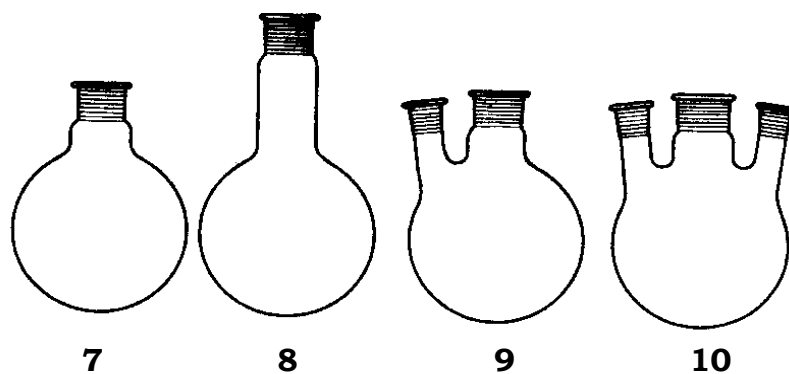
Szklane elementy, stanowiące części składowe aparatury chemicznej zaopatrzone są najczęściej w połączenia szlifowe. Najczęściej spotykane to połączenia stożkowe (1), inne to płaskie (2) i kuliste (3):



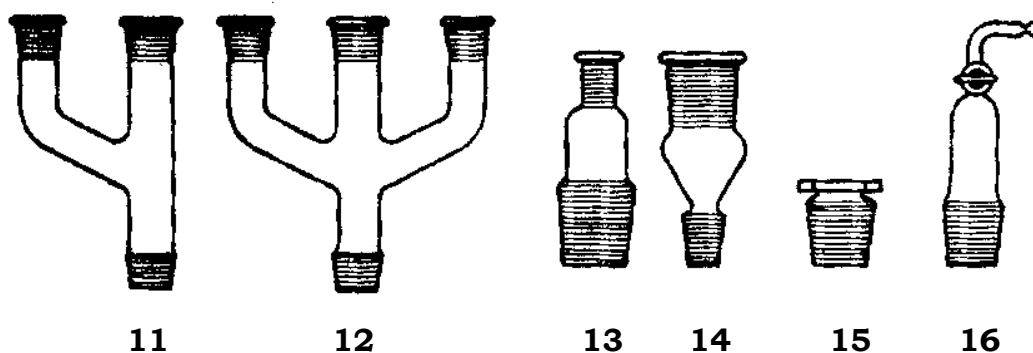
Najczęściej stosowany sprzęt laboratoryjny:



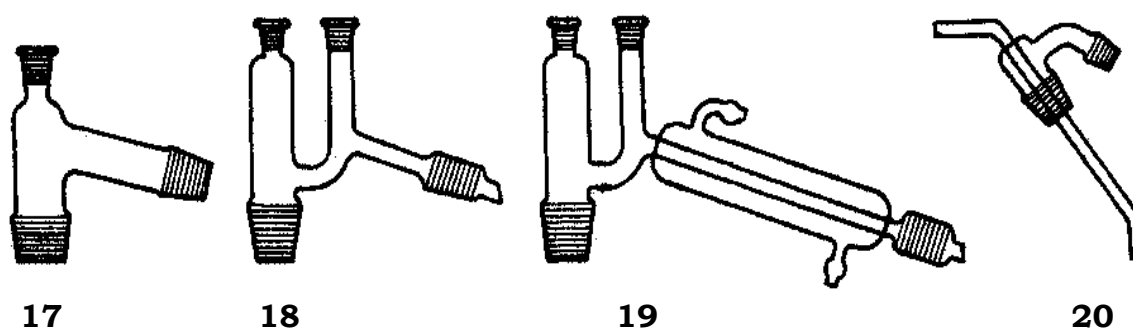
- 1- zlewka niska,
- 2- zlewka wysoka,
- 3- kolba stożkowa,
- 4- kolba płaskodenna,
- 5- kolba ssawkowa,
- 6- probówka ssawkowa,



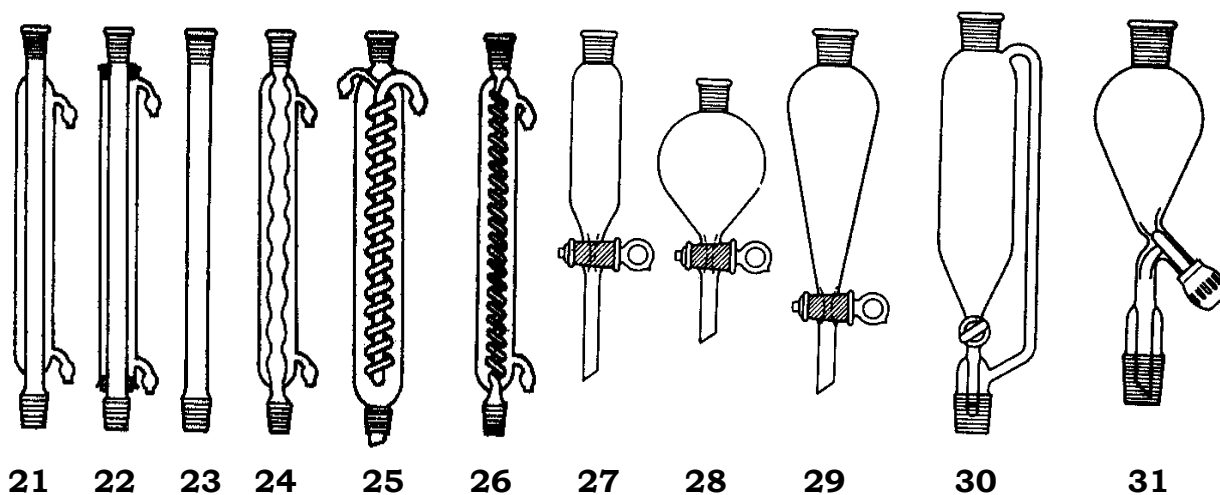
- 7- kolba kulista z krótką szyją,
 8- kolba kulista z długą szyją,
 9- kolba kulista dwuszyjna,
 10- kolba kulista trójszyjna,



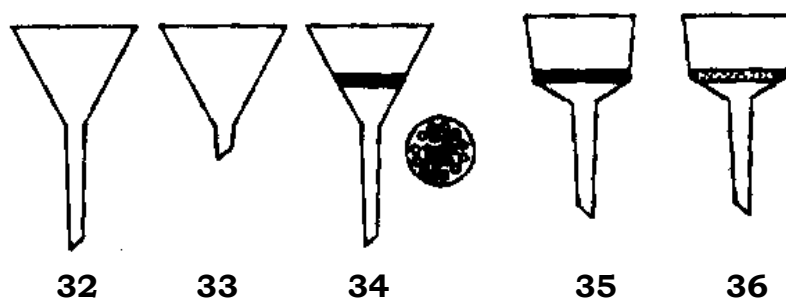
- 11-nasadka dwuszyjna,
 12-nasadka trójszyjna,
 13-reduktor szlifów,
 14-reduktor szlifów,
 15-korek szlifowy,
 16-zamknięcie z kranem,



- 17-nasadka destylacyjna zwykła,
 18-nasadka destylacyjna Claisena,
 19-chłodnica Claisena,
 20-nasadka do destylacji z parą wodną,

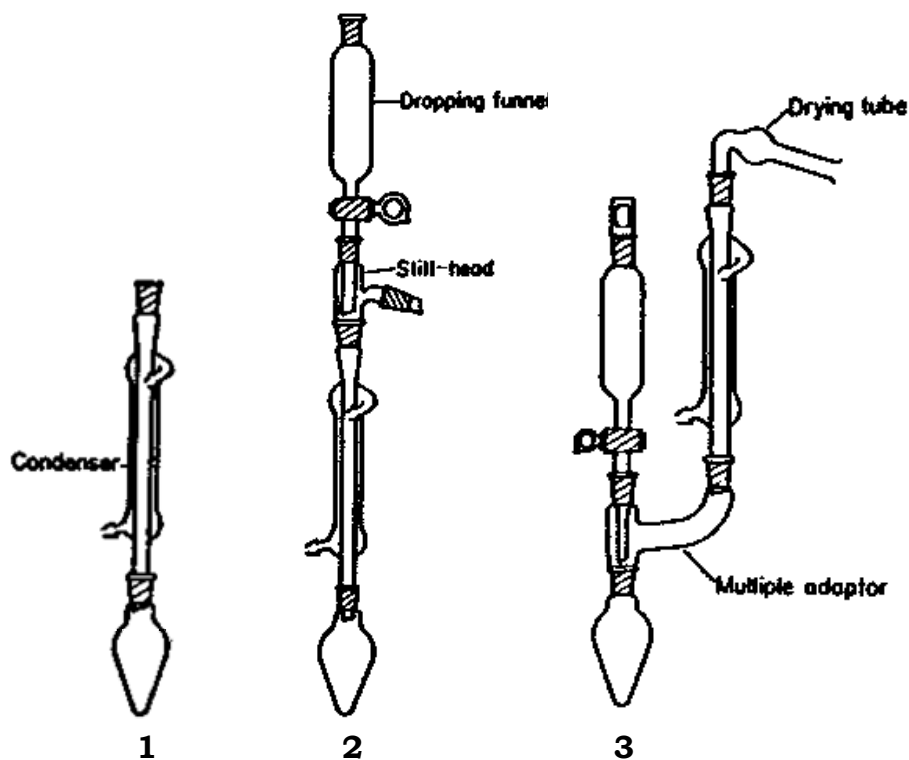


- 21-chłodnica Liebiega,
 22-chłodnica Lebiega,
 23-chłodnica powietrzna,
 24-chłodnica kulkowa,
 25-chłodnica Dimrotha,
 26-chłodnica spiralna,
 27-rozdzielacz lub wkraplacz cylindryczny,
 28-rozdzielacz lub wkraplacz kulisty,
 29-rozdzielacz lub wkraplacz gruszkowaty,
 30-rozdzielacz lub wkraplacz z wyrównanym ciśnieniem,
 31-rozdzielacz lub wkraplacz z zamknięciem „Rotaflo”,

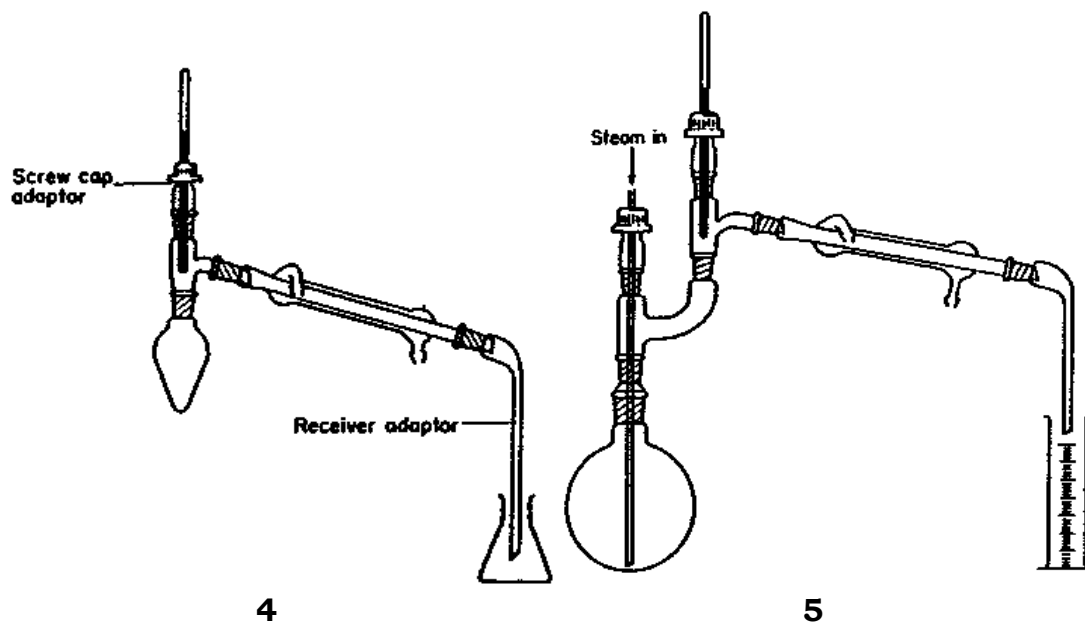


- 32-lejek zwykły,
 33-lejek zwykły,
 34-lejek z wkładką sitową,
 35-lejek sitowy tzw. Büchnera,
 36-lejek z płytką ze szkła spiekanego.

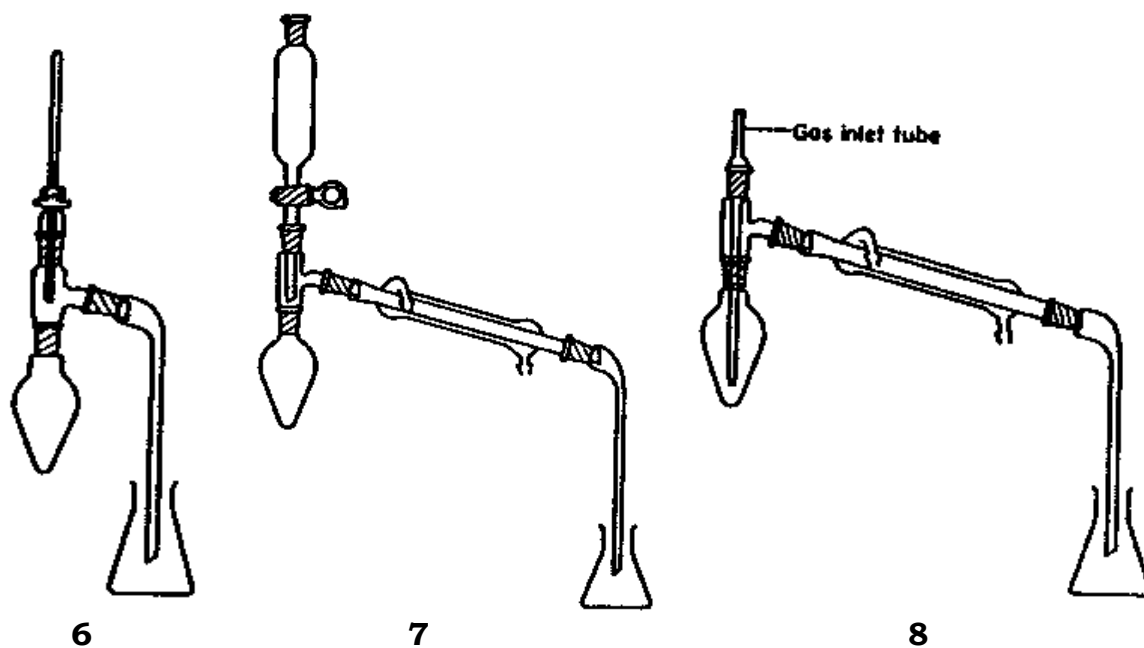
3.1. Schematy aparatury.



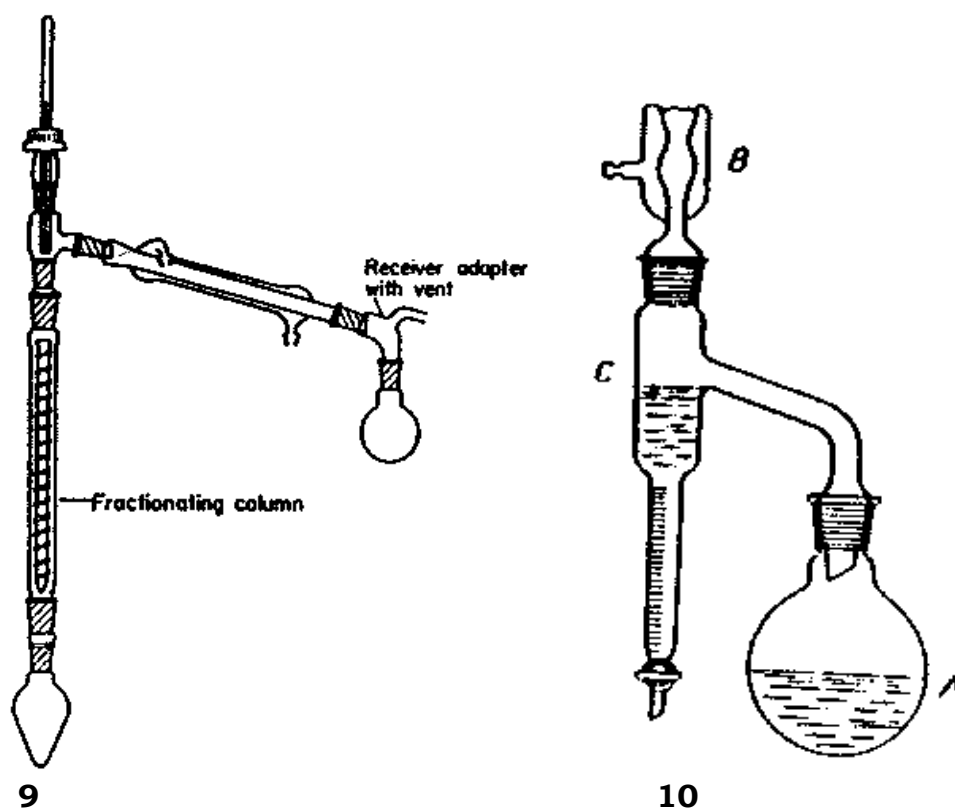
- 1- ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną,
 2- ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną z wkraplaniem,
 3- ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną z wkraplaniem i zabezpieczeniem przed wilgocią,



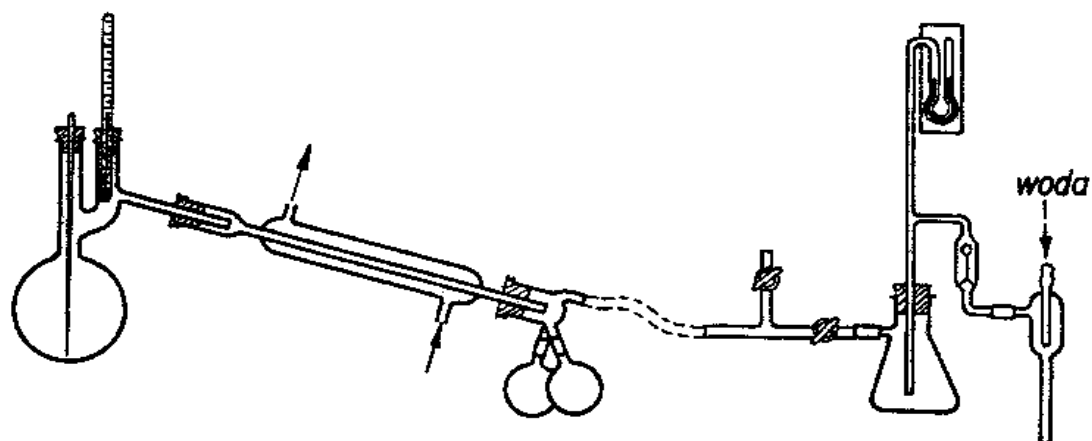
- 4- destylacja prosta,
 5- destylacja z parą wodną,



6- destylacja cieczy wysokowrzących,
 7- destylacja z wkraplaniem,
 8- destylacja z wprowadzaniem gazu,

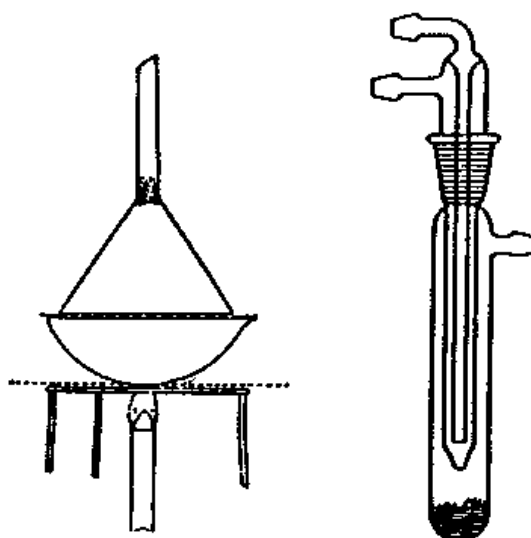


9- destylacja frakcyjna (rektyfikacja),
 10-destylacja azeotropowa,



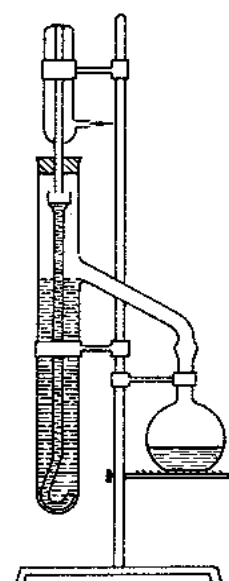
11- destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem,

- 12- zestaw do sublimacji w temperaturze pokojowej,
 13- zestaw do sublimacji – palec chłodzący,

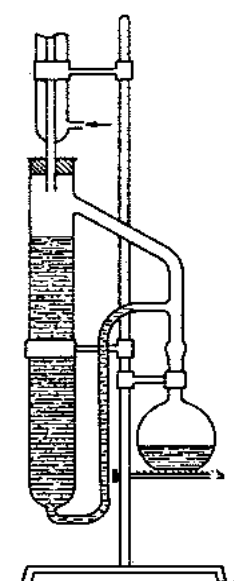


12

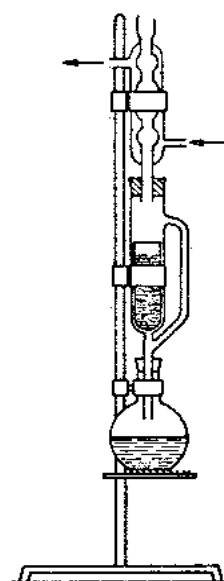
13



14



15



16

Zestawy do ekstrakcji ciągłej:

14- cieczy cięższej
 lżejsza,

15- cieczy lżejszej
 cięższa,

16- aparat Soxhleta
 do ekstrakcji ciał stałych.

4. Dziennik laboratoryjny – zasady prowadzenia notatek.

Notatki laboratoryjne są jednym z elementów pracy doświadczalnej. Powinny składać się z dwóch głównych części:

- planu przeprowadzenia eksperymentów, który powinien być wykonany w sposób bardzo szczegółowy,
- zapisu przebiegu eksperymentów, na podstawie którego można będzie krok po kroku odtworzyć wykonane czynności.

W przypadku doświadczeń wykonywanych podczas laboratorium chemii organicznej I (CHC 2001 1), na dziennik laboratoryjny składają się sprawozdania.

Istnieje kilka zasad, którymi należy się kierować prawidłowo sporządzając sprawozdanie z przebiegu ćwiczenia w laboratorium chemicznym.

Przed przystąpieniem do wykonywania eksperymentu należy:

- przygotować literaturę zawierającą wyczerpujące informacje dotyczące danego zagadnienia (ćwiczenia),
- zaplanować przebieg reakcji chemicznej dobierając ilości stechiometryczne substratów i produktów biorących w niej udział,
- szczegółowo zapoznać się z właściwościami fizycznymi i chemicznymi wszystkich substancji biorących udział w doświadczeniu,
- zaplanować przebieg eksperymentu – wszystkie czynności w odpowiedniej kolejności (w formie grafu lub przepisu),
- zaplanować schematy użytej aparatury chemicznej i szkła laboratoryjnego,

Podczas wykonywania eksperymentu należy:

- bezwzględnie notować przebieg doświadczenia,
- zanotować datę wykonywanego ćwiczenia, czas wykonania każdej czynności lub etapu,
- wszystkie zapiski wykonywać tylko w jednym, przeznaczonym do tego celu miejscu, np. w dzienniku laboratoryjnym, na druku sprawozdania,
- notować w sposób zwięzły i wyczerpujący; zapis musi być zgodny z rzeczywistością; błędne zapiski należy przekreślać, nie zamazywać, aby były czytelne; po zakończonej pracy nie wolno niczego zmieniać w notatkach,
- skonfrontować aparaturę i użyty w eksperymencie sprzęt z zaplanowanym,
- dołączyć do opisu doświadczenia niezbędne obliczenia, pomiary, wykresy i inne.

Każde sprawozdanie powinno posiadać podsumowanie – wnioski; należy ocenić czy zamierzony cel został osiągnięty i z jakim efektem.

Poniżej przedstawiono wzór sprawozdania wraz ze wskazówkami do jego wypełnienia.

INSTYTUT CHEMII ORGANICZNEJ, BIOCHEMII I BIOTECHNOLOGII

CHC 2001 I CHEMIA ORGANICZNA I - LABORATORIUM

NAZWISKO I IMIĘ:

ROK: GRUPA: NR SZAFKI:

ASYSTENT:

TEMAT I CEL EKSPERYMENTU:

Dopuszczenie

Data:

WYNIKI I WNIOSKI:

Zaliczenie

należy napisać krótko i zwięźle, podać wyniki eksperymentu, wartości pomiarów itd..

Data:

ŹRÓDŁA LITERATUROWE:

czyli: autor, tytuł, wydawnictwo, rok wydania, numery stron

RÓWNANIE REAKCJI:

równanie należy zapisać w postaci wzorów strukturalnych, podać ilości stechiometryczne

tabela poniżej powinna być wypełniona szczegółowo, należy opisać każdą substancję, nie tylko te, które biorą udział w reakcji, ale też pozostałe

OBLICZENIA ORAZ WŁAŚCIWOŚCI FIZYKOCHEMICZNE I BIOLOGICZNE:

Związek					
Dane fizykochem.					
Moli g/ml					
M. cz.					
T. t. (OC)					
T. w. (OC)					
n_D^{20}					
d_{20}					
T. zapł.					
Biologiczne					
Wybuchowe					
Neutralizacja					
Rozpuszal.:					
woda					
alkohol					
inne					
charakter					
barwa					
zapach					
producent					
Inne uwagi					

GŁÓWNE ETAPY EKSPERYMENTU (PROTOKÓŁ - GRAF):

poszczególne etapy eksperymentu powinny być zaplanowane w sposób przejrzysty, nie nasuwający wątpliwości;
należy podać warunki, w których będą przeprowadzane kolejne czynności;
na podstawie informacji tu zawartych prowadzony będzie eksperyment, dlatego plan musi zawierać wszystkie niezbędne informacje;

SCHEMAT APARATURY PLANOWANEJ I UŻYTEJ:

schematy powinny przede wszystkim zawierać wszystkie elementy aparatury, zaplanowanej i użytej;
połączenia między elementami powinny być narysowane w sposób klarowny, nie nasuwający wątpliwości;
jeśli przez elementy aparatury przepływa ciecz chłodząca lub gaz należy zaznaczyć kierunek przepływu;

Daty | DOKŁADNY OPIS PRZEBIEGU EKSPERYMENTU:
godz. | (z obliczeniami wydajności reakcji)

ważna jest data lub daty wykonania eksperymentu;
czas należy notować z dokładnością do minuty;
najlepiej zapisywać dosłownie wszystko, każda informacja może okazać się ważna;
notatki muszą być prowadzone zgodnie z prawdą;
nie należy niczego zamazywać, a jedynie przekreślać tak aby było to w dalszym ciągu czytelne;
notatki najlepiej sporządzać ołówkiem, ponieważ w przypadku zalania druku sprawozdania czymkolwiek tylko ołówek oprze się np. zalaniu;

**jeśli w trakcie eksperymentu prowadzimy pomiary lub obliczenia,
to właśnie tu je zapisujemy**

UZYSKANE WYNIKI:

Wyd. (g/moli/%):

T. w.: tutaj należy zapisać końcowe, ostateczne wyniki doświadczenia

T. t.:

 n_D^{20} :**INNE:**widma IR (cm^{-1} , intens.)widma ^1H NMR (sigma, ppm)

UWAGI ASYSTANTA:

DATA I PODPIS:

5. Ćwiczenia laboratoryjne.

Zaprezentowane poniżej ćwiczenia laboratoryjne mają na celu przyswojenie elementarnych czynności, wykonywanych w laboratorium chemii organicznej oraz opanowanie przez studenta umiejętności przeprowadzania różnorodnych procesów chemicznych, na poziomie podstawowym.

Program kursu CHC 2001 1 umożliwia praktyczne opanowanie następujących procesów fizykochemicznych:

1. krystalizacja,
2. destylacja prosta,
3. rektyfikacja,
4. destylacja azeotropowa,
5. destylacja z parą wodną,
6. destylacja próżniowa,
7. ekstrakcja,
8. sublimacja,
9. chromatografia.

W toku wykonywania eksperymentów student poznaje zasady bezpiecznej pracy w laboratorium oraz nabywa umiejętności niezbędne do przeprowadzania syntezy związków organicznych.

Program przewiduje ponadto analizę preparatu organicznego – jego identyfikację na podstawie właściwości fizykochemicznych, charakterystycznych reakcji grup funkcyjnych oraz wyników badań spektroskopowych.

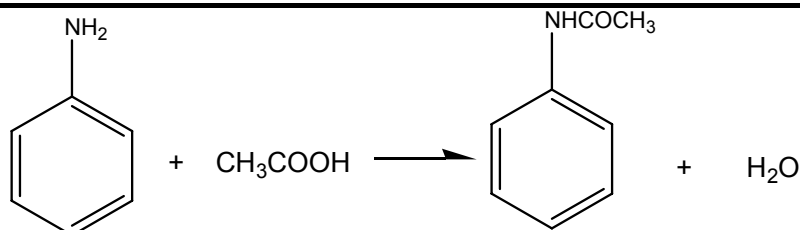
5.1. KRYSTALIZACJA

Wymagania teoretyczne:

- ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną – zasady montażu aparatury, sposoby ogrzewania mieszaniny reakcyjnej,
- dobór rozpuszczalnika do krystalizacji,
- krystalizacja, suszenie substancji stałych,
- oznaczanie temperatury topnienia.

ĆWICZENIE 1.1 – SYNTEZA ACETANILIDU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
anilina	5 ml	kolba okrągłodenna	100 ml
bezwodnik octowy	5 ml	chłodnica zwrotna	
lodowaty kwas octowy	7 ml	kosz grzejny	
pył cynkowy	0.025 g	zlewka	250ml
alkohol etylowy	2.5 ml	lejek Buchnera	
woda destylowana		kolba ssawkowa	
lód		podnośnik	
rozpuszczalniki do próby krystalizacji:			
heksan, toluen, etanol	2 ml		



W kolbie kulistej o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 20,5 g (20 ml, 0,22 mola) aniliny, 21,5 g (20 ml, 0,21 mola) bezwodnika octowego, 21 g (20 ml) lodowatego kwasu octowego i 0,1 pyłu cynkowego. Mieszaninę ogrzewa się łagodnie do wrzenia 30 min, a następnie gorącą ciecz wlewa się cienkim strumieniem do zlewki o pojemności 1 l, zawierającej 500 ml zimnej wody, przy czym zawartość zlewki należy stale mieszać. Po oziębieniu (najlepiej w lodzie) surowy produkt odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem i przemywa niewielką ilością wody. Po wysuszeniu na powietrzu otrzymuje się 30 g acetanilidu o temperaturze top. 113 °C. Po krystalizacji z wody (500 ml wody + 10 ml alkoholu etylowego) otrzymuje się 21 g (70%) czystego związku o temperaturze top. 114 °C, który należy pozostawić do ćwiczenia 9.1.

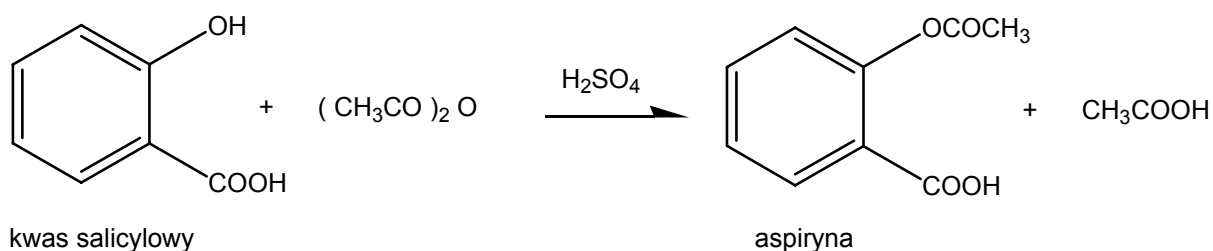
Literatura: L. Achremowicz, M. Soroka, Laboratorium chemii organicznej, PWr. 1980, str. 398.

UWAGI:

1. Syntezę przeprowadzić w skali 0,05 mola w kolbce 100 ml.
2. Przeprowadzić próby krystalizacji acetanilidu z innymi, dostępnymi rozpuszczalnikami.

ĆWICZENIE 1.2 – SYNTEZA KWASU ACETYLOSALICYLOWEGO (ASPIRYNY)

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
kwasy salicylowy	5 g	kolba okrągłodenna	100 ml
bezwodnik kwasu octowego	7 ml	chłodnica zwrotna	
kwasy siarkowy stężony	3 krople	kosz grzejny	
etanol	15 ml	zlewka	250ml
		lejek Buchnera	
		kolba ssawkowa	



W 100 ml kolbie okrągłodennej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną należy umieścić 5.0 g suchego kwasu salicylowego 7.5 g (7 ml) destylowanego bezwodnika kwasu octowego 2 – 3 krople stężonego kwasu siarkowego. Całość ogrzewać w łaźni wodnej w temp. 50 – 60 °C około 15 minut. Pozostawić do ochłodzenia. Mieszaninę poreakcyjną wlać do 75 ml wody, wymieszać dobrze i powstały osad odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem.

Surowy kwas acetylosalicylowy oczyścić przez krystalizację z etanolu. W tym celu należy rozpuścić osad w 15 ml etanolu (w kolbce pod chłodnicą zwrotną), a roztwór wlać do 40 ml ciepłej wody. Jeśli wypadnie osad, ogrzać mieszaninę aby uzyskać roztwór i pozostawić do ostygnięcia. Przewidywana wydajność to 5.9 g.

Kwas acetylosalicylowy można przekrystalizować także z mieszaniny równych objętości kwasu octowego wody.

Kwas acetylosalicylowy rozkłada się podczas ogrzewania (128 – 135 °C), stąd nie jest możliwe oznaczenie jego temperatury topnienia. Częściowy rozkład może się zdarzyć podczas krystalizacji z rozpuszczalnika o wysokiej temperaturze wrzenia lub gdy przedłuży się czas ogrzewania podczas krystalizacji.

Literatura: A. I. Vogel, Elementary practical organic chemistry. Part I: Small scale preparation, str. 364.

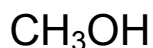
5.2. DESTYLACJA PROSTA

Wymagania teoretyczne:

- podstawy procesu destylacji, mieszaniny azeotropowe,
- zasady montażu aparatury do destylacji zwykłej,
- osuszanie substancji ciekłych i roztworów,
- refraktometria,
- zagadnienie temperatury wrzenia i jej oznaczanie.

ĆWICZENIE 2.1 – DESTYLACJA METANOLU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT
Alkohol metylowy	50 ml	zestaw do destylacji prostej



Procesowi oczyszczania na drodze destylacji prostej poddany zostanie metanol (50 ml). Zanieczyszczony metanol ogrzewa się stopniowo, do momentu osiągnięcia temperatury wrzenia. Czysty alkohol metylowy zbiera się do kolby, a następnie za pomocą cylindra miarowego oznacza otrzymaną objętość. Należy obliczyć wydajność procesu. Na podstawie zależności wzrostu temperatury ogrzewanej cieczy od czasu należy sporządzić wykres. Przy użyciu refraktometra należy zmierzyć współczynnik załamania światła destylatu, a następnie porównać z wartością podawaną przez źródła literaturowe.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964, str. 85-89.

ĆWICZENIE 2.2 – OCZYSZCZANIE CHLORKU SULFURYLU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT
Chlorek sulfurylu techniczny	50 ml	zestaw do destylacji prostej

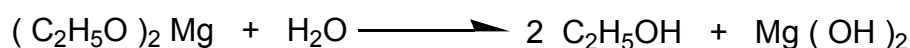
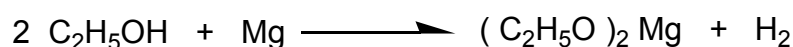


Produkt techniczny należy przedestylować w aparaturze szlifowej, pod wyciągiem. Zbieramy frakcję wrzącą w temperaturze 69 – 70 °C. Czysty produkt wrze w temperaturze 69 °C₇₆₀. Czysty chlorek sulfurylu należy zachować do ćwiczenia 6.3 (Chlorowanie toluenu).

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964, str. 191.

ĆWICZENIE 2.3 – OTRZYMYWANIE BEZWODNEGO ALKOHOLU ETYLOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
alkohol etylowy bezwodny	50 ml	kolba okrągłodenna	250 ml
wiórki magnezowe	5 g	chłodnica zwrotna	
jod	0.5 g	kosz grzejny	
ftalan dwuetylowy	1 ml	rurka ze środkiem suszącym	
alkohol do suszenia	150 ml	zestaw do destylacji prostej	
		kolba ze szlifem (odbieralnik)	250 ml
		podnośnik	



Do 50 ml bezwodnego alkoholu etylowego dodaje się 5 g wiórek magnezowych i 0.5 g jodu do zainicjowania reakcji. Całość ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną, zabezpieczoną rurką ze środkiem suszącym, w temperaturze wrzenia, do momentu całkowitego rozpuszczenia magnezu. Gdy magnez nie chce się roztopić (zbyt dużo wody w alkoholu) można dodać 1 ml ftalanu dietylowego. Następnie do kolby wlewa się alkohol przeznaczony do suszenia (wstępnie osuszony nad tlenkiem wapnia) w ilości ok. 400 ml i całość ogrzewa się do wrzenia przez 1 godzinę. Tak osuszony alkohol destyluje się pod normalnym ciśnieniem, zabezpieczając aparaturę przed dostępem wilgoci.

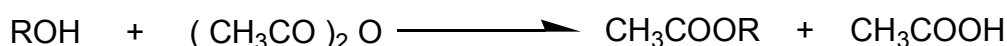
Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964, str. 82-89.

UWAGI:

Ilość alkoholu, którą można osuszyć zależy od stopnia jego uwodnienia. Proces prowadzimy z alkoholem wstępnie osuszonym chlorkiem wapnia.

ĆWICZENIE 2.4 - OTRZYMYWANIE ESTRÓW KWASU OCTOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
alkohol: izoamyłowy,		kolba okrągłodenna	100 ml
n-butanol, n-heksanol, cykloheksanol	10 ml	chłodnica zwrotna	
bezwodnik kwasu octowego	12.5 ml	kosz grzejny	
kwaśny węglan sodu, roztwór 0.1M	30 ml	rozdzielacz	100-150 ml
bezwodny siarczan sodu	150 ml	zestaw do destylacji prostej	



W kulistej kolbie o pojemności 100 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną umieszcza się 0,1 mola alkoholu izoamyłowego. Przez chłodnicę wlewa się 12,5 ml bezwodnika octowego. Mieszaninę ogrzewa się łagodnie do rozpoczęcia reakcji, po czym utrzymuje się w temp. wrzenia przez 5 min. i pozostawia się do ochłodzenia.

Chłodną mieszaninę przenosi się do rozdzielacza, dodaje wody (około dwukrotną objętość mieszaniny reakcyjnej) i wytrząsa. Pozostawia się do rozdzielenia i odrzuca warstwę dolną. Do rozdzielacza dodaje się około 10 ml 0,1 molowego kwaśnego węglanu sodu (NaHCO_3) i ostrożnie wytrząsa, uwalniając czasami powstający dwutlenek węgla. Odrzuca się dolną warstwę. Wytrząsanie węglanem powtarza się aż do momentu gdy dwutlenek węgla przestanie się wydzielać.

Uzyskany ester przenosi się do kolby stożkowej, dodaje się bezwodnego siarczanu sodu (Na_2SO_4) i potrząsając suszy się około 5 min. Przesącza się prosto do kolbki destylacyjnej przez mały lejek z watą i destyluje. Oblicza się wydajność w oparciu o ilość wziętego do reakcji alkoholu.

alkohol	d[g/cm ³]	ester, T _{wrz.} [°C],	n _D ²⁰
n-amyłowy	0.811		1.402
izoamyłowy	0.810	142	1.4000
n-butanol	0.810	125	1.3940
n-heksanol	0.814	169	1.4090
cykloheksanol	0.963	172	1.4390

Literatura: G.P. Rendle, M.D.W. Vokins, P.M.H. Davis, Experimental Chemistry. A laboratory manual. Edward Arnold LTD London, 1969, str. 61.

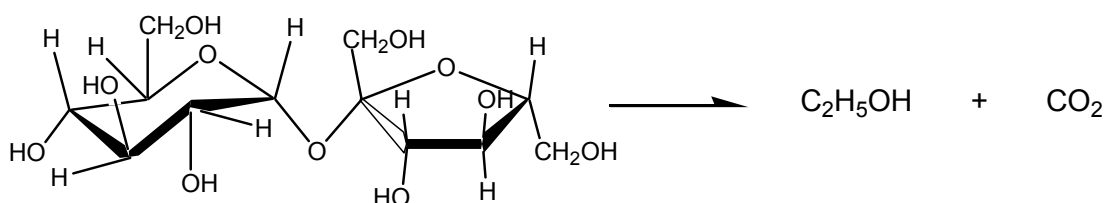
5.3. REKTYFIKACJA

Wymagania teoretyczne:

- podstawy teoretyczne procesu destylacji i rektyfikacji, sprawność kolumny, półki teoretyczne,
- aparatura,
- fermentacja alkoholowa, sposoby sporządzania zacieru.

ĆWICZENIE 3.1 - SYNTEZA I OCZYSZCZANIE ALKOHOLU ETYLOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
woda		kolba stożkowa	250 ml
drożdże piekarskie	10 g	korek	
Na ₂ HPO ₄	0.35 g	rurka do fermentacji	
sacharoza	51.5 g	zestaw do destylacji prostej	
		kolba ze szlifem (odbieralnik)	250 ml
		zestaw do rektyfikacji	



W kolbie stożkowej na 1000 ml umieszczamy 50 ml wody i rozpuszczamy w niej 10 g drożdży piekarskich. Dodajemy około 0,35 g Na₂HPO₄. Do roztworu dodajemy następnie 150 ml wodnego roztworu sacharozy (51,5 g). Kolbę należy zaopatrzyć w szklaną rurkę do fermentacji i szczelnie zamknąć. Do rurki nalewamy wody, aby zabezpieczyć zawartość kolby przed dostępem powietrza z zewnątrz. Kolba powinna być pozostawiona w ciepłym pomieszczeniu, bez przeciągów (aby nie zaziębić kolby) na co najmniej 12 dni.

Otrzymany roztwór należy przesączyć na sączku karbowanym, a następnie poddać go destylacji prostej. Otrzymany destylat poddajemy procesowi rektyfikacji we wcześniej zmontowanej aparaturze. Należy zmierzyć objętość zebranego rektyfikatu i oznaczyć współczynnik załamania światła w celu określenia czystości powstałego etanolu.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT Warszawa, 1964, str.167-168.

UWAGI:

NIE SPOŻYWAĆ !!! (zagrożenie zanieczyszczeniami pochodzącymi z aparatury).

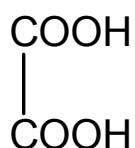
5.4. DESTYLACJA AZEOTROPOWA

Wymagania teoretyczne:

- podstawy teoretyczne destylacji azeotropowej,
- zasady montażu aparatury,
- czynniki azetropujące,
- reakcje chemiczne, w których ustala się stan równowagi, sposoby przesuwania równowagi.

ĆWICZENIE 4.1 - OSUSZANIE KWASU SZCZAWIOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
toluen	60 ml	kolba okrągłodenna	250 ml
kwask szczawioowy	10 g	nasadka azeotropowa	
		kosz grzejny	
		chłodnica zwrotna	
		zestaw do sączenia	



W kolbie kulistej o pojemności 250 ml należy umieścić 60 ml toluenu i 10 g kwasu szczawioowego. Należy zmontować aparaturę do destylacji azeotropowej. Destylację prowadzi się do momentu, aż w nasadce zbierze się odpowiednia (teoretyczna) ilość wody. Krystaliczny, biały osad (bezwodny kwas szczawioowy) należy przesączyć na sączku bibułowym, wysuszyć, zważyć i zbadać temperaturę topnienia. Należy obliczyć wydajność procesu.

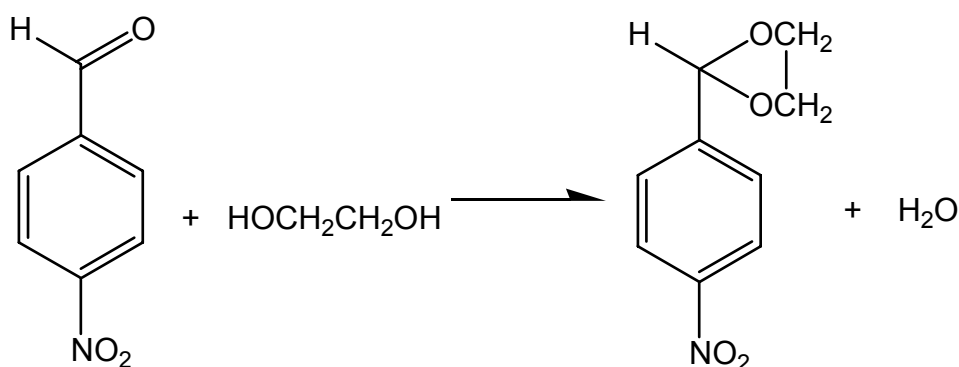
Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964, str.144-148.

UWAGI:

Na jedną cząsteczkę kwasu szczawioowego przypadają dwie cząsteczki wody (teoretycznie). Destylację prowadzi się do momentu gdy w nasadce zbierze się odpowiednia (teoretyczna) ilość wody.

ĆWICZENIE 4.2 – ETYLENOACETAL ALDEHYDU p-NITROBENZOESOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
cykloheksanon	15 g	kolba okrągłodenna	100 ml
glikol etylenowy	12 g	nasadka azeotropowa	
kwas p-toluenosulfonowy	0.015 g	rozdzielacz	100 ml
toluen	15 ml	kosz grzejny	
NaOH 5 % roztwór	50 ml	chłodnica zwrotna	
węglan potasu	5 g	zestaw do destylacji próżniowej	



1 mol ketonu lub aldehydu ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną (stosując nasadkę do destylacji azeotropowej) z 1.2 mola glikolu etylenowego i 0.1 g kwasu p-toluenosulfonowego lub 85 %-owego kwasu fosforowego w 150 ml toluenu, ksylenu, chloroformu lub chlorku metylenu. Następnie chłodzi się mieszaninę reagującą, przemywa starannie rozcieńczonym (5 %) roztworem NaOH i wodą, suszy węglanem potasowym i destyluje.

produkt końcowy	związek wyjściowy	stałe fizyczne	wydajność	UWAGI
etylenoketal cykloheksanonu	cykloheksanon	$T_{wrz.} = 73 \text{ } ^\circ\text{C} / 16 \text{ Tr}$ $n = 1.4583$	90%	toluen jako czynnik azeotropujący

Literatura: pod red. B. Bochwica. Preparatyka organiczna. PWN, Warszawa, 1969, str. 420-421.

UWAGI:

Syntezę należy przeprowadzić w skali 0.1 mola.

Etylenoketale i etylenoacetale nazywane są 1,3 dioksolanami.

Stosując halogenopochodne węglowodorów (o gęstości większej niż woda), jako czynniki azeotropujące, należy używać innej nasadki niż dla pozostałych (gęstość mniejsza niż woda). Destylację prowadzi się do momentu gdy w nasadce zbierze się odpowiednia (teoretyczna) ilość wody.

Jeśli w syntezie etylenoacetalu aldehydu m- lub p-nitrobenzoowego stosuje się ksylen jako czynnik azeotropujący to produkt reakcji krystalizuje bezpośrednio z przemytego i zagęszczonego roztworu po ochłodzeniu do temperatury 0 °C.

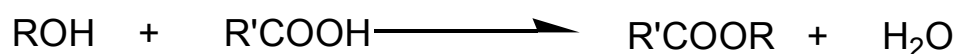
ĆWICZENIE 4.3 – ESTRYFIKACJA AZEOTROPOWA

ODCZYNNIKI

alkohol n-propylowy (izopropylowy)	40 ml
kwas octowy lodowaty	25 ml
kwas siarkowy stęż. (toluenosulfonowy)	5 g
chloroform (czterochlorek węgla)	30 ml
Wodorowęglan sodu	

SPRZĘT

kolba okrągłodenna	150 ml
nasadka azeotropowa	
rozdzielacz	
kosz grzejny	
chłodnica zwrotna	
zestaw do destylacji prostej	
podnośnik	



Do jednego mola kwasu karbokrylowego (0.5 mola kwasu dwuarboksylowego) dodaje się 1.75 mola alkoholu (nie musi być bezwodny), 5 g stężonego kwasu siarkowego, kwasu toluenosulfonowego, kwasu naftalenosulfonowego lub 5 g świeżo przygotowanego, kwaśnego wymiennicza jonowego i 100 ml chloroformu lub czterochlorku węgla. Ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną stosując nasadkę do destylacji azeotropowej, do chwili, aż przestanie zbierać w niej woda. Po zakończeniu reakcji chłodzi się mieszaninę reagującą, wmywa kwas – katalizator wodą, wodnym roztworem wodorowęglanu sodowego i ponownie wodą (wymieniacz jonowy odsacza się). Oddestylowuje się składnik azeotropujący, który równocześnie porywa resztki wody pochodzącej z przemysłu, a pozostałość destyluje.

alkohol	kwas	produkt	$T_{\text{wrz.}} [^{\circ}\text{C}]$,	n_D^{20}	wydajność
n-propylowy	octowy		101	1.3843	70
izopropylowy	octowy		88	1.3775	70
etylowy	chlorooctowy		144	1.4227	90
etylowy	izomasłowy		110	1.3869	70
etylowy	szczawiowy*		74/11 Tr	1.4100	70
etylowy	maleinowy		108/12 Tr	1.4413	90
etylowy	benzoesowy		95/17 Tr	1.5057	90

* - Można użyć kwasu szczawiowego, zawierającego wodę krystalizacyjną.

Literatura: pod red. B. Bochwica. Preparatyka organiczna. PWN, Warszawa, 1969, str. 427.

UWAGA:

Doświadczenie wykonujemy w skali 0.2 – 0.3 mola.

Należy użyć nasadki azeotropowej do destylacji cieczy cięższej od wody.

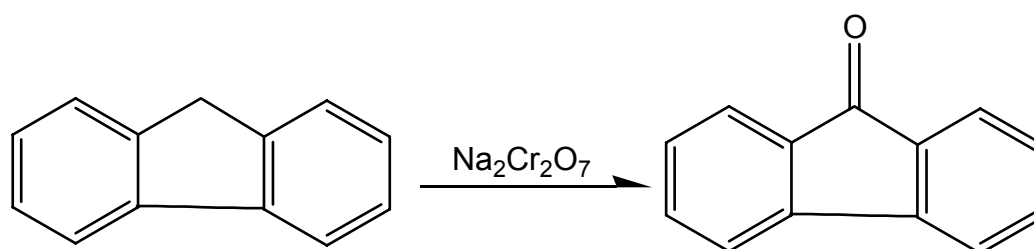
5.5. DESTYLACJA Z PARĄ WODNĄ

Wymagania teoretyczne:

- teoretyczne podstawy i zastosowanie,
- zasady montażu aparatury,
- sposoby chłodzenia mieszaniny reakcyjnej, mieszaniny oziębiające,
- ekstrakcja w układzie dwóch rozpuszczalników.

ĆWICZENIE 5.1 – UTLENIANIE FLUORENU I OCZYSZCZANIE PRODUKTU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
fluoren	1 g	kolba dwuszyjna	100 ml
kwas octowy lodowaty	40 ml	wkraplacz	50 ml
dwuchromian sodu	6 g	chłodnica zwrotna	
kwas siarkowy, roztwór 5 %	20 ml	kosz grzejny	
		zestaw do sączenia	
		zestaw do destylacji parą wodną	
		podnośnik	

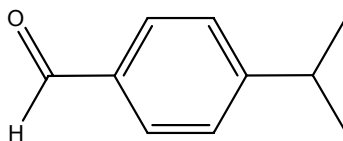


1 g fluorenu rozpuścić w 10 ml lodowatego kwasu octowego. Do roztworu, w temperaturze wrzenia, wkropić ciepły roztwór 6 g dwuchromianu sodu w 30 ml lodowatego kwasu octowego z taką szybkością, aby nie przerywać wrzenia. Po zakończeniu wkraplania ogrzewać mieszaninę w temperaturze wrzenia przez około 1 godzinę. Całość wylać, mieszając, do 200 ml zimnej wody i po około 15 minutach odsączyć na lejku Büchnera. Przemywać osad wodą do uzyskania bezbarwnego przesącza. Kolejno przemyć 20 ml 5 %-owego roztworu kwasu siarkowego, a następnie 50 ml wody. Surowy, wilgotny produkt przenieść do kolby destylacyjnej, dodać parę mililitrów wody i poddać destylacji parą wodną. Zbierać destylat do momentu gdy krople destylatu będą klarowne. Destylat mocno ochłodzić (lodem) i odsączyć produkt.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964.

ĆWICZENIE 5.2 – OTRZYMYWANIE ALDEHYDU KUMINOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
kminek	30 g	kolba okrągłodenna	500 ml
woda	300 ml	wkraplacz	
n-heptan (lub n-heksan)		rozdzielacz	250 ml
		kosz grzejny	
		zestaw do destylacji prostej	
		podnośnik	



Aldehyd kuminowy jest składnikiem nasion kminku. Stanowi on główny składnik zapachowy olejku z nasion tej rośliny.

Należy zaopatrzyć się w 30 g kminku. Odważoną ilość nasion wprowadza się do kolby kulistej i dodaje się wody destylowanej do około połowy kolby. Zawartość kolby należy doprowadzić do wrzenia. Kolba powinna być zaopatrzona we wkraplacz z wodą, którą wkrapla się do kolby stopniowo uzupełniając zawartość kolby. Destylację prowadzi się aż do otrzymania 300 ml destylatu. Następnie destylat wytrząsa się z n-heptanem (1/3 pojemności). Zawartość rozdzielacza pozostawia się do rozdzielenia faz, a następnie rozdziela się je pozostawiając górną frakcję n-heptanową. Otrzymany roztwór odparować należy za pomocą wyparki obrotowej do sucha.

Składniki lotne olejków zapachowych można oddzielić od ich nietlotnych składników na drodze ekstrakcji parą wodną. Zawsze, w przypadku olejków roślinnych, jest to mieszanina różnych związków, w której przeważnie ilościowo dominuje jeden:

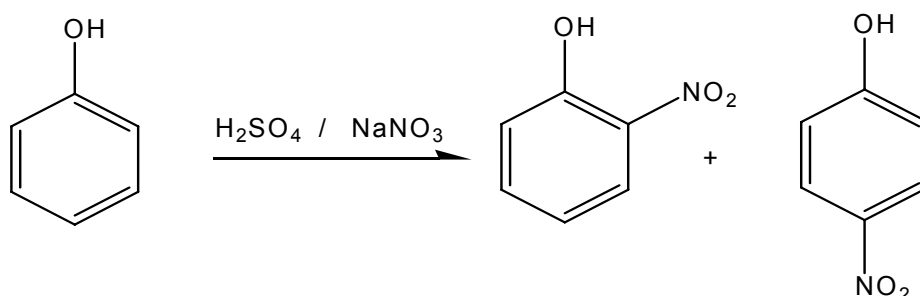
olejek zapachowy	źródło	d [g/cm ³]	n _D ²⁰	główny składnik
anyżowy	owoce	0.98-0.99	1.56	anetol
cynamonowy	liście i kora	0.95-1.03	1.58	aldehyd cynamonowy
cytrynowy	skórki owoców	0.854-0.862	1.47	limonen
goździkowy	pąki	1.04-1.07	1.53	eugenol
lawendowy	kwiaty	0.88-0.904	1.46	linalol, octan linalilu
miętowy	ziele	0.89-0.94	1.46	mentol
migdałowy	nasiona	1.04-1.07	1.54	aldehyd benzoowy
terpentynowy	żywica sosny	0.86-0.88	1.47	pinen

Literatura: Z. Jerzmanowska, Substancje roślinne. Metody wyodrębniania. PWN, Warszawa. 1967, str.34-42.

W. Mizerski, Tablice chemiczne. Wyd. Adamatan, Warszawa. 1997, str. 236.

ĆWICZENIE 5.3 – OTRZYMYWANIE o- I p-NITROFENOLU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
kwas siarkowy stężony	136 ml	kolba trójszyjna	500 ml
woda		wkraplacz	50 ml
azotan sodu	150 g	rozdzielacz	
fenol	94 g	kosz grzejny	
	1000		
kwas solny, roztwór 2 %	ml	zestaw do sączenia	
węgiel aktywny	5 g	zestaw do destylacji parą wodną	
		chłodnica zwrotna	



250 g (136 ml) stężonego kwasu siarkowego wlewa się ostrożnie cienkim strumieniem (jednocześnie mieszając) do 400 ml wody znajdującej się w kolbie z szeroką szyją lub kolbie kulistej z trzema szyjami o pojemności 1 l. W rozcieńczonym kwasie rozpuszcza się 150 g azotanu sodu i zawartość kolby chłodzi w wodzie z lodem. 94 g fenolu stapia się z 20 ml wody i w tej postaci dodaje z wkraplacza do mieszanej jednocześnie zawartości kolby z taką szybkością, aby temperatura nie przekroczyła 20 °C. Po dodaniu całej ilości fenolu miesza się jeszcze przez 2 godziny, a następnie zlewa kwaśną ciecz z nad żywicowej mieszaniny nitrozwiązków.

Pozostałość stapia się z 500 ml wody, wytrząsa i pozostawia, aż osiadzie. Ciecz z przemycia zlewa się i powtarza przemywanie co najmniej dwa lub trzy razy w celu całkowitego usunięcia resztek kwasu. Mieszaninę poddaje się destylacji z parą wodną dopóty, dopóki nie przestanie destylować o-nitrofenol. Jeśli o-nitrofenol krzepnie w chłodnicy, należy co pewien czas zamykać dopływ wody chłodzącej. Destylat chłodzi się w zimnej wodzie, sączy pod zmniejszonym ciśnieniem, osad dokładnie odciska i suszy na bibule filtracyjnej, na powietrzu. Wydajność o-nitrofenolu o temperaturze topnienia 46 °C wynosi 50 g.

Pozostałość w kolbie zostawia się na 2 godziny do ostygnięcia, a następnie chłodzi w lodzie przez 15 – 30 minut. Surowy p-nitrofenol odsącza się, a następnie ogrzewa do wrzenia przynajmniej przez 10 minut z 1 l kwasu solnego 2 %-owego, z dodatkiem około 5 g węgla aktywnego. Następnie sączy się przez lejek z płaszczem grzejnym lub lejek Büchnera, ogrzany przed tym gorącą wodą. Przesącz zostawia się na noc do krystalizacji, odsącza prawie bezbarwne igły i suszy je na bibule filtracyjnej. Wydajność p-nitrofenolu o temperaturze topnienia 112 °C wynosi 35 g. Dalsze niewielkie ilości produktu można otrzymać stosując ług pokryształacyjny oraz ekstrahując ponownie pozostałość 2 %-owym kwasem solnym.

Literatura: : A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT Warszawa, 1964, str. 689-690.

UWAGI:

Jeśli temperatura topnienia różni się od wymaganej, o-nitrofenol rozpuszcza się w gorącym alkoholu pod chłodnicą zwrotną i dodaje się kroplami wodę do chwili gdy pojawi się zmętnienie, po czym pozostawia do ostygnięcia. Jaskrawożółte kryształy odsącza się i suszy między arkuszami bibuły.

Nie zaleca się dodawania do surowego p-nitrofenolu roztworu wodorotlenku sodu, w celu przeprowadzenia g

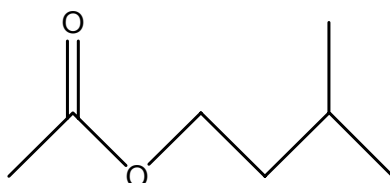
5.6. DESTYLACJA PRÓŻNIOWA

Wymagania teoretyczne:

- Podstawy teoretyczne destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem,
- zasady montażu aparatury,
- zasady bezpiecznej pracy,
- sposoby wytwarzania próżni w laboratorium i pomiaru ciśnienia,
- wytwarzanie, osuszanie i wprowadzanie substancji gazowych do mieszaniny reakcyjnej,
- praca z substancjami szkodliwymi i trującymi.

ĆWICZENIE 6.1 - OCZYSZCZANIE OCTANU IZOAMYLOWEGO

ODCZYNNIKI	SPRZĘT	
octan izoamylowy	kolba okrągłodenne	250 ml
	kosz grzejny	
	zestaw do destylacji próżniowej	

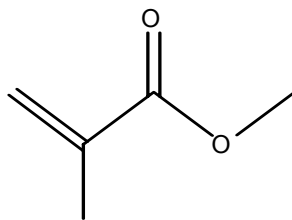


Octan izoamylowy (otrzymany podczas ćwiczenia 2.4) umieszcza się w kolbie okrągłodennej o poj. 250 ml. Montuje się zestaw do destylacji próżniowej. Zawartość kolby należy przedestylować, zbierając kolejno przedgon, destylat i pogon, notując zmiany ciśnienia i temperatury w czasie. Należy również zmierzyć wartość współczynnika załamania światła dla destylatu i porównać z danymi literaturowymi oraz wartością odpowiednią dla preparatu nie oczyszczonego. Należy porównać temperaturę, w której pary destylatu ulegały skraplaniu podczas destylacji prostej i próżniowej.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964

ĆWICZENIE 6.2 - OCZYSZCZANIE METAKRYLANU METYLU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
metakrylan metylu	70 ml	kolba okrągłodenne	100 ml
NaOH, roztwór 10 %	150 ml	kosz grzejny	
woda		zestaw do destylacji próżniowej	
NaSO ₄ , bezwodny		rozdzielacz	200 ml
CuCl (niekoniecznie)	ok. 0.2g		

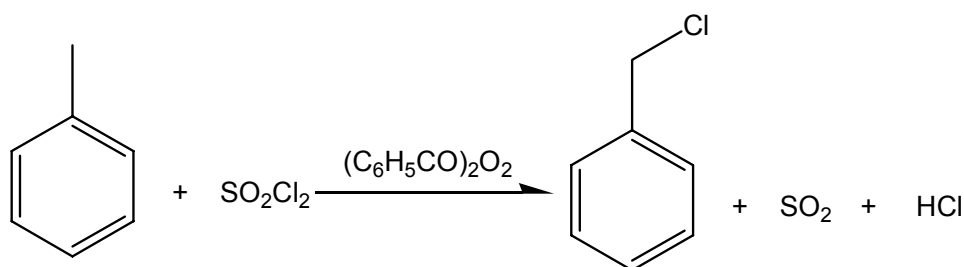


Stabilizowany metakrylan metylu wytrząsamy z równą ilością 10 % wodnego roztworu wodorotlenku sodu i tą operację powtarzamy 2 – 3 razy. Następnie przemywamy monomer wodą, aż do uzyskania odczynu obojętnego. Monomer suszymy nad bezwodnym siarczanem sodu (ok. ½ godziny), sączymy, dodajemy stabilizator w postaci CuCl i destylujemy w atmosferze azotu pod zmniejszonym ciśnieniem. Temperatura wrzenia przy 60 Torr wynosi 33 – 35 °C.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964

ĆWICZENIE 6.3 – CHLOROWANIE TOLUENU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
toluen	26.5 ml	kolba okrągłodenna	100 ml
	10.25		
chlerek siarkowy (świeżo destylowany)	ml	kosz grzejny	
		chłodnica zwrotna	
		zestaw do destylacji	
nadtlenek benzoilu	0.25 g	próżniowej	
		podnośnik	



W kulistej kolbie o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w sprawną chłodnicę zwrotną, umieszcza się 92 g (106 ml) toluenu, 68 g (41 ml) świeżo przedestylowanego chlorku siarkowego i 1 g nadtlenku benzoilu. Po łagodnym ogrzaniu do wrzenia zaczyna się gwałtowna reakcja, która przebiega całkowicie w ciągu 30 minut. Mieszaninę reakcyjną przelewa się do kolby Claisena i destyluje początkowo pod ciśnieniem atmosferycznym, a gdy temperatura wzrośnie do 135 – 140 °C, pozostałość destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem, zbierając chlorek benzyli w temperaturze 64 – 69 °C. Otrzymuje się 50 g produktu.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa. 1964. str. 548-549.

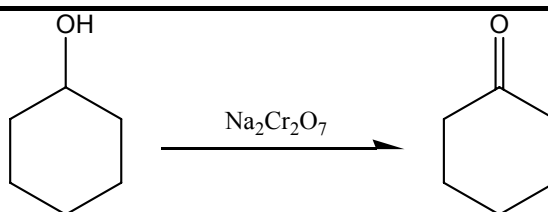
5.7. EKSTRAKCJA

Wymagania teoretyczne:

- podstawy teoretyczne procesu ekstrakcji,
- rodzaje ekstrakcji i aparatura, zastosowanie ekstrakcji,
- wysalanie,
- oczyszczanie rozpuszczalników organicznych.

ĆWICZENIE 7.1 – OTRZYMYWANIE CYKLOHEKSANONU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
Na ₂ Cr ₂ O ₇ x 2 H ₂ O	51 g	kolba okrągłodenna	250 ml
H ₂ SO ₄ , stężony	24 ml	kosz grzejny	
cykloheksanol	25 g	zestaw do destylacji	
NaCl	30 g	zestaw do sączenia	
eter dietylowy	30 ml	rozdzielacz	
Na ₂ SO ₄ lub MgSO ₄	6 g	łaźnia wodna	



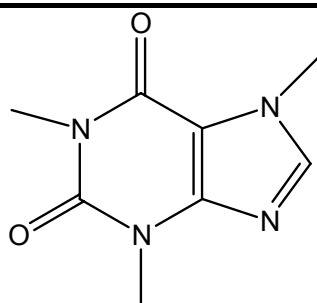
W zlewce o pojemności 600 ml rozpuszcza się 51 g dwuwodnego dwuchromianu sodu w 250 ml wody i dodaje ostrożnie, ciągle mieszając, 44 g (24 ml) stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę pozostawia do ostygnięcia. W kolbie stożkowej lub kolbie z płaskim dnem o pojemności 500 ml umieszcza się 25 g cykloheksanolu i dodaje od razu cały roztwór dwuchromianu. Mieszaninę wytrząsa się aby zapewnić dokładne wymieszanie i bada jej temperaturę. Podczas procesu utleniania wydziela się znaczna ilość ciepła. Gdy temperatura wzrośnie do 55 °C kolbę chłodzi się w naczyniu z zimną wodą lub w strumieniu wody z kranu. Chłodzenie zewnętrzne musi być intensywne aby utrzymać temperaturę zawartości kolby między 55 i 60 °C. Gdy, mimo zaprzestania chłodzenia, temperatura mieszaniny nie wzrasta powyżej 60 °C, wówczas pozostawia się kolbę na 1 godzinę, wytrząsając ją co jakiś czas.

Mieszaninę reakcyjną przelewa się do kolby kulistej o pojemności 1 l, dodaje 250 ml wody i zawartość destyluje. Zbiera się ok. 125 ml destylatu (2 warstwy). Destylat wysyca się solą (ok. 30 g) i oddziela górną warstwę cykloheksanonu. Warstwę wodną ekstrahuje się jeszcze 25 – 30 ml eteru i ekstrakt eterowy łączy się z warstwą cykloheksanonu. Całość suszy się 6 g bezwodnego siarczanu sodu lub magnezu. Eter oddestylowuje się podgrzewając kolbę w łaźni wodnej. Pozostałą ciecz destyluje się w łaźni powietrznej lub na siatce i jako cykloheksanon zbiera się frakcję o temperaturze wrzenia 153 – 156 °C. Wydajność 16 g.

Literatura A. Vogel, Preparatyka organiczna. WNT, Warszawa. 1964, str. 341.

ĆWICZENIE 7.2 - WYDZIELANIE KOFEINY Z HERBATY

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
herbata (najlepiej zielona)	25 g	kolba okrągłodenna	250 ml
woda		kosz grzejny	
octan ołowiu, 0.3 M roztwór	50 ml	chłodnica zwrotna	
H ₂ SO ₄ , 2 M roztwór		zestaw do sączenia	
NH ₄ OH, 2 M roztwór		rozdzielacz	
węgiel aktywny	2.5 g		
	2 x 20		
chloroform	ml		



Kofeina, heterocykliczna zasada (C₈H₁₀N₄O₂) znajduje się w kawie, herbacie i innych napojach (np. cola, napoje energetyczne). Metoda ekstrakcji zależy od rozpuszczalności w chloroformie. Ekstrakcja z herbaty przebiega lepiej, gdyż rzadziej tworzą się emulsje, a zanieczyszczenia mają słabsze zabarwienie.

W zlewce należy zważyć około 50 g herbaty, dodajemy 200 ml wody i ogrzewamy do wrzenia. W stanie delikatnego wrzenia utrzymujemy przez 15 minut. Odfiltrowujemy części stałe i przemywamy małą ilością gorącej wody. Filtrat ogrzewamy do wrzenia i dodajemy 100 ml 0,3 molowego roztworu octanu ołowiu aby wytrącić kwasy i albuminę. Osad należy odfiltrować pod zmniejszonym ciśnieniem. Do filtratu dodajemy 2 molowy kwas siarkowy aby usunąć jony ołowiu. Osad siarczanu ołowiu należy odsączyć. Dodając 2 molowy roztwór amoniaku do filtratu doprowadzamy go do odczynu obojętnego, a następnie odparowujemy do około 100 ml. Lekko schładzamy, dodajemy 5 g węgla aktywnego i ostrożnie ogrzewamy do wrzenia. Odfiltrowujemy od węgla.

Ekstrahujemy filtrat dwoma 40ml porcjami chloroformu, unikając intensywnego wytrząsania, które może spowodować wytworzenie emulsji. Łączymy oba ekstrakty (porcje chloroformu) i suszymy bezwodnym siarczanem sodu.

Oddestylowujemy większość chloroformu i odparowujemy do sucha w zlewce (pod wyciągiem !). Powinniśmy otrzymać 1 g kofeiny. Rekrystalizacja z gorącej wody daje produkt o temp. Topnienia 234 – 236.5 °C.

Literatura: P.G. Rendle, M.D.W. Vokins, P.M.H. Davis „Experimental chemistry. A laboratory manual”, London 1969, str. 91.

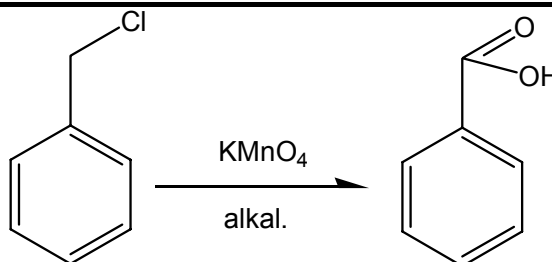
5.8. SUBLIMACJA

Wymagania teoretyczne:

- podstawy teoretyczne sublimacji,
- aparatura, zastosowanie.

ĆWICZENIE 8.1 – OTRZYMYWANIE I OCZYSZCZANIE KWASU BENZOESOWEGO

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
węglan sodu	4 g	kolba kulista	500 ml
woda	200 ml	kosz grzejny	
nadmanganian potasu	9 g	chłodnica zwrotna	
chlerek benzylu	4.5 ml	zestaw do sączenia	
		rozdzielacz	
		zestaw do sublimacji	



W kolbie kulistej z szeroką szyją o pojemności 500 ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, umieszcza się 4 g bezwodnego węglanu sodu, 200 ml wody i 9 g nadmanganianu potasu, a także 5 g (4.5 ml) chlorku benzylu. Mieszaninę utrzymuje się w temperaturze łagodnego wrzenia do zakończenia reakcji (60 – 90 minut), gdy znikną w chłodnicy oleiste krople niezmiennego chlorku benzylu. Wytrąca się dwutlenek manganu.

Po ostudzeniu roztwór zakwasza się stężonym kwasem siarkowym i dodaje, energicznie wstrząsając, nasycony roztwór kwasu szczawowego, aż cały dwutlenek manganu rozpuści się i pozostanie jedynie bezbarwny osad kwasu benzoesowego. Osad odsącza się za pomocą pompy, przemywa zimną wodą i oczyszcza przez sublimację.

W palcu chłodzącym umieszcza się kwas benzoesowy. Montuje się aparaturę do sublimacji. Zanieczyszczony kwas benzoesowy poddaje się ogrzewaniu kosze grzejnym. Po osiągnięciu odpowiedniej temperatury kwas (ciało stałe) zaczyna przechodzić w stan lotny - sublimuje. Pary kwasu benzoesowego osadzają się na palcu chłodzącym (resublimacja). Otrzymuje się oczyszczony kwas benzoesowy w postaci bezbarwnych igieł o temp. topnienia 121,5 °C.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT Warszawa, 1964, str. 772.

UWAGI:

Należy zmierzyć t.t. zanieczyszczonego i oczyszczonego kwasu benzoesowego.

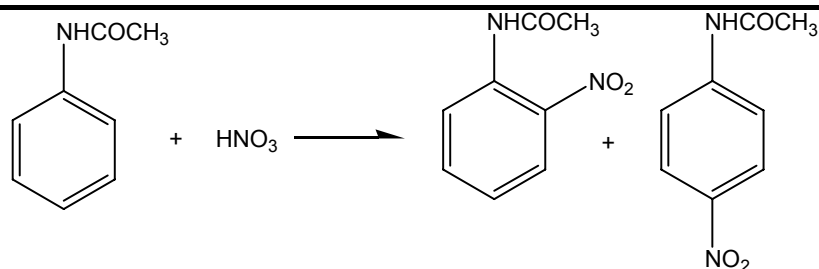
5.9. CHROMATOGRAFIA

Wymagania teoretyczne:

- chromatografia kolumnowa, cienkwarstwowa, bibułowa, gazowa, cieczowa,
- podstawy teoretyczne, zastosowanie, sposoby przygotowania nośnika, nanoszenie substancji na nośnik,
- eluenty, szereg eluotropowy,
- wywoływanie chromatogramów,
- zastosowanie technik chromatograficznych,
- temperatura topnienia i krzepnięcia substancji, oznaczanie temperatury topnienia.

ĆWICZENIE 9.1 – NITROWANIE ACETANILIDU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT
kwas octowy lodowaty	1 ml	zimny palec
acetanilid	1 g	termometr
H ₂ SO ₄ , stężony	2 ml	zestaw do sączenia
HNO ₃	0.4 ml	komora chromatograficzna
alkohol		plytki chromatograficzne



W probówce zaopatrzonej w „zimny palec” umieszczamy 1 ml lodowatego kwasu octowego i 1 g sproszkowanego acetanilidu. Energicznie wstrząsamy i dodajemy 2 ml stężonego kwasu siarkowego. Mieszaninę chłodzimy pod bieżącą wodą. Kroplami dodajemy 0.4 ml dymiącego kwasu azotowego, chłodząc cały czas – temperatura nie może wzrosnąć ponad 20 °C. Po dodaniu całego kwasu pozostawić na 20 min. Do probówki dodać kawałki lodu, a następnie zimnej wody. Wytrąca się nitroacetanilid. Pozostawić na 10 min i odfiltrować, przemywając jasno-żółty osad zimną wodą i na końcu trzema kroplami alkoholu. Wysuszyć.

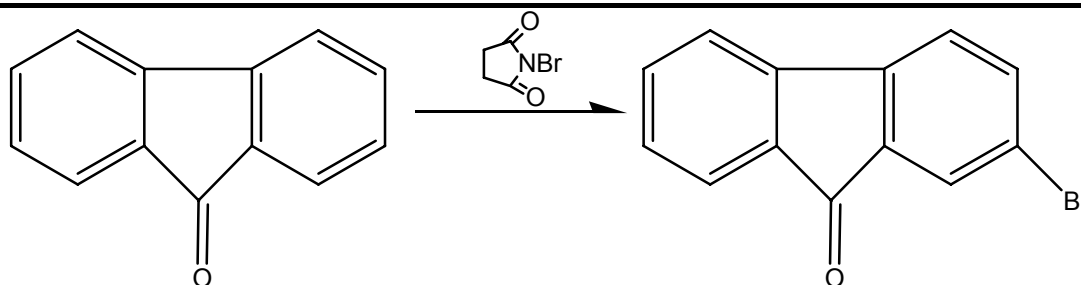
Z powstałego osadu należy sporządzić chromatogram metodą chromatografii cienkwarstwowej (TLC) porównując do wzorca (p-nitroacetanilidu).

Otrzymany osad należy rozpuścić w etanolu dobrze mieszając. Rekrytalizacja powoduje rozpuszczenie formy orto-, natomiast p-nitroacetanilid pozostaje w formie żółtego osadu. Otrzymany osad należy ponownie odsączyć przemywając zimną wodą. Z powstałego osadu należy ponownie sporządzić chromatogram (TLC) porównując do wzorca (p-nitroacetanilidu).

Literatura: J. H. Wilkinson, „Semi-micro organic preparations” 1954, s. 75.

ĆWICZENIE 9.2 – OTRZYMYWANIE 2-BROMOFLUORENONU

ODCZYNNIKI		SPRZĘT	
węglan sodu	4 g	kolba kulista	500 ml
woda	200 ml	kosz grzejny	
nadmanganian potasu	9 g	chłodnica zwrotna	
chlerek benzylu	4.5 ml	zestaw do sączenia	
		rozdzielacz	
		zestaw do sublimacji	



0.02 mola N-bromoimidu kwasu bursztynowego (NBS) dodawać powoli do roztworu 0.02 moli fluorenonu w 150 ml 70 % kwasu siarkowego, tak aby temperatura nie przekraczała 40 °C. Po dodaniu całej ilości NBS-u utrzymywać mieszaninę reakcyjną w tej temperaturze przez 1 godzinę. Produkt wylać do wody i odsączyć. Po wysuszeniu lub krystalizacji z etanolu surowy produkt należy oczyścić na kolumnie wypełnionej tlenkiem glinu (eluent: etanol) lub wypełnionej żelam krzemionkowym (eluent: chloroform/heksan – 1:5). Ilość wypełniacza kolumny powinna wynosić 100 razy więcej niż masa mieszaniny rozdzielanej. Po połączeniu frakcji zawierających 2-bromofluorenon (w układzie dla TLC: chloroform/heksan – 1:1, na płytkach z żelam krzemionkowym spośród trzech żółtych frakcji najmniejszą wartość R_f posiada nie przereagowany substrat – fluorenon, nieco większą 2-bromofluorenon, a największą 2,7-dibromofluorenon, który powstaje jako produkt uboczny) i odparowaniu rozpuszczalnika otrzymujemy produkt o temperaturze topnienia 148 °C. 2,7-dibromofluorenon topi się w temperaturze 199 – 200 °C.

Literatura: A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa 1964.

UWAGI:

Przyjąć skalę syntezy 0.005 M.

6. Analiza substancji chemicznej.

Aby zidentyfikować substancję chemiczną, będącą związkiem organicznym, należy:

- oznaczyć właściwości fizykochemiczne, takie jak: postać (stan skupienia), barwa, zapach (ostrożnie!), odczyn, temperatura topnienia, temperatura wrzenia, współczynnik załamania światła, gęstość lub lepkość, rozpuszczalność w różnych cieczach itd.,
- przeprowadzić próbę spalania,
- zanalizować wyniki badań spektroskopowych, takich jak: IR, NMR, MS, UV/Vis, oraz innych,
- oznaczyć skład procentowy poszczególnych pierwiastków metodą analizy elementarnej,
- wykonać reakcje identyfikacyjne dla grup funkcyjnych obecnych w danej substancji.

Na podstawie zgromadzonych informacji można wysnuć wnioski co do struktury chemicznej badanej substancji. Aby mieć całkowitą pewność, należy je porównać z danymi literaturowymi, dotyczącymi danego związku chemicznego.

6.1. Badania wstępne.

Postać badanej substancji, jej stan skupienia, może dostarczyć wiele cennych informacji, na podstawie których można zawęzić zakres poszukiwań. Jeśli substancja jest cieczą warto określić w przybliżeniu jej gęstość. W tym celu należy zważyć niewielką, znaną objętość substancji, np. 5 cm³ i dokonać stosownych obliczeń lub porównać ją z gęstością wody.

Barwa i zapach, to ważne cechy preparatu. Wiele związków organicznych ma charakterystyczny zapach (niższe homologi estrów, ketonów, aldehydów, alkoholi, nitryli, węglowodorów alifatycznych, aromatycznych, fenoli), który może być pomocny w zakwalifikowaniu badanej próbki do odpowiedniej klasy związków.

Próba rozpuszczalności umożliwia zaszeregowanie badanego związku do określonej grupy rozpuszczalności, a przez to zmniejsza liczbę koniecznych do wykonania reakcji charakteryzujących obecne w związku grupy funkcyjne.

Przeprowadza się ją w następujący sposób: około 0,1g substancji stałej lub 0,2 cm³ cieczy zadaje się 3 cm³ określonego rozpuszczalnika. Rozpuszczalnik wprowadza się stopniowo (po 1 cm³), energicznie za każdym razem wstrząsając i obserwuje czy próbka rozpuściła się całkowicie w 3 cm³ rozpuszczalnika.

Należy zaznaczyć, że związki o długich łańcuchach alifatycznych, posiadające wiele skondensowanych pierścieni, wielofunkcyjne lub o dużej masie cząsteczkowej mogą dawać wyniki niejednoznaczne.

Charakterystykę związków ze względu na ich rozpuszczalność podano w tabeli poniżej.

Podział związków organicznych na grupy rozpuszczalności.		
Grupa rozpuszczalności	Rozpuszczalnik i rozpuszczalność	Związki organiczne
I	rozp. w wodzie i bezwodnym eterze dietylowym	niższe człony homologiczne: alkohole, aldehydy, ketony, kwasy, estry, nitryle; niektóre aminy, fenole (polihydroksylowe) i bezwodniki
II	rozp. w wodzie, nierozp. w eterze	kwasy polihydroksylowe, hydroksykwasy, glikole, alkohole polihydroksylowe, cukry, kwasy sulfonowe i sulfonowe, sole; niektóre amidy, aminoalkohole, poliaminy
II A	rozp. w 5% NaOH i 5% NaHCO ₃ , nierozp. w wodzie	kwasy karboksylowe, kwasy sulfonowe, fenole z podstawnikami elektronoakceptorowymi (np. nitrowymi), niektóre aminokwasy
III	rozp. w 5% NaOH, nierozp. w wodzie i w 5% NaHCO ₃	fenole, b-diketony i b-ketonoestry pierwszo- i drugorzędowe nitrozwiązki, oksymy, tiofenole, tiole, sulfonoamidy (z wyjątkiem pochodnych amin drugorzędowych)
IV	rozp. w 5% HCl, nierozp. w wodzie	aminy pierwszorzędowe, drugorzędowe aminy alifatyczne i alifatyczno-aromatyczne, trzeciorzędowe aminy alifatyczne i alifatyczno-aromatyczne, hydrazyny
V	rozp. w stęż. H ₂ SO ₄ , nierozp. w wodzie	związki nie zawierające N i S: węglowodory nienasycone, alkohole, aldehydy, ketony, estry, aktony, bezwodniki, etery, acetale, chlorki kwasowe, niektóre: alkilowane węglowodory aromatyczne
VI	nierozp. w stęż. H ₂ SO ₄	związki nie zawierające N i S: nasycone węglowodory alifatyczne, cykloalkany, węglowodory aromatyczne, pochodne chlorowcowe węglowodorów, etery diarylowe
VII		związki zawierające N i S i nie należące do grup od I do VI: nitrozwiązki aromatyczne i trzeciorzędowe, amidy, nitryle, aminy z dwoma lub trzema podstawnikami aromatycznymi, związki nitrozo, azoksy, azo i hydrazo, sulfotlenki, sulfony, sulfonoamidy amin drugorzędowych, tioetery, niektóre: aminy z podstawnikami elektronoakceptorowymi

W przypadku niektórych związków należących do I i II grupy rozpuszczalności i będących solami można z powodzeniem wykonać testy na obecność jonów siarczanowych, fosforanowych i chlorowcowych.

Próba spalania pozwala na dość dobre zaszeregowanie badanej substancji do odpowiedniej grupy substancji organicznych. Ponadto, uzyskuje się dodatkowe informacje o pewnych własnościach cząsteczki, takich jak: silnie utleniających lub wybuchowych (gwałtowne palenie), obecności w cząsteczce dużej liczby atomów węgla (palne po wyjęciu z płomienia), dużej liczby heteroatomów oraz halogenków (gaśnie po wyjęciu z płomienia), układów aromatycznych (kopący płomień), atomów tlenu (niebieskawy płomień), litowców lub berylowców (różna barwa płomienia).

Próbe spalania przeprowadza się wprowadzając od 0,02 do 0,1g substancji umieszczonej na łyżeczce metalowej lub drucie platynowym do płomienia palnika. Początkowo łyżeczkę (drut) ogrzewa się łagodnie i obserwuje się zachowanie substancji podczas ogrzewania: łatwość topienia się substancji stałych, lotność cieczy, wydzielanie wody, rozkład substancji, adhezja.

Istotnym elementem analizy, wykluczającym w dużym stopniu pomyłkę podczas identyfikacji związku jest oznaczenie, w miarę możliwości, jego temperatury topnienia i/lub wrzenia.

Jeżeli mamy do czynienia z cieczą, która jest substancją optycznie czynną, należy zmierzyć współczynnik załamania światła, mówiący o jej skręcalności optycznej.

O ile to możliwe, przeprowadza się analizę spektroskopową badanych związków organicznych. Szczególnie przydatne są: spektroskopia w podczerwieni (IR), spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (^1H i ^{13}C NMR) oraz spektrometria masowa (MS). Analizy takie mogą być wykonane nawet na przyrządach o stosunkowo małej rozdzielczości. Na podstawie uzyskanych wyników otrzymujemy informacje dotyczące struktury i obecności grup funkcyjnych. Informacje te powinny potwierdzać wnioski z badań przeprowadzonych w laboratorium.

6.2. Niektóre reakcje charakterystyczne – identyfikacja grup funkcyjnych.

Reakcje charakterystyczne identyfikujące grupy funkcyjne obecne w badanym związku umożliwiają bezpieczne zakwalifikowanie go do odpowiedniej klasy związków. Reakcje te przeprowadza się w rutynowy sposób opisany w różnych podręcznikach poświęconych analizie jakościowej lub preparatyce organicznej. W tabeli poniżej przedstawiono reakcje charakterystyczne:

Identyfikowana gr. związków	Reakcja	Przepis	Wynik reakcji
węglowodory	reakcja z bromem	1-2 krople wytrząsa się z kroplą 2% roztworu Br w CCl_4 ; po naświetlaniu UV: po ogrzaniu i dodaniu kawałka AlCl_3 :	odbarwienie: alkeny lub alkiny, odbarwienie: alkanany, cykloalkany, odbarwienie: w. aromatyczne
	reakcja z kwasem siarkowym	1-2 krople wytrząsa się z kilkoma kroplami stężonego kwasu; po ostrożnym ogrzaniu:	nie ulegają zmianie: w. alifatyczne i aromatyczne, rozpuszczają się z wydzielaniem ciepła i zesmolaniem: w. nienasycone w. aromatyczne, rozpuszczają się
	reakcja z kwasem azotowym	1-2 krople miesza się ostrożnie z 1-2 kroplami dymiącego kwasu	reagują gwałtownie dając produkty zesmolenia: w. nienasycone, reagują spokojnie, dając żółte nitrozwiązki: w. aromatyczne, nie reagują: alifatyczne

	reakcja z KMnO_4	do 2-3 kropli 0.5% roztworu soli zakwaszonego 1 kroplą 5% kwasu siarkowego dodaje się 1 kroplę węglowodoru i wytrząsa kilka minut, po ogrzaniu:	odbarwienie: w. nienasycone, odbarwienie: w. aromatyczne, nie ulegają zmianie: w. nasycone
chlorowcopochodne	reakcja z alkoholowym roztworem KOH	2-3 krople substancji (szczyptę) ogrzewa się 15 min. z 2 ml 0.5 N KOH w etanolu	większość halogenków alkilowych daje krystaliczny osad halogenku potasu
	reakcja z alkoholowym roztworem AgNO_3	2-3 krople substancji (szczyptę) wytrząsa się z 2 ml alkoholowego roztworu azotanu srebra	jodki alkilowe dają natychmiast osad AgJ , bromki reagują po 2-5 min., chlorki na zimno b. słabo reagują, reaktywność rośnie z rzędowością !
	anilidy i naftalidy	do eterowego roztworu związku dodaje się porcjami (oszacować ilość) izocyjanianu fenylu lub naftyłu w niewielkiej ilości suchego eteru, mieszaninę wytrząsa się kilkanaście minut, następnie dodaje porcjami nadmiar 1N HCl, chłodząc mieszaninę, frakcję eterową rozdziela się i suszy siarczanem magnezu i odparowuje eter, surowy anilid krystalizuje się z alkoholu, benzenu lub eteru naftowego	bada się temperaturę topnienia pochodnych i porównuje z danymi tablicowymi
alkohole i fenole	reakcja z bromem w CCl_4	do 0.1g (0.2 ml) substancji dodaje się 2ml CCl_4 , następnie kroplami wytrząsając - 5% roztwór bromu w CCl_4 , do trwałego czerwonego zabarwienia (nadmiar bromu)	odbarwienie roztworu z wydzieleniem HBr (obecność dymów przy dmuchnięciu na wylot probówki, zmiana barwy papierka wskaźnikowego): fenole
	reakcja z chlorkiem żelazowym	do 0.1g związku w 0.5 ml chloroformu dodaje się 0.5 ml roztworu chlorku żelazowego (1g FeCl_3 z 8 ml pirydyny w 100 ml chloroformu)	barwa od czerwonej poprzez zieloną, do niebieskiej: większość związków fenolowych i enolowych; wyjątki: hydrochinon, większość nitrofenoli; zabarwienie dają też: oksymy, arylohydrazyny i fenylenodwuaminy
	reakcja z azotanem cerowo-amonowym	0.1 g związku rozpuszcza się w 3 ml wody lub minimalnej ilości dioksanu wolnego od alkoholu (ślepa próba), dodaje się 1 ml roztworu azotanu (25% roztwór w 2 N HNO_3) i wytrząsa	czerwone zabarwienie: alkohole poniżej C_{10} , także hydroksykwas i ketony, niektóre aminy aromatyczne, pochodne tiofenu
	próba Lucasa (rzędowość alkoholi)	do 1 ml alkoholu dodaje się 8 ml odczynnika Lucasa (32g bezw. ZnCl_2 w 20 ml stęż.HCl), zamyka korkiem i wytrząsa, notuje się po jakim czasie pojawia się emulsja lub druga warstwa	mętnienie lub rozwarstwianie roztworu powstaje od razu: alkohol III-rzędowy, mętnienie lub rozwarstwianie roztworu powstaje po ok.. 5 minutach: alkohol II-rzędowy,

			nie reaguje: alkohol I-rzędowy
	reakcja z kwasem chromowym	alkohol rozpuszcza się w CCl_4 lub eterze naftowym i dodaje się nadmiar st. CrO_3	powstanie estrów kwasu chromowego o barwie wiśniowej lub ciemnoczerwonej alkohol III-rzędowy, niektóre dają jasnożółte zabarwienie: alkohole II-rzędowe, łatwo utleniające się dają barwę zieloną: niektóre alkohole I- i II-rzędowe
	otrzymywanie p- i 3,5-dwunitrobenzoesanów	mieszaninę 1g chlorku kwasu 3,5-dwunitrobenzoesowego lub p-nitrobenzoesowego, 10 ml suchego benzenu, 1g (lub 1ml) związku i 5 ml suchej pirydyny ogrzewa się do wrzenia przez 30 min., po ochłodzeniu dodaje eteru; roztwór przemywa się kolejno rozc. HCl , rozc. NaOH i wodą, odparowuje eter, a pozostałość krystalizuje z alkoholu, benzenu lub eteru naftowego	
	otrzymywanie fenylo- i naftylouretanów	do 1g suchego związku dodaje się 0.5g izocyjanianu fenylu lub naftyłu, po ogrzaniu w łaźni rezejnej ($100\text{ }^\circ\text{C}$) przez kilka minut: w przypadku nitrofenoli dodaje się trochę eterowego roztworu trójetyloaminy lub pirydyny przed ogrzewaniem	powstanie osad, reakcja egzotermiczna: alkohol I-rzędowy, powstanie osad: alkohol II-rzędowy, uretany tworzą się z bardzo małą wydajnością, powoli: alkohol III-rzędowy
etry, acetale i tlenki	próba jodowa na zawartość tlenu	do 0.5 ml eteru lub jego roztworu w rozpuszczalniku beztlenowym dodaje się 1 ml jasnopurpurowego roztworu jodu w CCl_4	zmiana barwy na brązową wskazuje na: obecność tlenu, próba daje pozytywny wynik gdy: brak innych heteroatomów, niektóre węglowodory dają barwę jasnobrazową
	rozszczerzenie eterów alifatycznych HJ	eter ogrzewa się do wrzenia w ciągu 3-4 h z pięciokrotną objętością HJ o stałej temp. wrzenia, następnie dodaje się czterokrotną objętość wody i jodek alkilowy destyluje się z parą wodną, warstwę organiczną następnie destyluje się małą ilością eteru,	po wysuszeniu ekstraktu identyfikuje się uzyskany jodek alkilowy
	rozszczerzenie eterów alifatycznych symetrycznych chlorkiem 3,5-dwunitrobenzoilu	1 ml eteru, 0.1g bezw. chlorku cynku i 0.5g chlorku 3,5-dwunitrobenzoilu gotuje się przez 1 h, a następnie chłodzi dodaje się 10 ml 5% roztworu węglaanu sodu, ogrzewa do wrzenia, chłodzi i odsącza osad, który przemywa się 5% roztworem węglaanu sodu i wodą,	

		odciśnięty osad ogrzewa się z CCl_4 do wrzenia i sączy na gorąco	
	elektrofilowa substytucja w pierścieniu	z eterów aromatycznych lub alifatyczno-aromatycznych można otrzymywać pochodne krystaliczne na drodze nitrowania, bromowania lub otrzymywać pochodne sulfamidowe	
	hydroliza acetalu	ogrzewa się 1g acetalu z 5 ml 2% HCl do 5 minut (dla związków o małym ciężarze cząst.), do ok. 1h (dla związków o dużej cząsteczce), gdy hydroliza zachodzi trudno stosuje się dodatek dioksanu	powstałe aldehydy lub ketony charakteryzuje się za pomocą właściwych im reakcji
	hydroliza epitlenków	epitlenki ulegają hydrolizie w rozcieńczonych roztworach kwasów i zasad	identyfikuje się powstałe w reakcji alkohole
aldehydy, ketony i chinony	reakcja z 2,4-dwunitro- fenylohydrazyną (dla aldehydów i ketonów)	do 1-2 kropli (0.05-0.1g) substancji dodaje się 3 ml rozc. roztworu siarczanu 2,4-dwunitrofenylohydrazyny (2g rozpuszcza się w 15 ml stęż. kwasu siarkowego, dodaje się mieszając 150 ml 95% etanolu i rozcieńcza wodą do 500 ml) i mocno wytrząsa	zazwyczaj powstaje pomarańczowy lub żółty osad 2,4-dwunitrofenylo- hydrazonu, jeśli osad nie powstaje, należy podgrzać mieszaninę w łaźni wodnej przez 5 minut
	reakcja Schiffa (dla aldehydów)	kroplę (lub 0.05g) aldehydu rozpuszcza się w czystym alkoholu i dodaje 1ml odczynnika Schiffa (kwas bis-N-amino- sulfonowy, uzyskany przez odbarwienie fuksyny za pomocą dwutlenku siarki) nie ogrzewać !	barwa purpurowo-fioletowa: reakcja z aldehydami, zabarwienie czerwone nie świadczy o aldehydzie, reakcja bardzo czuła, wrażliwa na zanieczyszczenia
	próba Tollensa (dla aldehydów)	do roztworu 0.1g aldehydu dodaje się 2 ml odczynnika Tollensa	aldehydy redukują odczynnik do srebra (lustro srebrne lub czarny osad), aldehydy nierozpuszczalne w wodzie redukują się powoli i konieczne jest wtedy ogrzanie w łaźni, próbę Tollensa dają również: mrówczany, winiany, laktony, dwuketony, hydroksyketony, pewne chinony, pewne fenole, kilka prostych ketonów i niektóre alkohole
	próba Legala (dla ketonów)	2 krople wodnego lub alkoholowego roztworu ketonu miesza się z 2 kroplami świeżego 5% roztworu nitroprusydku sodu i dodaje nadmiar 2 N NaOH	brunatno-czerwone zabarwienie dają: ketony z nitroprusydkiem
	próba jodoformowa (dla metyloketonów)	do 0.1g związku lub jego roztworu w wodzie lub dioksanie (wolny od zanieczyszczeń) dodaje się 1ml 10%roztworu NaOH oraz roztwór jodu	powstaje żółty osad jodoformu, reakcja również zachodzi z użyciem

		w KJ (100g KJ i 50g jodu rozpuszcza się w 500 ml wody) aż do zabarwienia jodem nie znikającym podczas wstrząsania	aldehydu octowego i alkoholi drugorzędowych
	reakcja z fenylohydrazyną lub p-nitrofenylohydrazyną (dla aldehydów i ketonów)	mieszaninę 0.5g substancji i 0.5g fenylohydrazyny lub p-nitrofenylohydrazyny, 5 kropeł kwasu octowego i 15 ml etanolu ogrzewa się do wrzenia w ciągu kilku minut i ochładza, jeśli osad się nie wydziela, dodaje się wodę do zmętnienia, ogrzewa się ponownie, by uzyskać klarowny roztwór i schładza się, osad krystalizuje się z etanolu	wydziela się często barwny, fenylo- lub p-nitrofenylohydrazon w postaci ciała stałego lub oleju
	reakcja z dimedonem (dla aldehydów)	do 0.2g aldehydu dodaje się roztwór stechiometrycznej ilości dimedonu w 20 ml 50% etanolu i mieszaninę ogrzewa się do lekkiego wrzenia 5-10minut (można dodać 1 kroplę piperydyny)	wydziela się stały produkt kondensacji
	reakcja z hydroksyloaminą (dla aldehydów i ketonów)	0.5 g chlorowodoru hydroksyloaminy i 0.5 g krystalicznego octanu sodu (w przypadku ketonów aromatycznych należy użyć 1g NaOH) rozpuszcza się w 2 ml wody i dodaje się 0.5 g związku karbonylowego oraz tyle alkoholu, aby uzyskać klarowny roztwór, mieszaninę ogrzewa się do wrzenia w ciągu 10 min. i chłodzi pocierając ścianki naczynia pałeczką szklaną celem zapoczątkowania krystalizacji, wydzielony oksym krystalizuje się z alkoholu	Wydzielony oksym analizuje się
	utlenianie aldehydów do kwasów nadmanganianem potasu	do roztworu lub zawiesiny 1g aldehydu w 10-20 ml wodnego roztworu węglanu sodu dodaje się kroplami podczas wstrząsania nasycony roztwór nadmanganianu potasu, aż do utrzymania się trwałego czerwonego zabarwienia po czym odsącza się wydzielony dwutlenek manganu, a przesącz zakwasza się rozcieńczonym kwasem siarkowym, wydzielony kwas krystalizuje z wody lub innych rozpuszczalników, jeżeli kwas nie wydziela się z roztworu, ekstrahuje się go eterem lub chloroformem	wydzielony kwas identyfikuje się metodami dla kwasów organicznych
	reakcja z odczynnikiem Fehlinga (dla aldehydów)	2 ml odczynnika Fehlinga z 3 kroplami aldehydu lub 1 ml jego roztworu wodnego (obojętnego) ogrzewa się w łaźni wodnej, Odczynnik Fehlinga to dwa roztwory	wytrącenie się czerwonego osadu tlenku miedziawego: obecność aldehydu, z odczynnikami Fehlinga reagują: cukry redukujące, laktony, niektóre

		(A i B) bezpośrednio zmieszane przed użyciem, w równej objętości, A: rozpuszcza się 34,6g siarczynu miedzi w wodzie, zawierającej kilka kropli rozcieńczonego kwasu siarkowego i uzupełnia wodą do 500 ml; B: rozpuszcza się 173g winianu sodowo-potasowego (sól Seignetta) i 70g NaOH w wodzie i uzupełnia wodą do 500 ml	fenole wielowodorotlenowe, aminofenole, pewne estry kwasów alifatycznych, haloformy, hydroksyketony, zasady redukujące, np. hydrazyny, substancje słabo rozpuszczalne w wodzie mogą reagować powoli
	reakcja z o-fenylendwuaminą (dla o-chinonów)	rozpuszcza się oddzielnie różne ilości wagowe chinonu i o-fenylendwuaminy w minimalnej ilości wrzącego kwasu octowego i miesza się te roztwory, po ochłodzeniu i rozcieńczeniu wodą wytrąca się krystaliczny osad alinyksaliny, który krystalizuje się z kwasu octowego	
kwasy karboksylowe	odczyn	na zwilżony papierek wskaźnikowy nanosi się kilka miligramów substancji i obserwuje się występujące zabarwienie do tego najlepiej nadają się papierki o skali 1 - 10	mocne kwasy powodują zmianę zabarwienia papierków Kongo i lakmusowego, kwasy średniej mocy nie reagują z czerwienią Kongo, powodują jednak zmianę koloru papierka wskaźnikowego
	próba jodanowa	ok. 5mg względnie nasyconego roztworu substancji w 2 kroplach zubożonego alkoholu umieszcza się w małej probówce, dodaje się 2 krople 2% roztworu KJ i 2 krople 4% roztworu jodanu potasowego, probówkę zamyka się i ogrzewa 1 min. we wrzącej łaźni wodnej, po oziębieniu dodaje się 1-4 krople 0.1%roztworu skrobi	w obecności kwasów pojawia się niebieskie zabarwienie, próba pozwala wykryć obecność słabych kwasów w przypadku gdy reakcja ze wskaźnikiem nie daje pewnego wyniku, Uwaga ! Nie tylko kwasy mają właściwości kwasowe
	działanie roztworu węglanu sodowego	do 0.1g substancji dodaje się 1ml 5%wodnego roztworu NaHCO_3 ,	wydzielanie się pęcherzyków gazu (CO_2) (nie podgrzewać !) i rozpuszczanie się substancji świadczy o jej właściwościach kwaśnych, fenole nie reagują z węglanem sodu
	tworzenie soli żelazowych kwasów hydroksyamonowych	do 0.05g kwasu dodaje się kilka kropli chlorku tionylu, po czym odparowuje do sucha, do otrzymanego chlorku kwasowego dodaje się 0.5 ml metanolewego 1N roztworu $\text{H}_2\text{NOH} \times \text{HCl}$ oraz 2 krople 2 N HCl, p upływie 1 minuty mieszaninę ogrzewa się do wrzenia, chłodzi i dodaje 1-2 krople 10% roztworu FeCl_3 , jeżeli powstałe zabarwienie jest słabe, dodaje się jeszcze chlorku żelaza	zabarwienie różowe, czerwone, niebieskie lub fioletowe świadczy o obecności kwasów

	równoważnik kwasowy	rozpuszcza się dokładnie 0.2 g kwasu w wodzie lub obojętnym alkoholu	mnożąc otrzymany równoważnik przez ilość grup karboksylowych,
		<p>i miareczkuje się potencjometrycznie 0.1 N roztworem NaOH lub używając fenoloftaleiny jako wskaźnika, jeśli kwas jest nierozpuszczalny w wodzie i alkoholu, rozpuszcza się go w znanej ilości mianowanego roztworu zasady, ogrzewa, a po ochłodzeniu odmiareczkuje się nadmiar zasady mianowanym kwasem:</p> $E = 1000 \times W / V \times N,$ <p>E- równoważnik kwasowy, W- ilość kwasu w gramach, V- ilość mililitrów roztworu NaOH, N- normalność roztworu NaOH</p>	zawartych w kwasie, otrzymuje się ciężar cząsteczkowy badanego kwasu, jest to bardzo wartościowa próba !
	otrzymywanie amidów	chlerek kwasowy otrzymuje się działając na badany kwas PCl_3 lub $SOCl_2$ podgrzewając, jeśli badany kwas nie reaguje, należy użyć pięciochlorku fosforu: 1g kwasu i 1 g PCl_5 (unikać nadmiaru) ogrzewa się ostrożnie w probówce kilka minut, a po oziębieniu mieszaninę reakcyjną używa się do otrzymania amidu - otrzymany chlerek kwasowy poddaje się reakcji z amoniakiem lub podstawioną aminą	reakcja chlorku z amoniakiem lub aminą zachodzi "burzliwie" z powodu wydzielania się gazowego HCl
	otrzymywanie anilidów	do chlorku kwasowego otrzymany w sposób jak wyżej, dodaje się roztwór 1-2 g odpowiedniej aminy w około 30 ml benzenu i mieszaninę ogrzewa się kilka minut do wrzenia, po ochłodzeniu odsącza osad i przemywa kolejno wodą, 5% HCl, 5% NaOH i wodą, po osuszeniu krystalizuje otrzymany anilid z eteru naftowego z niewielką ilością benzenu	
	sole S-benzylotiomocznika	do stężonego roztworu wodnego lub alkoholowego 1g kwasu dodaje się kilka kropli fenoloftaleiny i starannie zobojętnia 5% roztworem NaOH, do tego dodaje się następnie 2 krople 5% HCl oraz roztwór 2 g bromowodorku lub chlorowodorku S-benzylotiomocznika w 10 ml wody, mieszaninę chłodzi się w lodzie i odsącza wytrąconą, przeważnie czystą sól, w razie potrzeby krystalizuje się ją z alkoholu lub dioksanu	

halogenki kw. karboksylowych	hydroliza	do 0.5g substancji dodaje się ostrożnie kroplami 2 ml wody, ogrzewa się ostrożnie, wprowadzając wydzielające się pary do probówki, na której dnie umieszcza się zakwaszony kwasem azotowym roztwór azotanu srebra halogenki kwasów aromatycznych ogrzewa się do wrzenia w ciągu 10 min. z rozcieńczonym wodnym NaOH i po ostudzeniu zakwasza rozc. HCl, wydzielony kas krystalizuje z wody lub wody z alkoholem	zhydrolizowane halogenki przechodzą w kwasy, które następnie analizuje się, halogenki są związkami łatwo hydrolizującymi, wydzielanie się osadu halogenku srebra: obecność halogenku kwasowego, po hydrolizie, z roztworu wydzielić można kwas karboksylowy, przez odparowanie roztworu, destylację lub ekstrakcję
bezwodniki kw. karboksylowych	hydroliza	bezwodnik ogrzewa się z rozc. NaOH, następnie zakwasza otrzymany roztwór rozc. HCl i oddziela wolny kwas przez odsączenie lub destylację, jeśli kwas jest rozpuszczalny w wodzie, nielotny, udaje się go niekiedy wyekstrahować eterem, gdy i ten sposób zawodzi, należy roztwór zneutralizować wodnym NaOH, odparować do małej objętości i badać za pomocą prób dopuszczających użycie soli kw. karboksylowych	
	tworzenie soli żelazowych kwasów hydroksy-amonowych	próbę tą wykonuje się wg sposobu podanego dla estrów, z tym, że niekonieczne jest dodawanie alkoholowego KOH	
	równoważnik kwasowy	oznaczanie równoważnika kwasowego wykonuje się wg sposobu podanego dla kwasów nierozpuszczalnych w wodzie i alkoholu	
	otrzymywanie amidów	bezwodnik kw. wytrząsa się z 10 ml stęż. amoniaku w zamkniętym naczyniu, aż do utworzenia się ciała stałego, które odsącza się, przemywa wodą i krystalizuje z alkoholu, jeśli ciało stałe nie wydzieli się, odparowuje się roztwór do sucha i ekstrahuje się amid bezwodnym alkoholem	
	reakcja z anilina	ogrzewa się ostrożnie równe części aniliny (lub innej aminy) i bezwodnika w chloroformie lub benzenie, następnie chłodzi, do wydzielenia stałego anilidu,	bezwodniki kwasów dwukarboksylowych dają mono- i dwuaniliny

		odsączony produkt przemywa się rozc. HCl, wodą i krystalizuje z alkoholu z małym dodatkiem wody	
estry	tworzenie soli żelazowych kwasów hydroksy-amonowych	do 0.1g związku dodaje się 1ml 5% roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy w metanolu lub etanolu i kroplami, nasyc. alkoholowy roztwór KOH do reakcji alkalicznej na lakmus, mieszaninę ogrzewa się przez 1 minutę, chłodzi, zakwasza 5% roztworem HCl, dodaje stopniowo, po kropli, roztwór chlorku żelazowego do utrzymania się trwałego zabarwienia	należy wykonać do tego badania próbę kontrolną, która powinna dać roztwór całkiem bezbarwny (dodać 1 kroplę chlorku żelaza do roztworu 0.005 g badanego związku w 1ml etanolu i 1ml 5% HCl), jeśli powstanie intensywna barwa niebieska, fioletowa, czerwona lub pomarańczowa, poprzednia próba jest nieważna
	hydroliza	2g estru i 30 ml 10% wodnego NaOH ogrzewa się do wrzenia aż do całkowitej hydrolizy, której czas jest bardzo różny (najczęściej 0.5-2 h), zakończeniu hydrolizy może decydować zmiana barwy, zapachu, wyglądu, po zakończeniu hydrolizy alkohole oddestylowuje się z mieszaniny reakcyjnej, do destylatu dodaje się stałego bezwodnego węglanu potasu i pozostawia na 5-10 minut, oddziela się warstwę alkoholową, którą osusza się st. węglanem potasu, w przypadku estrów fenoli, po ukończeniu hydrolizy roztwór alkaliczny nasycy się dwutlenkiem węgla, a fenol ekstrahuje eterem, względnie roztwór alkaliczny zakwasza się rozcieńczonym kwasem siarkowym wobec czerwieni Kongo, dodaje 5% roztworu wodorowęglanu sodu celem związania kwasu i ekstrahuje eterem fenol	jest to dobry sposób identyfikacji estrów, jednak reakcji ze stęż. alkaliami ulegają też i inne połączenia zwłaszcza zawierające grupę karbonylową
	otrzymywanie amidów	0.5 g estru wytrząsa się w zamkniętym naczyniu z 10 ml stężonego amoniaku, wytrącony osad przemywa się wodą, krystalizuje z wody lub alkoholu	reakcja daje dobre wyniki w przypadku estrów o większych cząsteczkach
	otrzymywanie hydrazonów	0.1 g estru i 1 ml 85% wodzianu hydrazyny ogrzewa się przez 15 min., dodaje się alkoholu absolutnego do uzyskania klarownego roztworu i ponownie ogrzewa do wrzenia przez 2 h, wydzielone kryształy hydrazynu odsączają się i krystalizuje z wody lub rozc. alkoholu	reakcję stosuje się do estrów metylowych i etylowych, estry alkoholi wyższych należy poddać reakcji podwójnej wymiany z alkoholem metylowym (metanoliza)
	metanoliza	1 g estru i 5 ml metylanu sodowego ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną przez	

		30 minut, a następnie odparowuje metanol metanolan sodu sporządza się przez rozpuszczenie 0.1 g sodu w 5 ml absolutnego metanolu	
amidy i imidy	hydroliza zasadowa	do 0.5 g amidu dodaje się 3 ml 10% wodnego roztworu NaOH i mieszaninę kilkana minut wytrząsa, stwierdza się wydzielanie amoniaku lub odpowiedniej aminy (np. za pomocą papierka wskaźn.) w odróżnieniu od nitryli, które ulegają hydrolizie pod wpływem stęż. ługów, mieszaninę ogrzewa się kilka minut, aż do zaniku zapachu amoniaku lub aminy	kwasy wydzielają się tak jak przy hydrolizie estrów
	hydroliza kwasowa	0.5 g amidu ogrzewa się do wrzenia z 3 ml 20% HCl lub z 3 ml 10% kwasu siarkowego, jeśli wydzielony kwas organiczny jest ciekły i lotny, można go destylować wprost ze środowiska reakcji jeśli jest stały - wydzielają się w postaci krystalicznej	
	rozdzielenie amidów alifatycznych	mieszaninę 50 mg amidu i 1 ml 10% alkoholowego roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy ogrzewa się do wrzenia przez kilka minut, po ochłodzeniu dodaje się parę kropli 5% wodnego roztworu chlorku żelazowego	powstaje fioletowo-czerwone zabarwienie
	rozdzielenie amidów aromatycznych	zawieszają się 50 mg amidu w 2-3 ml wody silnie wytrząsa, dodaje 4-5 kropli 6% nadtlenku wodoru i ogrzewa się przez chwilę do wrzenia, jeśli nie powstanie klarowny roztwór, dodaje się znowu parę kropli nadtlenku i ogrzewa, do ochłodzonej zawartości dodaje się 1-2 krople 5% chlorku żelazowego	charakterystyczne fioletowo-czerwone zabarwienie występuje zwykle w ciągu kilkudziesięciu sekund, po zakwaszeniu roztworu 10% NaOH barwa zmienia się na ciemnoczerwono-brunatną
	próbna na imidy	do nasyconego dioksanowego lub alkoholowego roztworu badanego związku dodaje się nasycony alkoholowy roztwór KOH	wiele imidów daje białe osady soli potasowych
	działanie kwasu azotowego	próbę tą wykonuje się wg sposobu stosowanego w przypadku amin	obserwuje się wydzielanie pęcherzyków gazu (azot) i ewentualnie osadu trudno rozpuszczalnego kwasu organicznego
	reakcja z chlorkiem fluoresceiny		amidy kwasowe dają z chlorkiem fluoresceiny w obecności chlorku cynkowego analogiczne barwniki rodaminowe jak aminy alifatyczne

	próba biuretowa	małą ilość substancji ogrzewa się ostrożnie, tak, aby całkowicie się stopiła i wydzieliła amoniak, gdy mieszanina się zestali, skutkiem utworzenia biuretu, zazwyczaj po 1 min. rozpuszcza się ją (po ochłodzeniu) w gorącym, rozcieńczonym roztworze NaOH, po ochłodzeniu dodaje się 1 kroplę bardzo rozcieńczonego roztworu siarczanu miedzi	próba ogólna dla związków zawierających dwie grupy -CONH- związane nawzajem lub z tym samym atomem węgla lub azotu, powstaje purpurowe lub niebieskie zabarwienie
	pochodne ksanthydrołowe	badany związek rozpuszcza się w 50% kwasie octowym i dodaje się 1 ml 5% metanolowego roztworu ksanthydrołu, jeśli w przeciągu 10 minut nie powstaje krystaliczny osad, mieszaninę ogrzewa się przez 30 minut w łaźni o temp. 85°C otrzymany osad krystalizuje z mieszaniny dioksan-woda (2:1)	reakcja dla nie podstawionych amidów i imidów, w przypadku mocznika, jego soli i jednopodstawionych moczników osad wydziela się natychmiast
aminy	odczyn	kroplę badanej substancji ciekłej lub kilka miligramów stałej umieszcza się na papierku Kongo, zabarwionym na niebiesko 0.1 N HCl	pojawienie się czerwonej plamy wskazuje na obecność aminy
	działanie kwasu azotowego (rozróżnianie rzędowości amin)	0.5g lub 0.5 ml aminy rozpuszcza się w mieszaninie 3 ml stężonego HCl i 2 ml wody, roztwór ochładza się do 5°C i dodaje małymi porcjami, mieszając, roztwór 0.4 g czystego azotynu sodu w 4 ml lodowej wody, podczas procesu utrzymuje się temp. 10°C, następnie odstawia roztwór na 5-10 minut i kroplę jego umieszcza się na papierku jodoskrobiowym, powinien pokazać się natychmiast niebieski kolor, wskazujący na nadmiar kwasu azotowego, jeśli tak nie jest, dodaje się następnie małą objętość roztworu azotynu pozostawia się mieszaninę w lodzie i po 5 minutach znowu przeprowadza się badanie z papierkiem jodoskrobiowym	a. roztwór jest klarowny: nieprzerwanie i energicznie wydzielający się gaz (azot) wskazuje, że badana substancja jest I-rzędową aminą alifatyczną lub aromatyczną z grupą nitrową w łańcuchu bocznym; kilka kropli mieszaniny reagującej wlewa się do do roztworu 0.5g beta-naftolu w 5 ml rozcieńczonego roztw. 2N NaOH, powstanie osadu lub czerwonego czy pomarańczowego koloru (barwnik azowy) wskazuje na obecność I-rzędowej aminy aromatycznej, wyodrębnienie czystego barwnika pozwala na oznaczenie temp. topnienia; do roztworu dodaje się nadmiar rozcieńczonego NaOH, uwalniają się wtedy III-rzędowe aminy alifatyczne, b. mieszanina jest mętna, ciemnobrazowa i może zawierać olej, osad: żółtawa emulsja lub osad może wskazywać na obecność aminy II-rzędowej; głęboko czerwono-brązowy roztwór, który może wydzielać żółty lub brązowy osad podczas stania w lodzie wskazuje na obecność aminy II-rzęd.

reakcja z chlorkiem fluoresceiny	do kropli badanej substancji dodaje się kroplę HCl do reakcji kwaśnej, otrzymaną mieszaninę odparowuje się do sucha, po czym do pozostałości dodaje się niewielką ilość chlorku fluoresceiny oraz podwójną ilość bezwodnego chlorku cynkowego i ogrzewa w łaźni do stopienia chlorku cynkowego, po ostudzeniu stop rozpuszcza się w alkoholowym roztworze HCl	I-rzędowe aminy alifatyczne dają: żółtą lub jasnoczerwoną fluorescencję II-rzędowe aminy alifatyczne dają: czerwoną z pomarańczową fl., I- i II-rzędowe aromatyczne: barwa czerwono-fioletowa bez fl.
próba izonitrylowa (aminy I-rzędowe)	do 0.1 g badanej substancji dodaje się kilka kropli chloroformu i 2 ml alkoholowego roztw. KOH, mieszaninę ostrożnie ogrzewa się, Uwaga ! Próbę należy wykonywać pod wyciągiem, po jej zakończeniu ostrożnie dodaje się nadmiar stęż. HCl, ogrzewa do wrzenia i dopiero po zniknięciu zapachu wylewa mieszaninę do zlewu	bardzo przykry zapach izonitrylu wskazuje na aminę I-rzędową, próba jest bardzo czuła i dawać ją mogą aminy II- i III-rzędowe, zanieczyszczone aminą I-rzędową oraz niektóre, łatwo hydrolizujące anilidy,
acetylowanie (aminy I, II-rzęd.)	do mieszaniny 0.5 g aminy i 3 ml wody dodaje się kroplami bezwodnik octowy (1 ml), mieszaninę wytrząsa się przez 5 minut, chłodząc, jeśli jest to niezbędne, a w końcu ogrzewa się ostrożnie celem rozłożenia bezwodnika octowego, mieszaninę chłodzi się, odsącza pochodną acetylową, przemywa wodą i krystalizuje z wody lub mieszaniny woda - alkohol	reakcja odpowiednia jest dla otrzymywania pochodnych aminowych I- i II-rzędowych
acetylowanie (aromatyczne, nitro- i chloowcoaminy)	mieszaninę 0.5 g aminy, 1 ml bezwodnika octowego i 1 kroplę stężonego kwasu siarkowego gotuje się 5 min., chłodzi i wlewa do 5 ml wody, otrzymaną mieszaninę ogrzewa się do wrzenia celem rozłożenia nadmiaru bezwodnika octowego, chłodzi się i sączy, osad krystalizuje z wody lub rozcieńczonego alkoholu	sposób ten jest polecany dla aromatycznych nitro- i chlorowcoamin
benzoilowanie metoda Schottena i Baumann	w dobrze zamkniętym szklanym naczyniu umieszcza się 2 g badanego związku, 2 ml chlorku benzoilu, 10 ml 20% roztworu NaOH i energicznie wytrząsa, jeśli mieszanina pachnie chlorkiem benzolu, dodaje się węglanu sodu i kontynuuje wytrząsanie, do zaniku zapachu, roztwór powinien być alkaliczny, wytrącony osad przemywa się wodą i krystalizuje z alkoholu	
benzoilowanie metoda z pirydyną	1 g badanego związku, 3 ml pirydyny i 0.5 g chlorku benzoilu ogrzewa się	

		ostrożnie kilka minut (czasem trzeba ogrzewać 30 min.), następnie wlewa się do około 50 ml wody, wydzielony osad przemywa się rozc. HCl w celu usunięcia nadmiaru pirydyny, następnie roztworem węglanu sodu aby usunąć kwas benzoesowy i w końcu wodą, produkt krystalizuje z alkoholu	
	otrzymywanie pikrynianów	nasycony alkoholowy roztwór aminy miesza się z nadmiarem nasyconego alkoholowego roztworu kwasu pikrynowego i ogrzewa się do wrzenia, po ochłodzeniu odsącza się wydzielone kryształy pikrynianu i krystalizuje z alkoholu, zamiast roztworów alkoholowych, można użyć wodnych, eterowych lub benzenowych aminy i kwasu	
	otrzymywanie metylojodków	0.5 g aminy i 0.5 g jodku metylu ogrzewa się przez kilka minut do wrzenia, oziębia w lodzie i pociera pałeczką ścianki probówki, co powoduje krystalizację soli, dodaje się kilka mililitrów eteru, osad odsącza, przemywa i krystalizuje z absolutnego alkoholu metylowego lub etylowego, lub z octanu etylu	reakcja stosowana do wykrywania amin III-rzędowych
	fenyliotiomoczniki	w suchej probówce umieszcza się 0.5 g aminy, dodaje 0.5 ml izorodanku fenylu lub alfa-naftyłu, miesza ostrożnie, a następnie wstrząsa przez kilka minut i, jeśli reakcja nie zachodzi, ogrzewa na łaźni wodnej przez 10-30 min., produkt krystalizuje się z rozcieńczonego alkoholu	
	reakcja IV-rzędowych halogenków amoniowych z tlenkiem srebra	małą ilość badanej substancji rozpuszcza się w wodzie lub zubożnionym alkoholu, dodaje nadmiar tlenku srebra, sączy się	przesącz silnie alkaliczny wskazuje na IV-rzędową sól amoniową
związki nitrowe alifatyczne	działanie ługów	do 0.2 g związku dodaje się 0.5 ml 50 % roztworu wodnego NaOH i wstrząsa kilka minut	rozpuszczaniu ulegają I- i II- rzędowe związki nitrowe
	tworzenie soli	do 0.1 g badanej substancji dodaje się 3 ml roztworu 0.1 g sodu w metanolu i po wytrząśnięciu chłodzi się	wytrąca się sól sodowa w postaci osadu
	reakcja z kwasem azotowym	małą ilość związku rozpuszcza się w 40% roztworze NaOH i dodaje nadmiar 10% roztworu azotynu sodowego	pojawienie się barwy czerwonej wskazuje na obecność związku nitrowego I-rzędowego, po ostrożnym zakwaszeniu 20% kw. siarkowym

			barwa znika i pojawia po zalkalizowaniu, barwa niebieska lub niebieskozielona wskazuje na obecność związku nitrowego II-rzędowego, brak barwy w środowisku alkalicznym i kwaśnym wskazuje na obecność związku III-rzędowego
związki nitrowe aromatyczne	próba Millikena	0.5 g badanej substancji rozpuszcza się w około 10 ml 50% etanolu, dodaje 0.5 g chlorku amonowego i około 0.5 g pyłu cynkowego, wytrząsa i ogrzewa do wrzenia 1-2 min., następnie pozostawia na 5 minut w spokoju, sączy od cynku i dodaje odczynnik Tollensa	wytrącanie się lustra srebrowego lub czarnego osadu wskazuje na pozytywny wynik próby
	redukcja amin	do 1 g badanej substancji dodaje się 10ml stęż. HCl, 2 ml alkoholu i porcjami 3 g cyny granulowanej, chłodząc mieszaninę gdy następuje reakcja silnie egzotermiczna, po dodaniu cyny mieszaninę ogrzewa się do wrzenia, aż cały nitrozwiązek przejdzie do roztworu (20-30 min.), otrzymany roztwór dekantuje się z nadnieprzereagowanej cyny, część roztworu można poddać działaniu kwasu azotowego, a pozostałość alkalizuje się ostrożnie taką ilością 20% wodnego roztworu NaOH, aby rozpuścił się początkowo wytrącający się wodorotlenek cynowy, wolną aminę ekstrahuje się eterem, ekstrakt osusza i odparowuje eter	
	utlenianie łańcucha bocznego	do mieszaniny 1 g badanego związku i 3 g dwuchromianu sodu w 10 ml wody dodaje się kroplami 5 ml stężonego kw. siarkowego, po dodaniu kwasu ogrzewa się do wrzenia przez 10-60 min., następnie po ochłodzeniu odsącza surowy produkt, rozpuszcza w wodnym węglanie sodu i przesącza, przesącz zakwasza, a wydzielony kwas krystalizuje z wody	
nitrozwiązki	stapianie C-nitrozwiązków		barwią się podczas stapiania zazwyczaj na zielno lub niebiesko
	próba Libermann	małą ilość substancji stapia się z odrobiną fenolu i po ostudzeniu dodaje się kilka kropli stężonego kwasu siarkowego	produkty mają wiśniowe zabarwienie po zakwaszeniu zmieniają się na ciemnoniebieskie

nitryle	próba z hydroksyloamina	do roztworu hydroksyloaminy w alkoholu metylowym (0.5 g chlorowodoru hydroksyloaminy ogrzewa się w metanolu i dodaje mały kawałek sodu, gdy sól rozpuści się całkowicie, odsącza się chlorek sodu) dodaje się 0.5 g nitrylu i ogrzewa kilka minut, po ochłodzeniu zakwasza się kwasem solnym wobec czerwieni Kongo i dodaje 1 kroplę roztworu chlorku żelazowego	brązowoczerwone zabarwienie wskazuje na obecność nitrylu
	hydroliza do amidu	0.5 g nitrylu, 10 ml 20% nadtlenu wodoru i 2 ml 5% wodnego roztworu NaOH ogrzewa się w 40 °C wstrząsając czasem, po zakończeniu reakcji (15-45 min.) chłodzi się, odsącza amid i krystalizuje z wody, hydrolizę można przeprowadzić przez krótkie ogrzanie do 80 °C mieszaniny 0.5 g nitrylu z 2 ml stężonego kwasu siarkowego i wlanie jej po ochłodzeniu do 20 ml wody	analizuje się amid
	hydroliza do kwasu	proces prowadzi się tak jak hydrolizę amidów	

7. Zakres materiału obowiązujący na kolokwiach.

7.1. Kolokwium I.

- Schemat aparatury do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną. Sposoby zabezpieczania przed wilgocią. Metody postępowania podczas wydzielania się szkodliwych gazów w trakcie procesu.
- Krystalizacja. Przebieg procesu. Dobór rozpuszczalnika do krystalizacji. Problemy występujące podczas procesu krystalizacji i sposoby ich rozwiązywania.
- Temperatura topnienia. Sposoby jej oznaczania. Wpływ zanieczyszczeń. Wykorzystanie jej wartości do identyfikacji związku organicznego (metoda „t. topnienia mieszaniny”).
- Metody suszenia substancji stałych.
- Sposoby ogrzewania mieszaniny reakcyjnej – rodzaje łaźni.
- Sposoby chłodzenia – mieszaniny oziębiające.
- Temperatura wrzenia, normalna temperatura wrzenia. Zjawisko przegrzania cieczy, zapobieganie.
- Schemat aparatury do destylacji prostej, zastosowanie.
- Jak można w procesie destylacji osiągnąć całkowite rozdzielanie mieszaniny? Omówić wykres fazowy $T_{\text{wrzenia}}=f(\text{skład mieszaniny})$.
- Destylacja frakcyjna a prosta – różnice, stopień deflegmacji.
- Jakie parametry charakteryzują pracę kolumny destylacyjnej? Zagadnienie pólek teoretycznych.
- Mieszanina azeotropowa – definicja, metody rozdziału. Kiedy i w jakim celu stosujemy destylację azeotropową? Schemat aparatury do destylacji azeotropowej. Czynniki azeotropujące.
- Sposoby osuszania cieczy, przykłady środków suszących, ich rodzaje.
- Kiedy i w jakim celu stosuje się destylację pod zmniejszonym ciśnieniem?
- Schemat aparatury do destylacji próżniowej. Jak można rozwiązać problem odbierania frakcji bez przerywania procesu destylacji?
- Sposoby wytwarzania próżni w laboratorium i pomiaru ciśnienia (manometry).
- Wytwarzanie, osuszanie i wprowadzanie substancji gazowych do mieszaniny reakcyjnej.
- Zależność temperatury wrzenia od ciśnienia. Wykres modelowy.
- Reakcje odwracalne. Metody przesuwania równowagi.
- Destylacja z parą wodną, schemat aparatury, zalety. Kiedy się stosuje destylację z przegrzaną parą wodną?
- Podział metod chromatograficznych ze względu na mechanizm podziału i techniki.
- Chromatografia kolumnowa – napełnianie kolumny, przykłady wypełnień, rozwijanie chromatogramu, elenty.
- Chromatografia bibułowa – mechanizm separacji, techniki rozwijania chromatogramu, elenty.
- Chromatografia cienkowarstwowa – mechanizm, techniki, zastosowanie.

- Chromatografia gazowa i cieczowa – czas retencji, analiza ilościowa.
- Wywoływanie chromatogramów – sposoby stosowane w chromatografii związków bezbarwnych.
- Eluenty, szereg eluotropowy.
- Chromatografia jonowymienna – zasada, wykorzystanie.
- Na czym polega ekstrakcja? Cechy rozpuszczalników użytych do ekstrakcji. Zastosowanie procesu. Rodzaje ekstrakcji.
- Sposoby niszczenia emulsji tworzącej się czasem podczas ekstrakcji.
- Prawo podziału Nernsta, odstępstwa.
- Aparatura używana do ekstrakcji.
- Jaki proces ekstrakcji jest bardziej wydajny – jednokrotny, większą ilością rozpuszczalnika czy wielokrotny, mniejszymi ilościami. Dlaczego? Od czego zależy ilość kolejnych ekstrakcji?
- Kiedy i w jakim celu stosujemy wysalanie?
- Teoretyczne podstawy sublimacji – wykres $p=f(T)$.
- Schemat aparatury do sublimacji próżniowej.
- Jak należy postąpić w przypadku oparzenia: kwasami, alkaliami, bromem, substancjami organicznymi, np. fenolem.
- Postępowanie przy zatruciach.
- Pożary i sposoby ich gaszenia w zależności od źródła ich powstania.
- Zasady postępowania w laboratorium chemicznym oraz niezbędne elementy ubioru wg przepisów BHP.

7.2. Kolokwium II.

- Wstępna analiza substancji organicznej.
- Grupy rozpuszczalności związków organicznych.
- Reakcje identyfikacyjne węglowodorów.
- Reakcje identyfikacyjne chlorowcopochodnych.
- Reakcje identyfikacyjne alkoholi i fenoli.
- Reakcje identyfikacyjne eterów, acetalu i tlenków.
- Reakcje identyfikacyjne aldehydów, ketonów i chinonów.
- Reakcje identyfikacyjne kwasów karboksylowych i ich funkcyjnych pochodnych.
- Reakcje identyfikacyjne amin.
- Reakcje identyfikacyjne nitro- i nitrozozwiązków.
- Reakcje identyfikacyjne nitryli (cyjanków).
- Interpretacja widm ^1H NMR - przewidywanie struktury cząsteczki.

8. Załączniki.

8.1. Środki suszące.

Ciecze lub roztwory związków organicznych w rozpuszczalnikach organicznych suszy się najczęściej bezpośrednio stałymi, nieorganicznymi środkami suszącymi. Wyboru środka suszącego dokonuje się na podstawie następujących kryteriów:

- nie może on reagować z suszoną substancją,
- powinien szybko i skutecznie osuszać,
- nie powinien rozpuszczać się w suszonej cieczy,
- nie może katalizować reakcji zachodzących w suszonej substancji, takich jak polimeryzacja, kondensacja i samorzutne utlenianie.

Poniżej podane zostały przykłady środków suszących:

środek osuszający	stosowany do:	nie nadaje się do:	uwagi
P_4O_{10}	gazy obojętne i kwaśne, acetylen, dwusiarczek węgla, węglowodory, roztwory kwasów, chlorowcowęglowodory (eksykator, pistolet osuszający)	substancje zasadowe, alkohole, eter, HCl, HF	rozpływa się; podczas suszenia gazów mieszać z substancją stanowiącą rusztowanie (wata szklana, pumeks)
H_2SO_4	gazy obojętne i kwaśne (eksykator, płuczka)	związki nienasycone, alkohole, ketony, substancje zasadowe, H_2S , HJ	nie nadaje się do suszenia w próżni, w wysokiej temp.
wapno sodowane CaO, BaO	gazy obojętne i zasadowe, aminy, alkohole, eter	aldehydy, ketony, substancje kwaśne	szczególnie dobry do osuszania gazów
NaOH, KOH	amoniak, aminy, eter, węglowodory (eksykator)	aldehydy, ketony, substancje kwaśne	rozpływa się
K_2CO_3	aceton, aminy	substancje kwaśne	rozpływa się
Na	eter, węglowodory, aminy trzeciorzędowe	chlorowane węglowodory (zagrożenie wybuchem !), alkohole i inne związki reagujące z sodem	
$CaCl_2$	węglowodory, alkeny, aceton, eter, gazy obojętne, HCl (eksykator)	alkohole, aminy, amoniak	tani, zanieczyszczenia zasadowe
$Mg(ClO_4)_2$	gazy, amoniak (eksykator)	łatwo utleniające się ciecze organiczne	nadaje się szczególnie do celów analitycznych
Na_2SO_4 $MgSO_4$	estry, roztwory substancji wrażliwych		
sita molekularne	przepływające gazy (do 100 °C), rozpuszczalniki organiczne (eksykator)	węglowodory nienasycone	
żel krzemionkowy	(eksykator)	HF	pochłania resztki rozpuszczalnika

8.2. Zastosowanie metod spektroskopowych do analizy związków organicznych.

Zdolność cząsteczek związków chemicznych do selektywnego pochłaniania lub emitowania energii promieniowania elektromagnetycznego o określonej częstotliwości (długości fali) jest podstawą działania metod spektroskopowych.

Kluczowym etapem badań strukturalnych tymi metodami jest analiza otrzymanego widma. Najwięcej informacji o strukturze związków organicznych można uzyskać z widm absorpcyjnych promieniowania w zakresie ultrafioletu - spektroskopia UV, podczerwieni - spektroskopia IR oraz w zakresie krótkich fal radiowych - spektroskopia NMR.

8.2.1. Spektroskopia UV.

Większość spektrofotometrów stosowanych w tej metodzie daje zapis widma w postaci wykresu zależności wielkości absorpcji od długości fali. W analizie widma istotne jest zarówno położenie pasma (λ_{\max}), jak i jego intensywność, którą bardzo często podaje się w postaci molowego współczynnika ekstynkcji. Jest on powiązany z absorpcją, co wyraża następujące równanie:

$$\varepsilon = \frac{A}{c \cdot l},$$

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \lg \frac{S_p}{S_{prz}},$$

ε - molowy współczynnik ekstynkcji,

A - absorpcja, wg. niektórych autorów absorbancja,

c - stężenie molowe badanego roztworu,

l - grubość warstwy, przez którą jest przepuszczane światło,

S_p - natężenie światła padającego,

S_{prz} - natężenie światła przepuszczonego.

W jakościowej interpretacji widma rzeczywistą wartość mają absorpcje występujące powyżej 180 nm. Grupy funkcyjne, dla których obserwuje się pasma absorpcji w tym zakresie, są często nazywane grupami chromoforowymi.

Grupa chromoforowa zawiera zespół elektronów π wykazujących specyficzny układ chmury elektronowej, zarówno w stanie podstawowym jak i w stanie wzbudzonym.

Grupa auksochromowa to grupa koordynacyjnie nie wysycona, zawierająca atomy z wolną parą elektronową. Sama nie absorbuje promieniowania w zakresie UV/VIS, jednak związana z chromoforem, powoduje zwiększenie intensywności absorpcji oraz przesunięcie pasm w kierunku dłuższych fal. Najczęściej auksochromami są typowe grupy elektronodonorowe jak: $-\text{NH}_2$, $-\text{NR}_2$, $-\text{SH}$, $-\text{OH}$, $-\text{OR}$, fluorowce.

Grupami o przeciwnym działaniu są antyauksochromy. Są to grupy elektronoakceptorowe, np. $-\text{NO}_2$, $-\text{COCH}_3$, $-\text{CHO}$, $-\text{COOH}$, $\text{C}=\text{N}$, SO_3 .

Poniżej podano pasma absorpcji niektórych grup chromoforowych w wybranych związkach organicznych:

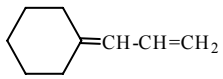
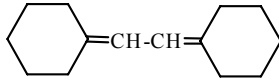
Absorpcja prostych związków organicznych.

chromofor	związek	przejście	λ_{MAX} , [nm]	log ϵ	rozpuszczalnik
C=C	$\text{CH}_2=\text{CH}_2$	$\pi \rightarrow \pi^*$	162.5	4.2	heptan
	$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$	$\pi \rightarrow \pi^*$	196.5	4.1	heptan
C=O	$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{O}$	$n \rightarrow \pi^*$	279	1.2	cykloheksan
		$\pi \rightarrow \pi^*$	188	3.3	cykloheksan
	CH_3-COOH	$n \rightarrow \pi^*$	204	1.6	etanol
	$\text{CH}_3\text{CO}-\text{OCH}_2\text{CH}_3$	$n \rightarrow \pi^*$	204	1.8	woda
COCl	CH_3COCl	$n \rightarrow \pi^*$	220	2.0	heksan
CONH ₂	CH_3CONH_2	$n \rightarrow \pi^*$	178	4.0	heksan
C=N	$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{N}-\text{OH}$		193	3.3	etanol
N=N	$\text{CH}_3-\text{N}=\text{N}-\text{CH}_3$	$n \rightarrow \pi^*$	345	0.7	etanol
N=O	$(\text{CH}_3)_3\text{C}-\text{N}=\text{O}$		300	2.0	eter
			665	1.3	eter
	CH_3NO_2		278	1.3	eter
C=C	$\text{HC}=\text{CH}$	$\pi \rightarrow \pi^*$	173	3.8	gaz
C=N	$\text{CH}_3\text{C}=\text{N}$		<190		ciecz
C-C	CH_3-CH_3	$\sigma \rightarrow \sigma^*$	135		gaz
C-O	CH_3-OH	$n \rightarrow \sigma^*$	177	2.3	heksan
	$\text{CH}_3-\text{O}-\text{CH}_3$	$n \rightarrow \sigma^*$	184	3.4	gaz
C-Cl	CH_3Cl	$n \rightarrow \sigma^*$	173	2.3	heksan
C-Br	CH_3Br	$n \rightarrow \sigma^*$	204	2.3	gaz
C-I	CH_3I	$n \rightarrow \sigma^*$	259	2.6	gaz
C-N	$(\text{CH}_3)_3\text{N}$	$n \rightarrow \sigma^*$	227	2.9	gaz
C-S	$(\text{CH}_3)_3\text{S}$	$n \rightarrow \sigma^*$	210	3.0	etanol
S-S	$\text{CH}_3\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_3$		194	3.7	heksan
			250	2.6	heksan

Maksima absorpcji pochodnych benzenu C₆H₅Y w wodzie.

podstawnik Y	λ_{MAX} , [nm], (log ϵ)			
H	203.5	(3.87)	254	(2.31)
CH ₃	206.5	(3.84)	254	(2.23)
I	207	(3.84)	257	(2.84)
Cl	209.5	(3.87)	263.5	(2.28)
Br	210	(3.90)	261	(2.28)
OH	210	(3.79)	270	(3.16)
OCH ₃	217	(3.81)	269	(3.17)
CN	224	(4.11)	271	(3.00)
COOH	230	(4.06)	273	(2.99)
NH ₂	230	(3.93)	280	(3.15)
NO ₂	268.5	(3.89)		
CHO	249.5	(4.06)		
COCH ₃	245.5	(3.99)		
NHCOCH ₃	238	(4.02)		
SO ₂ NH ₂	217.5	(3.99)	264.5	(2.87)
NH ₃ ⁺	203	(3.87)	254	(2.23)
COO ⁻	224	(3.94)	268	(2.75)
O ⁻	235	(3.97)	287	(3.41)

Absorpcja wybranych dienów w etanolu.

związek	przejście $n \rightarrow \pi^*$		przejście $\pi \rightarrow \pi^*$	
	λ_{MAX} , [nm]	log ϵ	λ_{MAX} , [nm]	log ϵ
CH ₂ =CH-CH=CH ₂			217	4.3
CH ₂ CR-CH=CH ₂			220	4.3
RCH=CH-CH=CH ₂			223	4.4
CH ₂ =CR-CR=CH ₂			226	4.3
RCH=CH-CH=RCH			227	4.4
			237	3.9
			247	4.3
CH ₃ (CH=CH) ₃ CH ₃ (<i>trans</i>)			275	4.5
CH ₃ (CH=CH) ₄ CH ₃ (<i>trans</i>)			310	4.9
CH ₃ (CH=CH) ₅ CH ₃ (<i>trans</i>)			341	5.1
CH ₂ =CH-CHO	328	1.1	208	4.0
CH ₃ -CH=CH-CHO	322	1.4	220	4.2

Pasma absorpcji związków heterocyklicznych pięciocłonowych.

podstawnik Y	pochodne furanu OC ₄ H ₃ Y		pochodne pirolu NC ₄ H ₄ Y		pochodne tiofenu SC ₄ H ₃ Y	
	λ_{MAX} , [nm], log ϵ	rozp.	λ_{MAX} , [nm], log ϵ	rozp.	λ_{MAX} , [nm], log ϵ	rozp.
H	208 (3.90)	etanol	210 (4.20)	etanol	215 (3.80) 231 (3.87)	etanol
1-CH ₃			210 (3.76)	woda		
1-Ar			253 (4.13)	etanol		
1-COCH ₃			238 (4.03) 288 (2.88)	etanol		
1-COOCH ₃			228 (3.85)	etanol		
2-CH ₃	brak max. powyżej 220	metanol	233 (3.28)	H ₂ SO ₄	234 (3.58)	woda
2-Ar			228 (3.90) 287 (4.30)	etanol	282 (4.15)	etanol
2-CH ₂ Cl			246 (3.60) 288 (4.30)	heksan	238 (3.90)	etanol
2-NO ₂	225 (3.53) 315 (3.91)	woda	370 (3.60)	pH=2.0	270 (3.80) 296 (3.78)	etanol
2-CHO	227 (3.48) 272 (4.12)	etanol	251 (3.49) 287 (4.12)	etanol	260 (4.02) 285 (3.85)	etanol
2-CH=NOH	(Z) 270 (4.24) (E) 265 (4.25)	woda woda	272 (4.25)	etanol		
2-CH ₂ OH	217 (3.90)	woda				
2-COOH	214 (3.58) 242 (4.03)	etanol	222 (3.65) 258 (4.10)	etanol	246 (3.96) 260 (3.84)	etanol
2-COOCH ₃	252 (4.13)	etanol	238 (3.63) 263 (4.14)	etanol	260 (3.89) 282 (3.84)	etanol
3-COOH	200 (3.85) 235 (3.39)	metanol	222 (3.89) 245 (3.71)	etanol	241 (3.92)	etanol

8.2.2. Spektroskopia IR.

Spektroskopia w podczerwieni (IR, ang. *infrared*) zajmuje się analizą widm absorpcyjnych promieniowania elektromagnetycznego o długości fali od 2500 nm do 15000 nm, co odpowiada zakresowi częstotliwości 667 – 4000 cm⁻¹. Cząsteczka absorbująca promieniowanie z tego zakresu przekształca jego energię w energię drgań rozciągających (walencyjnych) i deformacyjnych (zginających) cząsteczki.

Efektom absorpcji jest zwiększenie amplitudy tych drgań.

W podczerwieni można obserwować jedynie pasma absorpcji tych drgań, których częstotliwości mieszczą się w zakresie promieniowania elektromagnetycznego charakterystycznego dla tej metody (2500 – 15000 nm), i to pod warunkiem, że drgania te wywołują zmianę momentu dipolowego cząsteczki. Intensywność obserwowanych pasm absorpcji zależy właśnie od wielkości tych zmian.

Widma IR otrzymuje się, mierząc zależność względnej intensywności światła przepuszczonego od długości fali lub liczby falowej. Pomiary można wykonywać albo dla czystej substancji, albo w mieszaninie z KCl (substancje krystaliczne), lub dla roztworów. Najczęściej stosowanymi rozpuszczalnikami są CCl₄ lub CS₂.

Charakterystyczne absorpcje grup funkcyjnych w zakresie podczerwieni zamieszczono w tabeli poniżej:

Charakterystyczne absorpcje grup funkcyjnych z zakresie podczerwieni.

grupa funkcyjna	intensywność	zakres, cm ⁻¹
A. chromofor węglowodorowy		
1. C-H rozciągające		
<i>a</i> alkany	(m-s)	2962-2853
<i>b</i> alkeny jednopodstawione (winyl)	(m)	3040-3010
alkeny wdupodstawione <i>cis</i>	m	3095-3075
alkeny wdupodstawione <i>trans</i>	m	3040-3010
alkeny wdupodstawione <i>gem</i>	m	3095-3075
alkeny trópodstawione	m	3040-3010
<i>c</i> alkiny	s	~3300
<i>d</i> aromatyczne	v	~3030
2. C-H zginające		
<i>a</i> alkany, C-H	w	~1340
alkany, -CH ₂ -	m	1485-1445
alkany, -CH ₃	m	1470-1430
alkany, <i>gem</i> -dwumetylo	s	1380-1370
alkany, <i>gem</i> -dwumetylo	s	1385-1380
alkany, <i>t</i> -butylo	s	1370-1365
alkany, <i>t</i> -butylo	m	1395-1385
alkany, <i>t</i> -butylo	s	~1365
<i>b</i> alkeny jednopodstawione (winyl)	s	995-985
alkeny jednopodstawione (winyl)	s	915-905
alkeny jednopodstawione (winyl)	s	1420-1410
alkeny wdupodstawione <i>cis</i>	s	~690
alkeny wdupodstawione <i>trans</i>	s	970-960
alkeny wdupodstawione <i>trans</i>	m	1310-1295
alkeny wdupodstawione <i>gem</i>	s	895-885
alkeny wdupodstawione <i>gem</i>	s	1420-1410
alkeny trópodstawione	s	840-790
<i>c</i> alkiny	s	~630
<i>d</i> aromatyczne, typ podstawienia:		
5 sąsiadujących atomów wodoru	v,s	~750
5 sąsiadujących atomów wodoru	v,s	~700
4 sąsiadujące atomy wodoru	v,m	~750
3 sąsiadujące atomy wodoru	v,m	~780
2 sąsiadujące atomy wodoru	v,m	~830
1 atom wodoru	v,m	~880
3. C-C rozciągające wiązań wielokrotnych		
<i>a</i> alkeny nieskoniugowane	v	1680-1620
alkeny jednopodstawione (winyl)	m	~1645
alkeny wdupodstawione <i>cis</i>	m	~1658
alkeny wdupodstawione <i>trans</i>	m	~1675
alkeny wdupodstawione <i>gem</i>	m	~1653

	alkeny trópodstawione	m	~1669
	alkeny czteropodstawione	w	~1669
	dieny	w	~1650
		w	~1600
<i>b</i>	alkiny jednopodstawione	m	2140-2100
	alkiny dwupodstawione	v,w	2260-2190
<i>c</i>	alleny	m	~1960
		m	~1060
<i>d</i>	aromatyczne	v	~1600
		v	~1580
		m	~1500
		m	~1450
B. chromofory karbonylowe			
1. ketony; drgania rozciągające karbonylu			
<i>a</i>	nasycone acykliczne	s	1725-1705
<i>b</i>	nasycone cykliczne		
	pierścienie 6- i wyżej członowe	s	1725-1705
	pierścienie 5-członowe	s	1750-1740
	pierścienie 4-członowe	s	~1775
<i>c</i>	α , β -nienasycone acykliczne	s	1685-1665
<i>d</i>	α , β -nienasycone cykliczne		
	pierścienie 6- i wyżej członowe	s	1685-1665
<i>e</i>	α , β , α' , β' -nienasycone cykliczne	s	1670-1663
<i>f</i>	arylowe	s	1700-1680
<i>g</i>	dwuarylowe	s	1670-1660
<i>h</i>	α -diketony	s	1730-1710
<i>i</i>	β -diketony (enolizujące)	s	1640-1540
<i>j</i>	1,4-chinony	s	1690-1660
<i>k</i>	keteny	s	~2150
2. aldehydy			
<i>a</i>	drgania rozciągające karbonylu		
	nasycone alifatyczne	s	1740-1720
	α , β -nienasycone alifatyczne	s	1705-1680
	α , β , γ , δ -nienasycone alifatyczne	s	1680-1660
	arylowe	s	1715-1695
<i>b</i>	C-H drgania rozciągające, dwa pasma	w	2900-2820
		w	2775-2700
3. drgania rozciągające grupy estrowej			
<i>a</i>	nasycone acykliczne	s	1750-1735
<i>b</i>	nasycone cykliczne	s	1750-1735
	δ -laktony (i większe pierścienie)	s	1750-1735
	γ -laktony	s	1780-1760
	β -laktony	s	~1820
<i>c</i>	nienasycone		
	estry typu winylowego	s	1800-1770
	α , β -nienasycone i arylowe	s	1730-1717
	α , β -nienasycone δ -laktony	s	1730-1717
	β , γ -nienasycone γ -laktony	s	1760-1740

	β , γ -nienasycone γ -laktony	s	~1800
d	α -ketoestry	s	1755-1740
e	β -ketoestry (enolizujące)	s	~1650
f	węglany	s	1780-1740
4. kwasy karboksylowe			
a	drżania rozciągające karbonylu		
	nasycone alifatyczne	s	1725-1700
	α , β -nienasycone alifatyczne	s	1715-1690
	arylowe	s	1700-1680
b	drżania rozciągające hydroksylu (zasocjowanego), kilka pasm	w	2700-2500
c	drżania rozciągające anionu karboksylanowego	s	1610-1550 1400-1300
5. bezwodniki kwasów karboksylowych			
a	nasycone acykliczne	s	1850-1800
		s	1790-1740
b	α , β -nienasycone i arylowe, acykliczne	s	1830-1780
		s	1770-1720
c	nasycone, pierścienie	s	1870-1820
	5-członowe	s	1800-1750
d	α , β -nienasycone, pierścienie	s	1850-1800
	5-członowe	s	1830-1780
6. chlorki kwasów karboksylowych			
a	fluorki acylowe	s	~1850
b	chlorki acylowe	s	~1795
c	bromki acylowe	s	~1810
d	α , β -nienasycone i arylowe	s	1780-1750
		m	1750-1720
7. amidy			
a	drżania rozciągające karbonylu		
	I-rzędowe - ciała stałe lub stężone roztwory	s	~1650
	I-rzędowe rozcieńczone roztwory	s	~1690
	II-rzędowe - ciała stałe lub stężone roztwory	s	1680-1630
	II-rzędowe rozcieńczone roztwory	s	~1700-1670
	III-rzędowe - ciała stałe lub stężone roztwory	s	1670-1630
	δ -laktamy cykliczne - rozcieńczone roztwory	s	1680
	γ -laktamy cykliczne - rozcieńczone roztwory	s	~1700
	γ -laktamy cykliczne skondensowane		
	z innymi pierścieniami - rozcieńczone roztwory	s	1750-1700
	β -laktamy cykliczne - rozcieńczone roztwory	s	1760-1730
	β -laktamy cykliczne skondensowane		
	z innymi pierścieniami - rozcieńczone roztwory	s	1780-1770
	imidy acykliczne	s	~1710
		s	~1700
	imidy cykliczne, pierścień 6-członowy	s	~1710
		s	~1700

	imidy cykliczne α , β -nienasycone, pierścień 6-członowy	s	~1730
	imidy cykliczne, pierścień 5-członowy	s	~1670
		s	~1770
		s	~1700
	imidy cykliczne α , β -nienasycone, pierścień 5-członowy	s	~1790
		s	~1710
<i>b</i>	N-H drgania rozciągające		
	I-rzędowe niezasocjowane, dwa pasma	m	~3500
		m	~3400
	I-rzędowe zasocjowane, dwa pasma	m	~3350
		m	~3180
	II-rzędowe niezasocjowane, jedno pasmo	m	~3430
	II-rzędowe zasocjowane, jedno pasmo	m	3320-3140
<i>c</i>	N-H drgania zginające		
	I-rzędowe amidy - rozcieńczone roztwory	s	1620-1590
	II-rzędowe amidy - rozcieńczone roztwory	s	1550-1510
C. Różne grupy chromoforowe			
1. alkohole i fenole			
<i>a</i>	O-H drgania rozciągające		
	niezasocjowana grupa OH	v, sh	3650-3590
	grupa OH związana międzycząsteczkowym wiązaniem wodorowym (zmienia się z rozcieńczeniem),		
	związki z jednym mostkiem wodorowym	v, sh	3550-3450
	asocjacja polimeryczna	s, b	3400-3200
	grupa OH związana wewnątrzcząsteczkowym wiąz. wodorowym (nie zmienia się z rozcieńczeniem),		
	związki z jednym mostkiem wodorowym	v, sh	3570-3450
	związki chelatowe	w, b	3200-2500
<i>b</i>	O-H drgania zginające i C-O rozciągające		
	I-rzędowe alkohole	s	~1050
		s	1350-1260
	II-rzędowe alkohole	s	~1100
		s	1350-1260
	III-rzędowe alkohole	s	~1150
		s	1410-1310
	fenole	s	~1200
		s	1410-1310
2. aminy			
<i>a</i>	N-H drgania rozciągające		
	I-rzędowe niezasocjowane, dwa pasma	m	~3500
		m	~3400
	II-rzędowe niezasocjowane, jedno pasmo	m	3500-3310
	iminy (=N-H), jedno pasmo	m	3400-3300

	sole amin	m	3130-3030
<i>b</i>	N-H drgania zginające		
	I-rzędowe	s-m	1650-1590
	II-rzędowe	w	1650-1550
	sole amin	s	1600-1575
		s	~1500
<i>c</i>	C-N drgania rozciągające		
	aromatyczne I-rzędowe	s	1340-1250
	aromatyczne II-rzędowe	s	1350-1280
	aromatyczne III-rzędowe	s	1360-1310
	alifatyczne	w	1220-1020
		w	~1410
	3. nienasycone związki azotowe		
<i>a</i>	C=N drgania rozciągające	m	2260-2240
	nitryle alkilowe	m	2235-2215
	α , β -nienasycone nitryle alkilowe	m	2240-2220
	izocyjaniany	m	2275-2240
	izonitryle	m	2220-2070
<i>b</i>	>C=N- drgania rozciągające (iminy, oksymy)		
	związki alkilowe	v	1690-1640
	związki α , β -nienasycone	v	1660-1630
<i>c</i>	-N=N- drgania rozciągające, związki azowe	v	1630-1575
<i>d</i>	-N=C=N- drgania rozciągające, dwuiminy	s	2155-2130
<i>e</i>	N ₃ drgania rozciągające, azydki	s	2160-2120
		w	1340-1180
<i>f</i>	C-NO ₂ , związki nitrowe		
	aromatyczne	s	1570-1500
		s	1370-1300
	alifatyczne	s	1570-1550
		s	1380-1370
<i>g</i>	O-NO ₂ , azotany	s	1650-1600
		s	1300-1250
<i>h</i>	C-NO, związki nitrozowe	s	1600-1500
<i>i</i>	O-NO, azotyny	s	1680-1650
		s	1625-1610
	4. związki halogenowe		
	C-X drgania rozciągające		
<i>a</i>	C-F	s	1400-1000
<i>b</i>	C-Cl	s	800-600
<i>c</i>	C-Br	s	600-500
<i>d</i>	C-J	s	~500
	5. związki siarkowe		
<i>a</i>	S-H drgania rozciągające	w	2600-2550
<i>b</i>	C=S drgania rozciągające	s	1200-1050
<i>c</i>	S=O drgania rozciągające		
	sulfotlenki	s	1070-1030
	sulfony	s	1160-1140

siarczany (IV)	s	1350-1300
	s	1230-1150
	s	1430-1350
chlorki sulfonowe	s	1185-1165
	s	1370-1340
sulfonamidy	s	1180-1140
	s	1350-1300
kwasy sulfonowe	s	1210-1150
	s	1060-1030
	s	~650

s - (ang. *strong*) pasmo silnie intensywne,
 m - (ang. *medium*) pasmo średnio intensywne,
 b - (ang. *broad*) pasmo średnie,
 w - (ang. *weak*) pasmo słabo intensywne,
 v - (ang. *variable*) pasmo o zmiennej intensywności,
 sh - (ang. *sharp*) pasmo ostre.

8.2.3. Spektroskopia NMR.

W spektroskopii NMR (ang. *nuclear magnetic resonance*) wykorzystuje się zjawisko magnetycznego rezonansu jądrowego. Zjawisko to wiąże się z oddziaływaniem zewnętrznego pola magnetycznego na jądra izotopów, których sumaryczny spin jądrowy I jest różny od zera.















Widmo NMR jest wykresem zależności intensywności absorpcji od częstotliwości absorbowanego promieniowania elektromagnetycznego. Taki zapis sugeruje, że technika pomiarowa widm polega na naświetlaniu próbki, która znajduje się w zewnętrznym polu magnetycznym o stałym natężeniu H_0 , promieniowaniem elektromagnetycznym o zmieniającej się częstotliwości. W rzeczywistości próbkę naświetla się promieniowaniem o stałej częstotliwości, a zmienia się natężenie pola magnetycznego. Zapis graficzny widma jest możliwy, gdyż natężenie pola magnetycznego i częstotliwość pochłanianego promieniowania są proporcjonalne.

Różnica w położeniu sygnałów na wykresie od określonego protonu i od protonów wzorca nazywa się przesunięciem chemicznym. Wartość przesunięcia chemicznego można podawać albo w jednostkach częstotliwości (Hz, $\Delta\nu$), i wtedy zależy ona od rodzaju aparatu, od częstotliwości wzorcowej nadajnika promieniowania elektromagnetycznego, albo w tzw. ppm (*part per milion*) (δ), i wtedy wartość ta nie zależy od rodzaju stosowanego aparatu. Wartość przesunięcia chemicznego (δ) można przedstawić wzorem:

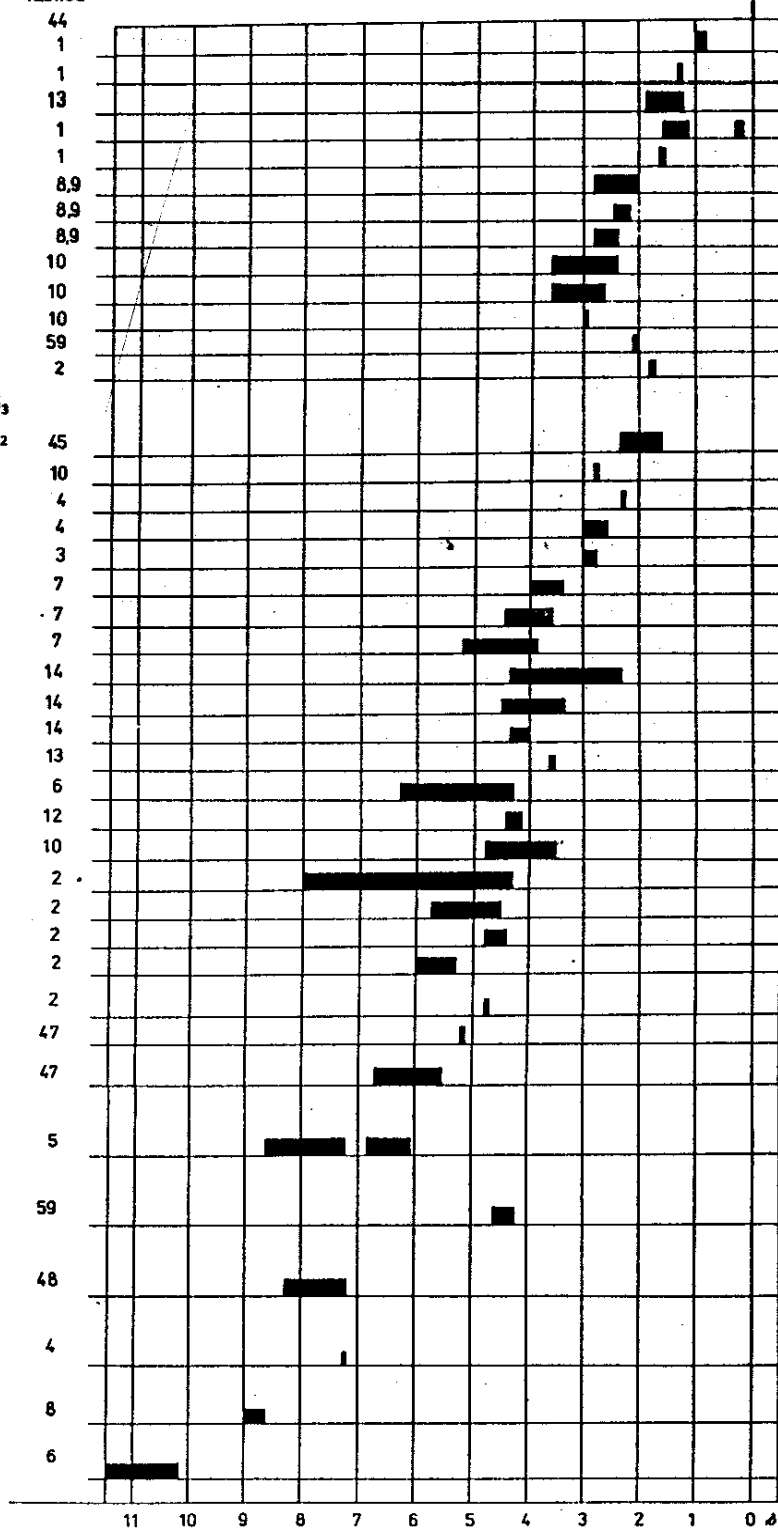
$$\delta = \frac{V_{\text{próbki}} - V_{\text{wzorca}}}{V_{\text{stosowane_w_aparacie}}} \cdot 10^6.$$

Poniżej podano wybrane przesunięcia chemiczne protonów w związkach organicznych:

Charakterystyczne przesunięcia chemiczne (δ) protonów w związkach organicznych $^1\text{H NMR}$

$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	
CH_2-CH_2 , $(\text{CH}_3)_3\text{CH}$, $(\text{CH}_3)_4\text{C}$	
CH_3-CH_2-	
$\text{R}-\text{SH}$	
$-\text{CH}_2-$ w pierścieniu	
$(\text{CH}_3)_3\text{CH}$	
CH_3-X	} CHO, COR, } COC_6H_5 , COOH } COOR, CONH ₂
$-\text{CH}_2-\text{X}$	
$>\text{CH}-\text{X}$	
CH_3-X	} >N (acykliczne) } >N (cykliczne II-rz. III-rz.) } sole IV-rz.
$-\text{CH}_2-\text{X}$	
$>\text{CH}-\text{X}$	
CH_3CN	
$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)_2$	} CHO, COCH ₃ , COOCH ₃ , OCOCH ₃ } $\text{C}\equiv\text{CH}$, C_6H_5 , CN, Br, $\text{CH}=\text{CH}_2$
$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{X}$	
$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}-\text{X}$	
CH_2-NH_2	
CH_3-Ar	
$\text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{Ar}$, $\text{Ar}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Ar}$, $(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{Ar}$	
$\text{HC}\equiv\text{C}-$	
CH_3-X	} OH, OR, OAr } OCOR, OCORAr } OCOF ₃
$-\text{CH}_2-\text{X}$	
$>\text{CH}-\text{X}$	
CH_3-X	} F, Cl, Br, I
$-\text{CH}_2-\text{X}$	
$>\text{CH}-\text{X}$	
$\text{Ar}-\text{SH}$	
$\text{R}-\text{OH}$	
CH_3NO_2 , $-\text{CH}_2\text{NO}_2$, $>\text{CHNO}_2$	
$\text{Ar}-\text{NH}_2$	
$-\text{CH}=\text{CH}-$ sprzężone	
$-\text{CH}=\text{CH}-$ izolowane	
$\text{CH}_2=\text{C}$ terminalne	
 cykliczne	
$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)_2$	
$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CHCH}_3$	} CHO, COCH ₃ , COOCH ₃ } OCOCH ₃ , $\text{C}\equiv\text{C}$, CN, Ar
$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}-\text{X}$	
	
	
	
	
	
	
	
	} NO_2 , COR, Cl, Br, I, OH, OR, NH ₂
	
	
	
	
	

Tablica



9. Spis cytowanej literatury.

- Achremowicz Lucjan, Sroka Mirosław, Laboratorium Chemii organicznej. Wydawnictwo Politechniki Wrocławskiej; Wrocław, 1980
- Aldrich, Katalog handlowy; Polska, 2003-2004
- Bochwic B., Preparatyka organiczna. PWN, Warszawa, 1969
- Gancarz Irena, Gancarz Roman, Skrypt do laboratorium chemii organicznej. Wrocław, 1995
- Hendrich Aleksandra, Chemia ogólna. Ćwiczenia laboratoryjne. Wydawnictwo Politechniki Wrocławskiej; Wrocław, 1993
- Jerzmanowska Zofia, Substancje roślinne. Metody wyodrębniania. PWN; Warszawa, 1967
- Mizierski Witold, Tablice chemiczne. Wydawnictwo Adamantan; Warszawa, 1997
- Morrison Robert Thornton, Boyd Robert Nielson, Chemia organiczna. Wydawnictwo Naukowe PWN; Warszawa, 1996
- Rendle G.P., Vokins M.D.W., Davis P.M.H., Experimental Chemistry. A laboratory manual. Edward Arnold LTD; London, 1969
- Vogel Artur I., Preparatyka organiczna. Wydawnictwa Naukowo – Techniczne; Warszawa, 1964
- Wawrzeńczyk Czesław, Chemia organiczna. Właściwości chemiczne i spektroskopowe związków organicznych. Wydawnictwo Akademii Rolniczej we Wrocławiu; Wrocław, 1997
- Wilkinson J. H., Semi-micro organic preparations. 1954, str. 75.