

## **CZĘŚĆ A: ANALIZA SUBSTANCJI ORGANICZNYCH**

### WSTĘP

#### A1. KRYSTALIZACJA

- A.1.1. Dobór właściwego rozpuszczalnika do krystalizacji.
- A.1.2. Identyfikacja oczyszczonego związku.

#### A.2. OZNACZANIE STAŁYCH FIZYCZNYCH ORAZ USTALANIE SKŁADU PIERWIASTKOWEGO ZWIĄZKÓW ORGANICZNYCH

#### A.3. CHROMATOGRAFIA CIENKOWARSTWOWA (TLC)

- A.3.1. TLC barwników roślinnych.
- A.3.2. TLC barwników organicznych.
- A.3.3. Dobór rozpuszczalników do chromatografii bibułowej barwników zawartych w tuszu pisaka

#### A.4. GRUPOWE REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE ZWIĄZKÓW KARBONYLOWYCH

- A.4.1. Reakcje charakterystyczne dla aldehydów i ketonów.
- A.4.2. Reakcje charakterystyczne dla aldehydów.
- A.4.3. Reakcje charakterystyczne dla ketonów.

#### A.5. IDENTYFIKACJA SUBSTANCJI ORGANICZNYCH POPRZEZ POCHODNE KRYSTALICZNE

- A.5.1. Osazony cukrów
- A.5.2. Semikarbazony związków karbonylowych

#### A.6. DESTYLACJA I EKSTRAKCJA

- A.6.1. Olejek goździkowy
- A.6.2. Olejek anyżowy
- A.6.3. Kofeina z herbaty
- A.6.4. Trigliceryd trimirystyna z gałki muskatołowej

## WSTĘP

Zagadnienia analityczne obejmują problemy jakościowe (rozdział mieszanin, oczyszczanie związków organicznych, wyznaczanie ich stałych fizycznych, ustalanie składu jakościowego i wreszcie szeroko pojętej struktury, a także identyfikacja związków znanych) oraz ilościowe (np. wyznaczanie wzoru cząsteczkowego i masy cząsteczkowej). Należy jednak pamiętać, że w codziennej praktyce analitycznej stosuje się powszechnie do ustalania struktury związków metody spektroskopowe takie jak widma w podczerwieni (IR), widma w nadfiolecie i świetle widzialnym (UV-VIS), magnetyczny rezonans jądrowy (NMR) i spektrometria masowa (MS)).

Identyfikacja związków może dotyczyć substancji znanych i opisanych w literaturze lub też nowych połączeń otrzymanych na drodze syntezy lub wyisobnionych z materiału naturalnego. W obu przypadkach sposób postępowania w klasycznej analizie jakościowej jest identyczny i obejmuje:

- ustalenie czystości związku,
- oznaczenie temperatury topnienia ciała stałego lub temperatury wrzenia cieczy,
- ustalenie zawartości poszczególnych pierwiastków w związku,
- oznaczenie tzw. grupy rozpuszczalności związku co pozwala na przyporządkowanie związku do grupy o określonych właściwościach chemicznych,
- identyfikację grup funkcyjnych w związkach za pomocą reakcji charakterystycznych,
- otrzymanie pochodnych krystalicznych danego związku, co pozwala na jego ostateczną identyfikację, jeśli jest to związek znany.

Pełny tok analizy związku organicznego jest pracochłonny i wymaga wielu godzin eksperymentowania, stąd też niniejsze ćwiczenia traktują tylko przykładowo poszczególne etapy analizy, posługując się materiałem i procesami, które mogą być interesujące dla studentów biologii, biologii molekularnej i biotechnologii.

A jak wytłumaczyć zamieszczenie w części analitycznej ćwiczeń z izolacji substancji z materiału roślinnego? Jeżeli przez materiał roślinny rozumie się skomplikowaną mieszaninę związków chemicznych, w tym oligomerów i polimerów, to rozdział tej złożonej mieszaniny w celu wydobycia jednego lub kilku związków jest też analizą (z greckiego: *análysis* – rozbiór, rozkład złożonej całości na składniki).

 [DO SPISU TREŚCI](#)

## A.1. KRYSTALIZACJA

(Szczegółowe zasady postępowania omówione są w rozdziale V.1. KRYSTALIZACJA w zasadniczej części skryptu)

Celem części **A.1.1.** niniejszego ćwiczenia jest dobór odpowiedniego rozpuszczalnika do krystalizacji nieznanego związku, a następnie jego oczyszczenie przez krystalizację.

Część **A.1.2.** niniejszego ćwiczenia obejmuje identyfikację otrzymanego do analizy związku na podstawie porównania oznaczonej temperatury topnienia z danymi umieszczonymi w Tabeli 1 (analizowana substancja znajduje się w tym spisie związków) oraz wyników „prób mieszania” wykonanych kolejno ze wszystkimi związkami o zbliżonych temperaturach topnienia.

### Część doświadczalna

#### **Odczynniki:**

[etanol](#)

[toluen](#)

[eter naftowy \(tw. 60 - 90 °C\)](#)

[aceton](#)

[octan etylu](#)

#### **Sprzęt laboratoryjny:**

6 probówek

kolba okrągłodenna 100 cm<sup>3</sup>

chłodnica zwrotna wodna

lejek szklany

kolba stożkowa 100 cm<sup>3</sup>

lejek Büchnera

kolba ssawkowa

plaszcz grzejny

pipety

kapilary

***UWAGA: Praca z odczynnikiem toksycznymi i drażniącymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!***

#### **A.1.1. Dobór właściwego rozpuszczalnika do krystalizacji.**

Próbki badanego związku umieszcza się w sześciu kolejnych oznaczonych probówkach (w każdej po ok. 30 mg substancji) i dodaje się do probówek po 1 cm<sup>3</sup> każdego z rozpuszczalników, czyli wody, etanolu, toluenu, eteru naftowego, acetonu i octanu etylu. Wszystkie probówki wstrząsa się i obserwuje rozpuszczalność związku. Eliminuje się te rozpuszczalniki, w których związek rozpuszcza się całkowicie już w temperaturze pokojowej. Pozostałe probówki ogrzewa się ostrożnie w płaszczu grzejnym tak, aby doprowadzić roztwory do wrzenia. Probówki, w których nastąpiło całkowite rozpuszczenie się osadu, odstawia się na 15 minut do ochłodzenia i obserwuje, czy powstają kryształy substancji rozpuszczonej. Do probówek, w których osady w temperaturze wrzenia roztworu nie rozpuściły się, dodaje się stopniowo odpowiedni rozpuszczalnik aż do objętości ok. 3 cm<sup>3</sup> i ponownie ogrzewa do wrzenia. Eliminuje się te rozpuszczalniki, w których próbka nadal nie uległa rozpuszczeniu. Pozostałe probówki z klarownymi roztworami odstawia się na 15 minut do krystalizacji w temperaturze pokojowej. Obserwuje się narastanie kryształów i na podstawie wyników eksperymentalnych wybiera się najbardziej odpowiedni rozpuszczalnik.<sup>1</sup>

Pozostałą po doborze rozpuszczalnika substancję waży się, mierzy jej temperaturę topnienia, a następnie przeprowadza krystalizację całej ilości związku z uprzednio dobranego

<sup>1</sup> Pozostałe po doborze rozpuszczalnika roztwory umieszcza się w odpowiednich pojemnikach: toluen, eter naftowy i octan etylu w pojemniku **O** (ciepłe, palne, bez fluorowców), roztwór acetonowy oraz wodny w pojemniku **A** (roztwory acetonowe), a roztwór etanolowy w pojemniku **E**.

rozpuszczalnika. Niezbędną ilość rozpuszczalnika można oszacować na podstawie wyników prób doboru rozpuszczalnika, stosując odpowiednią proporcję. Przykładowo, jeżeli 30 mg próbki rozpuściło się na gorąco w 1 cm<sup>3</sup> wody, to można oczekiwać, że do krystalizacji 1 g próbki będzie należało użyć 33 cm<sup>3</sup> wody. Nie należy jednak dodawać od razu całej ilości rozpuszczalnika, lecz rozpocząć od wprowadzenia ok. 2/3 oszacowanej ilości, czyli w omawianym przypadku ok. 22 cm<sup>3</sup> wody. Możliwe jest jednak, że efektywna krystalizacja będzie wymagała użycia znacznie większej ilości rozpuszczalnika, niż wynikało to z szacunków. Kolba, w której będzie ogrzewany roztwór, powinna zatem pomieścić objętość roztworu nawet dwukrotnie większą od oszacowanej.

Kolejne etapy ćwiczenia, czyli rozpuszczanie badanej próbki we wrzącym rozpuszczalniku w kolbie okrągłodennej pod chłodnicą zwrotną, sączenie gorącego roztworu przez sączek faldowany, pozostawienie roztworu do krystalizacji i odsączenie wydzielonego osadu na lejku Büchnera należy wykonywać zgodnie z opisem podanym w rozdziale *Krystalizacja*. Przesącze po krystalizacji należy pozostawić do czasu uzyskania pewności, że wydajność krystalizacji jest zadowalająca.<sup>1</sup>

Oczyszczoną i wysuszoną substancję waży się i ponownie oznacza temperaturę topnienia. Próbki pozostawiane do wysuszenia należy koniecznie opisać symbolem próbki i swoim nazwiskiem! Gdy istnieje podejrzenie, że próbka nadal jest zanieczyszczona (topnienie zachodzi w szerokim przedziale temperatury lub w temperaturze niższej niż przed krystalizacją), należy ponownie przeprowadzić krystalizację. Jeżeli można uznać, że próbka jest czysta, oblicza się wydajność procesu krystalizacji.

### **A.1.2. Identyfikacja oczyszczonego związku.**

Spośród związków podanych w Tabeli 1 wybiera się substancje o temperaturach topnienia zbliżonych do badanej próbki i wykonuje się z nimi próby mieszania. Jednakowe ilości badanego związku i wzorca miesza się i **dokładnie rozciera**, a następnie oznacza temperaturę topnienia. W oparciu o wyniki prób mieszania dokonuje się identyfikacji analizowanej próbki.

---

<sup>1</sup> Niepotrzebne przesącze umieszcza się w odpowiednich pojemnikach: toluen, eter naftowy i octan etylu w pojemniku **O** (ciekłe, palne, bez fluorowców), roztwór acetonowy w pojemniku **A** (roztwory acetonowe), a roztwór etanolowy w pojemniku **E**. Sposób postępowania z roztworami wodnymi należy uzgodnić z prowadzącym ćwiczenie. Sączki należy umieścić w pojemniku **P** (stałe, palne).

TABELA 1: Analizowane związki organiczne uszeregowane według rosnącej temperatury topnienia.

L.p.	Nazwa związku	Tt. [°C]
1	<a href="#">Bifenyl</a>	70
2	<a href="#">2-Nitroanilina</a>	71
3	<a href="#">1,3-Dinitrobenzen</a>	90
4	<a href="#">Benzyldenoazyna</a>	92
5	<a href="#">Benzoesan 2-naftyłu</a>	110
6	<a href="#">Acetanilid</a>	114
7	<a href="#">3-Nitroanilina</a>	114
8	<a href="#">4-Nitrofenol</a>	114
9	<a href="#">Kwas benzoesowy</a>	122
10	<a href="#">2-Naftol</a>	123
11	<a href="#">Kwas cynamonowy</a>	133
12	<a href="#">Benzoina</a>	137
13	<a href="#">Kwas 2-chlorobenzoesowy</a>	139
14	<a href="#">Kwas 3-nitrobenzoesowy</a>	141
15	<a href="#">Kwas antranilowy</a>	144 – 6
16	<a href="#">4-Nitroanilina</a>	147
17	<a href="#">Kwas salicylowy</a>	159
18	<a href="#">Benzanilid</a>	163
19	<a href="#">Benzimidazol</a>	171 - 2
20	<a href="#">1-Jodo-4-nitrobenzen</a>	171
21	<a href="#">Kwas 4-aminobenzoesowy</a>	186 – 7
22	<a href="#">Benzoiloglicyna</a>	187

**Zadania:**

1. Narysuj wzór strukturalny substancji zidentyfikowanej w części **A.1.2.** ćwiczenia.
2. Czy aby otrzymać duże kryształy w trakcie krystalizacji, należy nasycony roztwór oziębiać wolno, czy szybko?
3. Jeśli związek nie chce krystalizować z roztworu, to pocieramy ścianki probówki pręcikiem szklanym. Jaki jest cel tej czynności?

**Sprawozdanie z ĆWICZENIA A.1. powinno zawierać następujące dane:**

1. Cel ćwiczenia:
2. Temperatura topnienia związku otrzymanego do krystalizacji:
3. Masa związku przeznaczonego do krystalizacji:
4. Próby rozpuszczalności związku:

Rozpuszczalnik	Rozpuszczalność na zimno	Rozpuszczalność na gorąco	Rozpuszczalność po dodaniu rozpuszczalnika i ponownym ogrzaniu
Woda			
Etanol			
Toluen			
Eter naftowy			
Aceton			
Octan etylu			

**Legenda:** R – rozpuszczalny; X - brak rozpuszczalności.

5. Wnioski z doboru rozpuszczalnika:
6. Masa kryształów otrzymanych po krystalizacji:
7. Obliczenie wydajności procesu:
8. Próby mieszania:

Związek dodany do substancji badanej	Temperatura topnienia mieszaniny

9. Substancja zidentyfikowana:
10. Wnioski końcowe i odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:

 [DO SPISU TREŚCI](#)

## A.2. OZNACZANIE STAŁYCH FIZYCZNYCH ORAZ USTALANIE SKŁADU PIERWIASTKOWEGO ZWIĄZKÓW ORGANICZNYCH

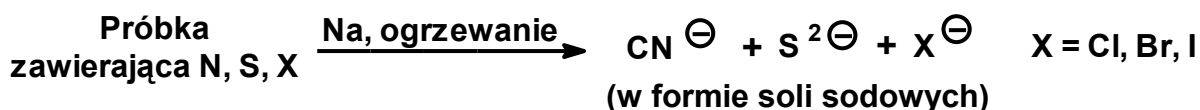
Mając do czynienia z nieznaną substancją, należy sprawdzić, czy jest to substancja organiczna. W tym celu spala się niewielką ilość badanego związku na szpatułce metalowej w płomieniu palnika. Już sama palność związku z wytworzeniem produktów gazowych (głównie CO<sub>2</sub> i para wodna) świadczy o jego organicznej naturze. Natomiast po spaleniu związków nieorganicznych pozostaje popiół tlenków. Należy pamiętać, że sole związków organicznych również pozostawiają na szpatułce osad, świadczący o obecności metalu w związku. Doświadczonemu chemikowi obserwacja procesu spalania może dostarczyć wielu cennych informacji. I tak np. substancje o dużej zawartości węgla w stosunku do wodoru (węglowodory aromatyczne) barwią płomień na kolor żółtopomarańczowy i wydzielają w trakcie spalania sadzę, natomiast pochodne węglowodorów alifatycznych, zwłaszcza zawierające tlen, powodują niebieskie zabarwienie płomienia.

Aby scharakteryzować daną substancję organiczną, należy oznaczyć jej stałe fizyczne, a więc temperaturę topnienia ciał stałych oraz temperaturę wrzenia dla cieczy (patrz rozdział *Oznaczanie stałych fizycznych* w zasadniczej części skryptu). Należy też zwrócić uwagę na wygląd substancji oraz jej barwę. Substancję można bardzo ostrożnie powąchać, kierując jej pary dłonią w kierunku nosa. Natomiast **zakazane jest sprawdzanie smaku substancji analizowanej**.

Dalszy krok w analizie związku organicznego stanowi oznaczenie zawartości pierwiastków najczęściej występujących w związkach organicznych obok węgla i wodoru, a więc fluorowców (chloru, bromu lub jodu), azotu i siarki.

Fluorowce najprościej jest wykryć w tzw. próbie Beilsteina, która polega na spalaniu niewielkiej ilości badanego związku na siatce miedzianej. Związki organiczne zawierające fluorowce ogrzewane z tlenkiem miedzi(II) tworzą, z wyjątkiem fluoru lotne halogenki miedzi, które barwią płomień na zielono lub niebiesko-zielono. Fluorek miedzi(II) również tworzy się w takiej próbie, nie jest jednak lotny. Zabarbienie płomienia wykazują także inne związki (między innymi tiomocznik, cyjanki, tiocyjaniany niektóre pochodne pirydyny i puryny), ma więc ona znaczenie jedynie orientacyjne. **Należy pamiętać, że w próbie Beilsteina mogą się tworzyć bardzo toksyczne i odporne termicznie związki z grupy halogenopochodnych dibenzodioksyn lub dibenzofuranów; próbę, jako bardzo czułą, należy więc wykonać dla niewielkiej ilości badanej substancji pod sprawnie działającym wyciągiem**

W próbie Beilsteina nie można jednak wykryć rodzaju fluorowca. Aby to ustalić, należy dokonać rozkładu badanej substancji w procesie stapiania próbki z metalicznym sodem, co pozwala także na wykrycie azotu i siarki. Wszystkie te pierwiastki zawarte w związku organicznym w trakcie jego degradacji termicznej z udziałem sodu zostają przeprowadzone w związki jonowe, których wykrycie za pomocą czułych reakcji z odczynnikami nieorganicznymi nie jest skomplikowane.



## Część doświadczalna

### **Odczynniki:**

[sód metaliczny](#)  
[pentacyjanonitrozyloželazian\(III\) sodu \(nitroprusydek sodu\)](#)  
[siarczan\(VI\) żelaza\(II\)](#)  
[kwas siarkowy\(VI\) \(10%\)](#)  
[kwas azotowy\(V\) \(10%\)](#)  
[azotan\(V\) srebra \(1%\)](#)  
[amoniak stęż.](#)  
[chloroform](#)  
[manganian\(VII\) potasu](#)

### **Sprzęt laboratoryjny:**

fiolki szklane  
szpatułka metalowa  
parowniczk  
szcypce  
próbówki  
siatka miedziana  
palnik gazowy  
termometr

**UWAGA: Praca z odczynnikiemi toksycznymi i żrącymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem! Szczególną ostrożność należy zachować podczas pracy z metalicznym sodem!**

Dla otrzymanych do analizy dwu próbek (ciecz i ciało stałe) należy wykonać następujące badania:

- sprawdzić, czy badany związek jest substancją organiczną (przez spalanie na szpatułce),
- oznaczyć temperaturę topnienia dla ciała stałego, a dla cieczy temperaturę wrzenia,
- wykonać stapianie z sodem metalicznym oraz próby na obecność siarki, azotu i fluorowców.

### **Próba Beilsteina na fluorowce**

Na wyprażoną w płomieniu i ochłodzoną siatkę miedzianą wprowadza się odrobinę substancji badanej, po czym ogrzewa się siatkę w płomieniu palnika. Zielononiebieskie zabarwienie wskazuje na obecność fluorowca.

### **Stapianie z sodem**

Do szklanej fiolki wprowadza się mały kawałek metalicznego sodu, a następnie odrobinę badanej substancji (kilka kryształków lub 2-3 krople). Fiolkę trzymaną przy pomocy metalowych szcypiec wprowadza się do płomienia palnika i bardzo ostrożnie ogrzewa aż do stopienia sodu, a następnie ogrzewa się mocno jej dno do czerwonego żaru i gorącą fiolkę wrzuca do parowniczk z 5 - 10 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. (**Uwaga:** nadmiar użytej wody zmniejsza stężenie badanych jonów w roztworze, co może prowadzić do błędnych wyników analizy). Jeśli fiolka nie pęknie, rozbija się ją szklanym pręcikiem. Płyn z parowniczk sący się, a bezbarwny przesącz wykorzystuje się do dalszych prób. Jeśli przesącz jest żółty lub brunatny, próbę stapiania należy powtórzyć, gdyż rozkład związku nie był całkowity. Dla szczególnie lotnych związków można dodać do fiolki przed stopieniem substancji z sodem niewielką ilość cukru.

### **Próba na siarkę**

Do około 1 cm<sup>3</sup> badanego alkalicznego przesączu dodaje się 4 - 5 kropli rozcieńczonego 0,1% wodnego, świeżo przygotowanego roztworu nitroprusydku sodu Na<sub>2</sub>[Fe(CN)<sub>5</sub>NO]. Krótkotrwałe pojawienie się intensywnego, ciemnopurpurowego zabarwienia związku kompleksowego Na<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>5</sub>NOS] wskazuje na zawartość siarki w badanej próbce.<sup>1</sup>

---

<sup>1</sup> Zawartość próbówki umieszcza się w pojemniku **W-Z**.



### **Próba Lassaigne'a na azot**

Okolo 3 cm<sup>3</sup> silnie alkalicznego przesącza ogrzewa się do wrzenia z kryształkiem siarczanu(VI) żelaza(II). Początkowo wytrąca się wodorotlenek żelaza(II), który w trakcie ogrzewania na powietrzu ulega częściowemu utlenieniu do związków żelaza(III). Po ochłodzeniu dodaje się rozcieńczonego kwasu siarkowego(VI) do odczynu kwaśnego (kontrola przy pomocy papierka wskaźnikowego). Jeśli substancja zawiera azot, to występuje zielononiebieskie zabarwienie roztworu, a po dłuższym odstaniu wydziela się osad błękitu pruskiego (heksacyjanożelazianu(II) żelaza(III)) Fe<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]<sub>3</sub><sup>1</sup>.

### **Próba na fluorowce**

Jeśli badana substancja nie zawiera ani azotu, ani siarki, to 2 cm<sup>3</sup> alkalicznego przesącza zakwasza się rozcieńczonym kwasem azotowym(V) i dodaje się kilka kropli 1% roztworu azotanu(V) srebra. Powstanie białego lub żółtego osadu wskazuje na zawartość chloru, bromu lub jodu. Jeśli substancja zawiera azot lub siarkę, to 2 cm<sup>3</sup> badanego przesącza po zakwaszeniu rozcieńczonym kwasem azotowym(V) ogrzewa się do wrzenia przez kilka minut dla odpędzenia siarkowodoru lub cyjanowodoru. Po zagęszczeniu do połowy objętości i uzupełnieniu wodą destylowaną do pierwotnej objętości wykonuje się próbę z azotanem(V) srebra.

### **Ustalanie rodzaju fluorowca**

Otrzymany w próbie na fluorowce osad halogenku srebra, po zdekantowaniu płynu, zadaje się niewielką objętością stężonego amoniaku. Rozpuszczenie się osadu AgX wskazuje na obecność chloru. Jeśli osad jest jasnożółty i rozpuszcza się tylko częściowo, oznacza to, że substancja zawiera brom. Osad żółty i zupełnie nierozpuszczalny w amoniaku wskazuje na zawartość jodu. W praktyce zdarza się, że zamiast wyraźnego osadu pojawia się niewielka ilość rozproszony koloidalnego osadu, wtedy objętość dodawanego amoniaku powinna być znikoma, a rozpoznanie fluorowca jest szczególnie trudne.<sup>2</sup>

Rodzaj obecnego w próbce fluorowca można też ustalić stosując reakcje redoksove. Opiera się to na fakcie, że bardziej aktywny chlor wypiera brom i jod z ich związków. W celu przeprowadzenia takiej próby 1–2 cm<sup>3</sup> roztworu po stopieniu z sodem zakwasza się rozcieńczonym kwasem siarkowym, ochładza i dodaje 1 cm<sup>3</sup> chloroformu. Następnie przygotowuje się roztwór 5% kwasu chlorowodorowego z dodatkiem kilku kryształków KMnO<sub>4</sub>. Stanowi on ekwiwalent wody chlorowej (jony chlorkowe zostają utlenione manganianem(VII) potasu do wolnego chloru). Roztwór ten dodaje się kroplami do badanej próbki przy energicznym mieszaniu. Warstwa organiczna może pozostać bezbarwna, co wskazuje na obecność chloru w próbce, może przyjąć barwę brunatną lub czerwobrunatną, co wskazuje na obecność bromu w próbce, lub może przyjąć barwę fioletową, co wskazuje na obecność jodu w próbce. Ta ostatnia barwa zanika po dodaniu nadmiaru wody chlorowej, gdyż dalsze utlenianie jodu daje bezbarwny jodan.<sup>3</sup>

### **Zadania:**

1. Dlaczego siatkę miedzianą przed wykonaniem próby Beilsteina należy dobrze wyprażyć?
2. Napisz ciąg reakcji prowadzących do otrzymywania błękitu pruskiego w próbie Lassaigne'a.

---

<sup>1</sup> Zawartość próbki umieszcza się w pojemniku **W-K**.

<sup>2</sup> Zawartość próbki przed dodaniem amoniaku (w razie braku fluorowców) umieszcza się w pojemniku **W-K**, a po ewentualnym dodaniu amoniaku w pojemniku **W-Z**.

<sup>3</sup> Zawartość próbki umieszcza się w pojemniku **O**.

**Sprawozdanie z ĆWICZENIA A.2. powinno zawierać następujące dane:**

1. Cel ćwiczenia:
2. Tabela z wynikami obserwacji i pomiarów:

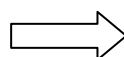
	Substancja stała	Substancja ciekła
Ogólna charakterystyka substancji		
Temperatura topnienia		
Temperatura wrzenia		
Próba na azot		
Próba na siarkę		
Próba Beilsteina na fluorowce		
Próba na fluorowce z $\text{AgNO}_3$		
Ustalenie rodzaju fluorowca w próbie z $\text{AgNO}_3$		
Ustalenie rodzaju fluorowca w próbie z wodą chlorową		

3. Wnioski końcowe dotyczące składu substancji:

Substancja stała:

Substancja ciekła:

4. Odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:



[DO SPISU TREŚCI](#)

## A.3. CHROMATOGRAFIA CIENKOWARSTWOWA (TLC):

### ROZDZIAŁ I IDENTYFIKACJA SUBSTANCJI ORGANICZNYCH

*(Szczegółowe zasady postępowania omówione są w rozdziale V.5. CHROMATOGRAFIA w zasadniczej części skryptu)*

Celem niniejszego ćwiczenia jest zapoznanie się z tą metodą na trzech przykładach: rozdziału i identyfikacji na podstawie wartości współczynników  $R_f$ , barwników roślinnych ([A.3.1.](#)) lub barwników organicznych ([A.3.2.](#) i [A.3.3.](#)).

#### A.3.1. TLC barwników roślinnych.

Celem ćwiczenia jest potwierdzenie przydatności chromatografii cienkowarstwowej do rozdziału i identyfikacji barwników roślinnych zawartych w świeżych liściach. Barwniki roślinne odgrywają poważną rolę w metabolizmie organizmów żywych. Najważniejsze z nich to karotenoidy (wśród nich żółte węglowodory zbudowane z jednostek izoprenowych, czyli  $\alpha$ -,  $\beta$ - i  $\gamma$ -karoteny oraz ksantofile, będące ich żółtymi analogami ketonowymi lub wodorotlenowymi) oraz zielone barwniki porfiryne skompleksowane z magnezem, czyli chlorofil A (niebieskozielony) i chlorofil B (żółtozielony).

### Część doświadczalna

#### Odczynniki:

płytko TLC pokryta  $\text{SiO}_2$

[toluen](#)

[etanol bezw.](#)

[aceton](#)

[eter naftowy \(tw. 40 - 60 °C\)](#)

#### Sprzęt laboratoryjny:

komora chromatograficzna

pęseta

kapilary

małe probówki

moździerz

pipeta Pasteura

#### Przygotowanie próbki

Kilka listków (lekko zwiędniętych) pietruszki, selera, szczawiu, roszponki, mniszka lub innej rośliny nie zawierającej zbyt wiele wody myje się, osusza (np. ręcznikiem papierowym) i rozdrabnia w moździerze z dodatkiem niewielkiej ilości suchego piasku. Do otrzymanej papki dodaje się po ok. 2 ml acetonu i eteru naftowego i ponownie uciera. Ekstrakt wciąga się przez watkę do pipetki Pasteura i przenosi do mikroprobówki. Ciecz rozdziela się na dwie fazy: dolną zabarwioną na żółto, zawierającą dużo wody oraz górną, organiczną o ciemnozielonej barwie. Warstwy rozdziela się dokładnie, wciągając do pipetki Pasteura górną, zieloną warstwę, którą następnie umieszcza się w małej fiołce i poddaje analizie chromatograficznej.

#### Wykonanie oznaczenia

Próbkę badanego ekstraktu nanosi się kilkakrotnie przy pomocy bardzo cienkiej kapilary na skrawek bibuły. Po uzyskaniu odpowiedniej wprawy (plamki powinny mieć małą średnicę i intensywną barwę), nanosi się zielony roztwór na płytkę w miejscu zaznaczonej ołówkiem linii startu. Przygotowuje się komorę do rozwijania chromatogramu. Może to być zamykany słoik wyłożony bibułą, zawierający eluent, czyli mieszaninę eteru naftowego, toluenu i bezw. etanolu w stosunku 8:3:2. Następnie umieszcza się płytkę w komorze

i rozwija chromatogram. Gdy czoło eluenta znajduje się w odległości 0,5 - 1 cm od górnej krawędzi płytki, należy ją wyjąć pęsetką, a przy pomocy ołówka zaznaczyć czoło rozpuszczalnika oraz obrysować poszczególne plamki. Po wysuszeniu płytki obliczyć  $R_f$  dla poszczególnych plamek. Wiedząc, że w tych warunkach wartości  $R_f$  wynoszą odpowiednio:  $\beta$ -karoten: 0,80 - 0,90; chlorofil A: 0,65 - 0,70; chlorofil B: 0,60 - 0,65; ksantofile: 0,55 - 0,60 należy zidentyfikować barwniki w badanej roślinie.

**Uwaga:** Na chromatogramie mogą pojawić się barwne plamy produktów degradacji chlorofili, szczególnie gdy roślina była zwiędnięta, wysuszona lub zamrożona. Uzyskane wartości  $R_f$  mogą się nieco różnić od podanych powyżej, gdyż zależą one bardzo silnie od składu eluenta i aktywności nośnika. Nigdy nie ma pewności, że dwa eksperymenty zostały wykonane przy zachowaniu identycznych warunków.

### A.3.2. TLC barwników organicznych.

Celem ćwiczenia jest wykrycie, które z wzorcowych barwników organicznych (eozyna, fluoresceina, czerwień metylowa, oranż 2-naftolowy, 1-fenyloazo-2-naftol – zwany też Sudanem I) znajdują się w mieszaninie otrzymanej do analizy.

### Część doświadczalna

#### **Odczynniki:**

płytki do TLC pokryta  $\text{SiO}_2$   
mieszanina [toluenu](#) z [acetanem](#) w stosunku 3 : 1  
roztwory barwników o stęż. ok. 0,1 % w toluenie lub etanolu:  
[eozyna](#), [oranż 2-naftolowy](#),  
[fluoresceina](#), [czerwień metylowa](#)  
[1-fenyloazo-2-naftol \(Sudan I\)](#)

#### **Sprzęt laboratoryjny:**

komora chromatograficzna  
pęseta  
kapilary

#### **Wykonanie oznaczenia**

Na gotową płytkę pokrytą żelem krzemionkowym nanosi się kapilarą roztwory pięciu wzorców oraz badaną próbkę. Następnie umieszcza się płytkę w komorze zawierającej eluent, czyli mieszaninę toluenu i acetonu w stosunku 3:1 i rozwija chromatogram. Gdy czoło rozpuszczalnika znajdzie się w odległości 0,5 - 1 cm od górnej krawędzi płytki, należy ją wyjąć przy pomocy pęsety, zaznaczyć ołówkiem czoło rozpuszczalnika i po wysuszeniu obliczyć wartości  $R_f$  dla poszczególnych plamek. Na podstawie obliczonych wartości  $R_f$  oraz barwy plamek należy określić skład badanej próbki.

### A.3.3. Dobór rozpuszczalników do chromatografii bibułowej barwników zawartych w tuszu pisaka

Celem ćwiczenia jest dobór właściwego eluenta do rozdzielania barwników zawartych w tuszu pisaka. Stosuje się tu chromatografię bibułową, w której nośnikiem jest bibuła filtracyjna.

### Część doświadczalna

#### **Odczynniki:**

bibuła filtracyjna  
[chloroform](#)  
[etanol](#)  
[aceton](#)  
[octan etylu](#)  
nasycony roztwór [chlorku sodu](#) w wodzie

#### **Sprzęt laboratoryjny:**

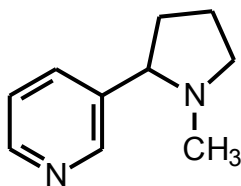
4 szalki Petriego  
pisak lub długopis

### Wykonanie oznaczenia

Dobiera się dwie szalki Petriego o jednakowej średnicy oraz sącdek o średnicy nieco większej. Z cienkiego paska bibuły, skręcając go ciasno w rurkę, wykonuje się rodzaj knota i przeciąga się go przez mały otwór wykonany na środku sącza z bibuły filtracyjnej. Knot powinien mieć wysokość nieco większą od wysokości pojedynczej szalki Petriego. Wokół knota rysuje się pisakiem okrąg. Można też narysować okrąg różnymi pisakami, robiąc przerwy pomiędzy poszczególnymi kolorami. Do szalki wlewa się eluent do ok. 1/3 wysokości i przykrywa ją sączkiem tak, aby knot sięgał dna i nasiąkał rozpuszczalnikiem. Sącdek nakrywa się drugą szalką. Rozpuszczalnik wsiąkając w bibułę rozwija centryczny chromatogram. Po wyjęciu sącza i jego wysuszeniu należy **poczynić odpowiednie obserwacje i wyciągnąć wnioski**. Ćwiczenie powtarza się kilkakrotnie dla różnych rozpuszczalników lub ich mieszanin<sup>1</sup> posługując się przy tym szeregiem eluotropowym, zamieszczonym w rozdziale *CHROMATOGRAFIA*.

### Zadania:

1. W jakim celu ściany komory rozwijającej wyklada się bibułą nasyconą układem rozwijającym?
2. Alkaloid nikotynę chromatografowano na płytkach pokrytych zelem krzemionkowym. Rozpuszczalnik przebył drogę 8 cm. W układzie rozwijającym chloroform/metanol/amoniak substancja przebyła 6,3 cm, natomiast w układzie rozwijającym chloroform/metanol/kwas octowy droga przebyta przez substancję wyniosła zaledwie 0,6 cm. Oblicz współczynniki  $R_f$  i wyjaśnij to zjawisko.

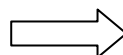


nikotyna

3. Dlaczego czasem stosuje się jako eluent mieszaninę rozpuszczalników?

### Sprawozdanie z **ĆWICZENIA A.3.** powinno zawierać następujące dane:

1. Cel ćwiczenia:
2. Opis sposobu przygotowania materiału roślinnego do chromatografii oraz warunków wykonania chromatogramów:
3. Dołączone chromatogramy z obliczonymi wartościami  $R_f$  dla ćwiczeń A.3.1. i A.3.2. oraz interpretację tych wyników:
4. Informację, jakie rozpuszczalniki lub ich mieszaniny zostały użyte w próbach rozdzielania barwników zawartych w tuszu pisaka/pisaków:
5. Odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:



[DO SPISU TREŚCI](#)

<sup>1</sup> Po skończonej pracy używane rozpuszczalniki wylewa się z szalek Petriego do pojemnika **O** (za wyjątkiem wody).

## A.4. GRUPOWE REAKCJE CHARAKTERYSTYCZNE ZWIĄZKÓW KARBONYLOWYCH

Reakcje grupowe to testowe, stosunkowo szybkie i łatwe do przeprowadzenia w skali półmikro reakcje charakterystyczne dla grup funkcyjnych występujących w związkach organicznych. Ich pozytywny rezultat pozwala ustalić strukturę badanego nieznanego związku. Niniejsze ćwiczenie stanowi przykład zastosowania reakcji grupowych do badania aldehydów i ketonów. Niektóre z tych reakcji są charakterystyczne dla obydwu klas związków, inne pozwalają na ich rozróżnienie i mają charakter wybiórczy. Celem ćwiczenia jest przeprowadzenie odpowiednich testów i określenie czy dwie próbki otrzymane do analizy to związki karbonylowe, a jeśli tak, to czy są to aldehydy, czy ketony.

### Część doświadczalna

#### **Odczynniki:**

[chlorowodorek hydroksyloaminy](#)  
[etanol](#)  
[oranż metylowy \(1% roztwór w etanolu\)](#)  
[wodorotlenek sodu](#)  
[kwas chlorowodorowy stężony](#)  
[2,4-dinitrofenylohydrazyna \(roztwór w etanolu\)](#)  
roztwory Fehlinga I i II  
[azotan\(V\) srebra \(1% roztwór\)](#)  
[amoniak stężony](#)  
[manganian\(VII\) potasu](#)  
[wodorotlenek potasu](#)  
[1,3-dinitrobenzen](#)  
[pentacyjanonitrozyłozelazian\(III\) sodu](#)  
[\(nitroprusydek sodu\)](#)  
[kwas octowy](#)

#### **Sprzęt laboratoryjny:**

próbówki  
źródło ciepła

***UWAGA: Praca z odczynnikiem toksycznymi i żrącymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!***

#### **A.4.1. Reakcje charakterystyczne dla aldehydów i ketonów.**

##### **Wykrywanie grupy karbonylowej w próbie z chlorowodorkiem hydroksyloaminy**

Tworzeniu oksymu w tej reakcji towarzyszy wydzielanie chlorowodoru, co można wykryć za pomocą wskaźnika.

Niewielką ilość chlorowodoru hydroksyloaminy rozpuszcza się w etanolu i dodaje kilka kropli etanolowego roztworu oranżu metylowego (uzyskany roztwór powinien mieć barwę jasnopomarańczową). Następnie do tej próbki dodaje się kryształek lub kroplę badanej substancji. Zmiana barwy z pomarańczowej na różowoczerwoną wskazuje na obecność grupy karbonylowej. Jeśli nie ma żadnych objawów reakcji, należy próbkę ogrzać do wrzenia. Próba powyższa dotyczy związków o charakterze obojętnym.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Zawartość próbek umieszcza się w pojemniku ○

### **Reakcja związków karbonylowych z 2,4-dinitrofenylohydrazyną**

Tworzące się w tej reakcji 2,4-dinitrofenylohydrazony aldehydów i ketonów są słabo rozpuszczalne i wydzielają się szybko po zmieszaniu substratów.

Do 3 cm<sup>3</sup> odczynnika - 2,4-dinitrofenylohydrazyny w etanolu - dodaje się 2-3 krople (150 - 200 mg) badanej substancji. Jeżeli po upływie 10 min wytrąci się żółty krystaliczny osad lub olej krzepnący po pewnym czasie, świadczy to o obecności grupy karbonylowej.<sup>1</sup>

### **A.4.2. Reakcje charakterystyczne dla aldehydów.**

#### **Reakcja aldehydów z odczynnikiem Fehlinga**

Do zmieszanych porcji (po 2,5 cm<sup>3</sup>) roztworów Fehlinga I i II (I – roztwór wodny siarczanu(VI) miedzi(II), II – roztwór wodny winianu potasowo-sodowego i wodorotlenku sodu) dodaje się 0,2 g badanego związku i ogrzewa do wrzenia. Odbarwienie mieszaniny i osadzenie się na ściankach i dnie próbówki ceglastoczerwonego osadu tlenku miedzi(I) mogą świadczyć o tym, że badany związek jest aldehydem.<sup>2</sup>

**Uwaga:** Tylko niektóre aldehydy reagują z odczynnikiem Fehlinga w sposób jednoznaczny, dlatego też nie należy uważać wyników tej reakcji za decydujące kryterium obecności lub braku grupy –CHO w badanym związku.

#### **Reakcja aldehydów z odczynnikiem Tollensa**

W dobrze wymytej próbówce umieszcza się 0,5 cm<sup>3</sup> 1% roztworu azotanu(V) srebra, 0,5 cm<sup>3</sup> 1% roztworu wodnego wodorotlenku sodu i dodaje się kroplami stęż. roztwór amoniaku aż do rozpuszczenia wydzielonego osadu. Do tego roztworu dodaje się parę kropli lub kryształków aldehydu i wstrząsa mieszaninę. Jeżeli aldehyd nie rozpuszcza się w wodzie, to należy dodać jego roztwór w minimalnej ilości etanolu. Po kilku minutach, zwykle jednak dopiero po ogrzaniu do temperatury 50 – 60 °C, na ściankach próbówki osadza się tzw. lustro srebrne lub wypada szary, bezpostaciowy osad metalicznego srebra.<sup>2</sup>

**Uwaga:** Niektóre ketony (np. cyklopentanon, cykloheksanon i dibenzoil) dają także pozytywny wynik próby Tollensa.

#### **Reakcja aldehydów z manganianem(VII) potasu**

Do 0,5 g aldehydu dodaje się kroplami, wstrząsając, 5% roztwór manganianu(VII) potasu aż do uzyskania trwałego zabarwienia. Zmiana barwy z fioletowej na brunatną potwierdza obecność aldehydu (nie jest to reakcja wybiórcza!).<sup>3</sup>

Brunatna barwa pochodzi od wytrącającego się w formie zawiesiny tlenku manganu(IV), natomiast roztwór odbarwia się, co można zaobserwować pobierając z próbówki precyzyjnie kroplę zawiesiny i umieszczając ją na skrawku bibuły.

### **A.4.3. Reakcje charakterystyczne dla ketonów.**

#### **Reakcja z 1,3-dinitrobenzenem (wykrywanie ketonów metylowych i metylenowych)**

Do niewielkiej ilości alkoholowego roztworu badanej substancji dodaje się kilka kryształków 1,3-dinitrobenzenu i kilka kropli 15% wodnego roztworu wodorotlenku potasu. Wystąpienie intensywnego, czerwono-fioletowego zabarwienia świadczy o obecności w badanej substancji ugrupowania CH<sub>3</sub>CO- lub –CH<sub>2</sub>CO- (podobne zachowanie wykazują również niektóre aldehydy).<sup>4</sup>

---

<sup>1</sup> Zawartość próbek umieszcza się w pojemniku **O**

<sup>2</sup> Zawartość próbek umieszcza się w pojemniku **W-Z**

<sup>3</sup> Zawartość próbek umieszcza się w pojemniku **W-M**

<sup>4</sup> Zawartość próbek umieszcza się w pojemniku **O**

### Reakcja Legala (charakterystyczna dla ketonów metylowych i metylenowych)

Alkoholowy roztwór badanego związku (1 – 2 krople) miesza się z dwiema kroplami 5% wodnego roztworu nitroprusydku sodu, a następnie po upływie kilku minut alkalizuje się, dodając jedną kroplę 30% roztworu wodorotlenku sodu. Powstaje brunatnoczerwone zabarwienie, zmieniające się na niebieskie lub czerwone po ostrożnym zakwaszeniu mieszanki kwasem octowym.<sup>1</sup>

#### Zadania:

- Po wykonaniu ćwiczenia zapytaj prowadzącego, jakie związki dostałeś do analizy i napisz ich reakcje z :
  - chlorowodorkiem hydroksyloaminy
  - 2,4-dinitrofenylohydrazyną
- Napisz równania reakcji, które zaszły w wyniku zastosowania konkretnych związków w próbach z odczynnikami Fehlinga i Tollensa. Jakie właściwości badanych aldehydów zostały wykazane za pomocą tych procesów?
- Co jest przyczyną odbarwiania się roztworu manganianu(VII) potasu pod wpływem aldehydu? Jakie inne związki dają pozytywną próbę z manganianem(VII) potasu? Napisz odpowiednie reakcje.

#### Sprawozdanie z ĆWICZENIA A.4. powinno zawierać:

- Tabela z wynikami obserwacji (np. zmiana barwy, powstawanie osadu itp.):

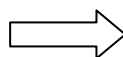
Odczynnik	Próbka I	Próbka II
Chlorowodorek hydroksyloaminy		
2,4-Dinitrofenylohydrazyna		
Odczynnik Fehlinga		
Odczynnik Tollensa		
Manganian(VII) potasu		
1,3-Dinitrobenzen		
Pentacyjanonitrozyżelazian(III) sodu (nitroprusydek sodu)		

- Wnioski końcowe dotyczące badanych substancji:

Próbka I:

Próbka II:

- Odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:



[DO SPISU TREŚCI](#)

<sup>1</sup> Zawartość probówek umieszcza się w pojemniku **O**



## A.5. IDENTYFIKACJA SUBSTANCJI ORGANICZNYCH POPRAWZ POCHODNE KRYSZTALICZNE

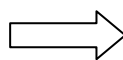
Ostatnim etapem analizy związków organicznych jest otrzymanie i scharakteryzowanie ich pochodnych krystalicznych. Posługując się, w zależności od struktury badanego związku, różnorodnymi reakcjami, można go przeprowadzić w stałą pochodną, a następnie porównać jej właściwości z dostępnymi danymi literaturowymi. Uzyskana zgodność danych jest podstawą rozpoznania związku. Pochodne krystaliczne analizowanych związków powinny być łatwe do otrzymania i oczyszczenia oraz cechować się ostrą temperaturą topnienia. Analiza kształtu i sposobu ułożenia kryształów pochodnej (tak jak w przypadku osazonów) jest przeprowadzana niezwykle rzadko.

W niniejszym ćwiczeniu analiza ta dotyczy identyfikacji cukrów za pomocą właściwości otrzymanych z nich osazonów (A.5.1.) lub identyfikacji związków karbonylowych poprzez ich semikarbazony (A.5.2.)

### INSTRUKCJE:

#### [A.5.1. Osazony cukrów](#)

#### [A.5.2. Semikarbazony związków karbonylowych](#)

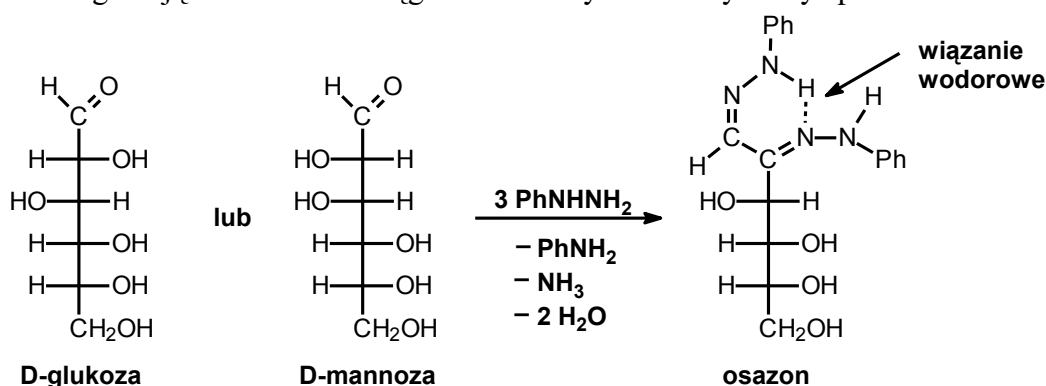


[DO SPISU TREŚCI](#)

### A.5.1. Osazony cukrów

Tworzenie się osazonów w reakcji cukrów (aldoz lub ketoz) z nadmiarem fenylohydrazyny jest jedną z najbardziej charakterystycznych reakcji dla tej grupy związków. Mechanizm tej reakcji jest dość złożony. W pierwszym etapie w wyniku reakcji cukru z fenylohydrazyną powstaje fenylohydrazon. W kolejnym etapie z enolu powstałego w wyniku tautomeryzacji fenylohydrazonu tworzy się anilina i ketimina, której reakcja z dwoma molami fenylohydrazyny prowadzi do powstaniu osazonu i amoniaku.

E. Fischer stwierdził, że tworzenie osazonów jest przydatne nie tylko do identyfikacji cukrów, ale także do określania ich konfiguracji np. dwie diastereoizomeryczne aldoheksozy D-glukoza i D-mannoza tworzą taki sam osazon. Wynika z tego, że te dwie aldozy różnią się jedynie konfiguracją wokół atomu węgla C-2. Cukry takie nazywamy epimerami.



Osazony są zwykle żółtymi, krystalicznymi związkami, o dobrze wykształconych kryształach. Są trudno rozpuszczalne w zimnej wodzie. Oglądane pod mikroskopem charakterystyczne postacie osazonów, jak również czas ich tworzenia mogą służyć do identyfikacji cukrów. Temperatura topnienia lub rozkładu są mniej pewnym parametrem. Dane te dla niektórych cukrów zestawiono w Tabeli 2.

TABELA 2: Właściwości analizowanych cukrów i ich osazonów

Cukier <sup>a)</sup>	Temperatura rozkładu cukru [°C]	Czas tworzenia się osazonu [min.]	Temperatura rozkładu osazonu <sup>b)</sup> [°C]
L-Arabinoza	160	10	166
Celobioza	225	*	198
D-Fruktoza	104	2	205
D-Galaktoza	170 (bezw.)	15-19	201
D-Glukoza	146 (bezw.)	4-5	205
D-Ksyloza	145	7	164
Laktoza	203 (hydrat)	*	200
Maltoza	165 (hydrat)	*	206
Sacharoza	185	30**	205

<sup>a)</sup> Analizowane cukry nie stwarzają zagrożenia dla zdrowia człowieka i środowiska naturalnego. Związki te nie nadają się jednak do spożycia!

<sup>b)</sup> Brak danych dotyczących wpływu osazonów na organizm człowieka i innych możliwych zagrożeń. Związki te należy traktować jako potencjalnie niebezpieczne dla zdrowia, unikać kontaktu ze skórą i oczami.

\* Osazony wydzielają się dopiero po ochłodzeniu ze względu na dobrą rozpuszczalność w gorącej wodzie.

\*\*W tym czasie następuje hydroliza i utworzenie osazonu monocukrów.

Celem ćwiczenia jest identyfikacja dwóch otrzymanych do analizy cukrów poprzez syntezę i scharakteryzowanie ich osazonów.

## Część doświadczalna

### **Odczynniki:**

[chlorowodorek fenylohydrazyny](#) (2 razy po 0,2 g)  
[octan sodu uwodn.](#) (2 razy po 0,3 g)

### **Sprzęt laboratoryjny:**

probówki  
zlewka 250 cm<sup>3</sup>  
szkiełka mikroskopowe  
bagietka szklana  
źródło ciepła

W próbówce umieszcza się kolejno 0,1 g badanego cukru, 0,2 g chlorowodoru fenylohydrazyny, 0,3 g krystalicznego octanu sodu i 5 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Zawartość próbówki mocno wytrząsa się. Probówkę zatkaną zwitkiem waty umieszcza się w zlewce z wrzącą wodą, przy czym ilość wody w zlewce powinna być taka, aby zawartość probówek była całkowicie zanurzona. Gdyby substancje stałe nie rozpuściły się na zimno, to po chwilowym ogrzaniu należy ponownie wymieszać roztwór, nie wyjmując jednak próbówki z wrzącej wody. Następnie obserwuje się uważnie, po ilu minutach od chwili zanurzenia próbówki do wrzącej wody pojawi się wyraźne zmętnienie ze zmianą barwy na intensywnie żółtą lub żółty osad. Te próbówki wyjmuje się ze zlewki i pozostawia do ostygnięcia. Probówki, w których nie pojawiło się zmętnienie po 30 minutach, wyjmuje się również ze zlewki i pozostawia do ochłodzenia. Zawiesiny utworzonych kryształków obserwuje się pod mikroskopem.<sup>1</sup> Należy odrysować postać krystaliczną oraz sposób ułożenia kryształów w większe zespoły, po czym porównać uzyskany obraz z fotografiami osazonów, dostępnymi na sali ćwiczeń.

Bardzo dobrej jakości zdjęcia osazonów wybranych cukrów można znaleźć na stronie internetowej Uniwersytetu w Lille (Francja) pod adresem:

<http://www4.ac-lille.fr/~svt/labo/glucide/osazo/exposa.htm>

### **Zadania:**

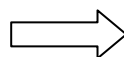
1. Sacharoza w reakcji z fenylohydrazyną daje po 30 minutach osad osazonu, który jest wynikiem wtórnej reakcji produktów hydrolizy disacharydu z fenylohydrazyną. Jaki osazon tworzy się w tej reakcji? Napisz zachodzące kolejno reakcje.
2. Narysuj wzory L-glukozy i L-mannozy w projekcji Fischera oraz wzory rzutowe Hawortha  $\alpha$ -D-glukopiranozy i  $\beta$ -D-glukopiranozy.

### **Sprawozdanie z ĆWICZENIA A.5.1. powinno zawierać:**

1. Tabelę z wynikami obserwacji:

	Czas tworzenia się osazonu	Postać krystaliczna (wynik obserwacji pod mikroskopem i porównania obrazu ze zdjęciami osazonów, ewentualnie szkic postaci kryształów)	Wnioski
Cukier I			
Cukier II			

2. Odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:



[Do początku rozdziału A.5](#)

<sup>1</sup> Zawartość probówek umieszcza się w pojemniku **W-Z**

### A.5.2. Semikarbazony związków karbonylowych

Semikarbazony, które powstają w reakcji semikarbazydu ze związkami karbonylowymi są szczególnie przydatne w identyfikacji aldehydów i ketonów. Sposób ich wykorzystania w analizie przedstawia następujący przykład. Dwa ketony, pentan-2-on i pentan-3-on, posiadają identyczną temperaturę wrzenia (102 °C). Dają także identyczne reakcje charakterystyczne, tak więc ich rozróżnienie jest możliwe dopiero po przeprowadzeniu w pochodną krystaliczną, na przykład w semikarbazon. Różnica pomiędzy temperaturami topnienia semikarbazonów obu ketonów wynosi aż 33 °C, czyli bez trudu można określić, który z ketonów był analizowany. Oczywiście można dokonać takiej analizy przy pomocy metod spektroskopowych, szczególnie <sup>1</sup>H NMR.

Celem ćwiczenia jest identyfikacja otrzymanego do analizy ciekłego aldehydu bądź ketonu.

#### Część doświadczalna

##### **Odczynniki:**

[chlorowodorek semikarbazydu](#) 1,0 g  
[octan sodu bezw.](#) 1,5 g  
[etanol](#)

##### **Sprzęt laboratoryjny:**

kolba okrągłodenna 100 cm<sup>3</sup>  
kolba okrągłodenna 50 cm<sup>3</sup>  
chłodnica zwrotna wodna  
lejek Büchnera  
kolba ssawkowa  
lejek szklany

Przed przystąpieniem do syntezy oznacza się temperaturę wrzenia otrzymanego do identyfikacji związku (patrz rozdział *Oznaczanie stałych fizycznych* w zasadniczej części skryptu).

Następnie w kolbie okrągłodennej o poj. 50 cm<sup>3</sup> rozpuszcza się na zimno 1 cm<sup>3</sup> aldehydu lub ketonu w 3 cm<sup>3</sup> etanolu, po czym dodaje się 3 cm<sup>3</sup> wody. Ewentualne zmętnienie usuwa się przez dodatek kilku kropli etanolu. Do tego roztworu dodaje się 1 g chlorowodoru semikarbazydu i 1,5 g bezwodnego octanu sodu. Wszystkie składniki dokładnie się miesza i ogrzewa mieszaninę przez 10 min na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną. Następnie po ostudzeniu chłodzi się mieszaninę reakcyjną intensywnie w wodzie z lodem pocierając ścianki naczynia bagietką. Gdyby nie pojawiały się kryształy, to należy dodać wody lub usunąć część etanolu przy pomocy wyparki obrotowej. Wydzielone kryształy semikarbazonu odsącza się na lejku Büchnera<sup>1</sup> i krystalizuje z wody lub z etanolu, lub z rozcieńczonego etanolu (1:1). Właściwy rozpuszczalnik do krystalizacji należy dobrać samodzielnie.<sup>2</sup> Po wysuszeniu oznacza się temperaturę topnienia pochodnej i porównuje wynik z danymi w Tabeli 3.

---

<sup>1</sup> Przesącz umieszcza się w pojemniku **O**

<sup>2</sup> Przesącz wylewa się do zlewu (woda) lub umieszcza się w pojemniku **E**

TABELA 3: Właściwości analizowanych aldehydów / ketonów i ich semikarbazonów

Aldehyd / Keton <sup>a)</sup>	Temperatura wrzenia [°C]	Temperatura topnienia semikarbazonu <sup>b)</sup> [°C]
3-Metylobutan-2-on (keton izopropylowo-metylowy)	94	113
Pentan-2-on	102	106
Pentan-3-on	102	139
Pinakolon (keton <i>tert</i> -butylowo-metylowy)	106	158
Heksan-2-on	128	129
Tlenek mezytylu (4-metylopent-3-en-2-on)	130	164
Cyklopentanon	131	210
Cykloheksanon	155	167
Benzaldehyd	179	224
Nonan-5-on (keton dibutylowy)	185	90
Aldehyd salicylowy (2-hydroksybenzaldehyd)	196	231
Acetofenon	202	199
4-Metylobenzaldehyd	204	234

<sup>a)</sup> Analizowane związki karbonylowe są łatwopalnymi cieczami o intensywnym zapachu. Należy pracować pod sprawnym wyciągiem, z dala od źródeł ognia. Związki są szkodliwe po spożyciu, niektóre z nich mogą powodować podrażnienie skóry i oczu – należy nosić okulary i rękawice ochronne.

<sup>b)</sup> Brak danych dotyczących wpływu osazonów na organizm człowieka i innych możliwych zagrożeń. Związki te należy traktować jako potencjalnie niebezpieczne dla zdrowia, unikać kontaktu ze skórą i oczami.

### Zadania:

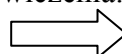
- Napisz równanie reakcji zidentyfikowanego związku karbonylowego z semikarbazodem. Jaką rolę pełni w tej reakcji octan sodu?
- Narysuj wzory strukturalne następujących związków :
  - chloral
  - butanodial
  - 6-metylocykloheks-2-enon
  - 1,4-difenylobutan-2-on
- Który ze związków, *p*-metoksybenzaldehyd czy *p*-nitrobenzaldehyd, jest bardziej reaktywny w reakcji addycji nukleofilowej? Odpowiedź uzasadnij, pamiętając o klasyfikacji podstawników omawianej przy reakcji substytucji elektrofilowej aromatycznej.

### Sprawozdanie z ĆWICZENIA A.5.2. powinno zawierać:

- Tabelę z wynikami obserwacji:

Temperatura wrzenia związku karbonylowego	Temperatura topnienia semikarbazonu oraz dobrany rozpuszczalnik do krystalizacji	Wniosek

- Odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:



[Do początku rozdziału A.5](#)

## A.6. DESTYLACJA I EKSTRAKCJA:

### WYODRĘBNIANIE PRODUKTÓW NATURALNYCH Z MATERIAŁU ROŚLINNEGO

*(Szczegółowe zasady postępowania omówione są w zasadniczej części skryptu w rozdziałach V.3. DESTYLACJA, V.4. EKSTRAKCJA oraz III.6. SUSZENIE – Suszenie cieczy)*

Chemik organik, biolog lub farmaceuta stają często przed problemem wydobycia związków chemicznych z materiału roślinnego. W wielu wypadkach rośliny są najtańszym źródłem tych substancji, dużo tańszym niż synteza laboratoryjna czy nawet przemysłowa. Najczęściej stosowane metody izolacji to destylacja z parą wodną i ekstrakcja w układzie ciało stałe – ciecz przy pomocy wody lub różnych rozpuszczalników organicznych.

W niniejszych instrukcjach opisane jest zastosowanie destylacji z parą wodną na przykładzie izolacji olejków eterycznych z popularnych roślin przyprawowych (A.6.1. i A.6.2.). Olejki eteryczne wyodrębniane z materiałów roślinnych stanowią zazwyczaj złożone mieszaniny różnorodnych substancji (węglowodorów, ketonów, aldehydów, alkoholi, estrów). Niektóre rośliny wytwarzają jednak olejki eteryczne szczególnie bogate w jeden określony składnik, który warunkuje charakterystyczny aromat przypraw takich jak np. goździki, kminek lub wanilia. Olejki eteryczne są wykorzystywane w przemyśle kosmetycznym, spożywczym, farmaceutycznym i innych.

Dalsze dwa ćwiczenia polegają na izolacji związków organicznych przy pomocy metod ekstrakcyjnych. Przy wydobyciu kofeiny z herbaty (A.6.3.) stosuje się w pierwszym etapie ekstrakcję liści herbaty gorącą wodą, a więc proces znany z codziennego życia jako „parzenie herbaty”. Bardziej skomplikowany proces ciągłej ekstrakcji w ekstraktorze jest podstawą drugiego ćwiczenia (A.6.4.). Gałka muszkatołowa świetnie znana z kuchni jako przyprawa o przyjemnym zapachu tym razem służy jako źródło tłuszczu.

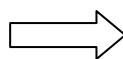
#### INSTRUKCJE:

[A.6.1. Olejek goździkowy](#)

[A.6.2. Olejek anyżowy](#)

[A.6.3. Kofeina z herbaty](#)

[A.6.4. Trigliceryd trimirystyna z gałki muszkatołowej](#)



[DO SPISU TREŚCI](#)

### A.6.1. Olejek goździkowy

Celem niniejszego ćwiczenia jest wyodrębnienie olejku goździkowego z wysuszonych i sproszkowanych goździków (A.6.1.a lub A.6.1.b).

#### a. Destylacja z parą wodną z zastosowaniem łapacza kropeł

##### Część doświadczalna

###### **Odczynniki:**

suszone goździki 10,0 g  
[chlórek metylenu](#) 40 cm<sup>3</sup>  
[siarczan\(VI\) magnezu](#)  
płytką do TLC pokrytą SiO<sub>2</sub>  
[chloroform](#)

###### **Sprzęt laboratoryjny:**

kolba okrągłodenna ze szlifem 500 cm<sup>3</sup>  
łapacz kropeł  
chłodnica wodna  
2 kolby stożkowe  
rozdzielacz  
lejek szklany  
moździerz  
komora chromatograficzna  
kapilary

W kolbie o pojemności 500 cm<sup>3</sup> połączonej poprzez łapacz kropeł z chłodnicą destylacyjną umieszcza się 10 g starannie utartych w moździeru goździków (*Eugenia caryophyllata*) i 300 cm<sup>3</sup> wody. Zawartość kolby ogrzewa się energicznie, prowadząc destylację z parą wodną do momentu, aż destylat będzie całkowicie klarowną cieczą. Zazwyczaj proces można zakończyć po zebraniu ok. 200 cm<sup>3</sup> destylatu.

#### b. Destylacja z parą wodną z zastosowaniem kociołka

##### Część doświadczalna

###### **Odczynniki:**

suszone goździki 10,0 g  
[chlórek metylenu](#) 40 cm<sup>3</sup>  
[siarczan\(VI\) magnezu](#)  
płytką do TLC pokrytą SiO<sub>2</sub>  
[chloroform](#)

###### **Sprzęt laboratoryjny:**

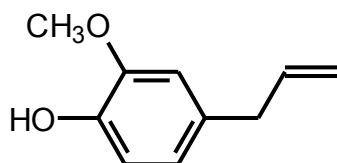
kolba okrągłodenna ze szlifem 500 cm<sup>3</sup>  
kociołek do wytwarzania pary wodnej  
nasadka do destylacji z parą wodną  
chłodnica wodna  
2 kolby stożkowe  
rozdzielacz  
lejek szklany  
moździerz  
komora chromatograficzna  
kapilary

W kolbie o pojemności 500 cm<sup>3</sup> połączonej poprzez nasadkę do destylacji z parą wodną z kociołkiem i z chłodnicą umieszcza się 10 g starannie utartych w moździeru goździków (*Eugenia caryophyllata*) i 200 cm<sup>3</sup> wody. Wodę w kociołku oraz zawartość kolby ogrzewa się energicznie, prowadząc destylację z parą wodną do momentu, aż destylat będzie całkowicie klarowną cieczą. Zazwyczaj proces można zakończyć po zebraniu ok. 200 cm<sup>3</sup> destylatu.

## Ekstrakcja

**UWAGA: Praca z odczynnikami toksycznymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!**

Otrzymany metodą **a.** lub **b.** destylat przenosi się do rozdzielacza i ekstrahuje dwukrotnie chlorkiem metylenu (porcjami po ok. 20 cm<sup>3</sup>).<sup>1</sup> Zebrane frakcje organiczne suszy się nad bezwodnym siarczanem(VI) magnezu, a po jego odsączeniu odparowuje rozpuszczalnik na wyparce obrotowej.<sup>2</sup> W kolbie pozostaje tzw. olejek goździkowy, którego głównym składnikiem jest eugenol [2-metoksy-4-(prop-2-enylo)fenol].



eugenol

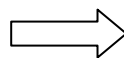
Olejek waży się i poddaje identyfikacji przy pomocy chromatografii cienkowarstwowej.

### TLC olejku goździkowego

Otrzymany w ćwiczeniu olejek goździkowy poddaje się próbie na obecność eugenolu z wykorzystaniem chromatografii cienkowarstwowej. Eugenol identyfikuje się stosując TLC w układzie SiO<sub>2</sub>/CHCl<sub>3</sub> (opis wykonywania chromatografii cienkowarstwowej podany jest w instrukcji do ćwiczenia A.3. oraz w rozdziale V.5 CHROMATOGRAFIA zasadniczej części skryptu). Na płytkę należy nanieść próbkę otrzymanego olejku rozpuszczonego w chloroformie (**Uwaga:** roztwór ten musi być bardzo rozcieńczony) i roztwór wzorcowy eugenolu. Położenie plamek obserwuje się pod lampą UV i zaznacza na płytce ołówkiem.

### Zadania:

1. Która wersja destylacji z parą wodną a) z kociołkiem, b) z wytwarzaniem pary wodnej w kolbie destylacyjnej jest bardziej wydajna i dlaczego?
2. Jakie inne rozpuszczalniki można zaproponować do ekstrakcji olejku goździkowego?



[Do początku rozdziału A.6](#)

---

<sup>1</sup> Fazę wodną wylewa się do zlewu pod dygestorium.

<sup>2</sup> Destylat umieszcza się w pojemniku **F**



## A.6.2. Olejek anyżowy

Celem niniejszego ćwiczenia jest wyodrębnienie olejku anyżowego z wysuszonego i sproszkowanego anyżku (A.6.2.a lub A.6.2.b).

### a. Destylacja z parą wodną z zastosowaniem łapacza kropeł

#### Część doświadczalna

##### **Odczynniki:**

nasiona anyżku 10,0 g  
[chlórek metylenu](#) 40 cm<sup>3</sup>  
[siarczan\(VI\) magnezu](#)  
płytką do TLC pokrytą SiO<sub>2</sub>  
[chloroform](#)

##### **Sprzęt laboratoryjny:**

kolba okrągłodenna ze szlifem 500 cm<sup>3</sup>  
łapacz kropeł  
chłodnica wodna  
2 kolby stożkowe  
rozdzielacz  
lejek  
moździerz  
komora chromatograficzna  
kapilary

W kolbie o pojemności 500 cm<sup>3</sup> połączonej poprzez łapacz kropeł z chłodnicą destylacyjną umieszcza się 10 g starannie utartego w moździerzu anyżku (*Pimpinella anisum*) i 300 cm<sup>3</sup> wody. Zawartość kolby ogrzewa się energicznie, prowadząc destylację z parą wodną do momentu, aż destylat będzie całkowicie klarowną cieczą. Zazwyczaj proces można zakończyć po zebraniu ok. 200 cm<sup>3</sup> destylatu.

### b. Destylacja z parą wodną z zastosowaniem kociołka

#### Część doświadczalna

##### **Odczynniki:**

nasiona anyżku 10,0 g  
[chlórek metylenu](#) 40 cm<sup>3</sup>  
[siarczan\(VI\) magnezu](#)  
płytką do TLC pokrytą SiO<sub>2</sub>  
[chloroform](#)

##### **Sprzęt laboratoryjny:**

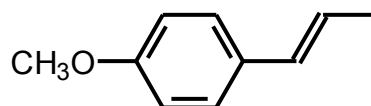
kolba okrągłodenna ze szlifem 500 cm<sup>3</sup>  
kociołek do wytwarzania pary wodnej  
nasadka do destylacji z parą wodną  
chłodnica wodna  
2 kolby stożkowe  
rozdzielacz  
lejek szklany  
moździerz  
komora chromatograficzna  
kapilary

W kolbie o pojemności 500 cm<sup>3</sup> połączonej poprzez nasadkę do destylacji z parą wodną z kociołkiem i z chłodnicą umieszcza się 10 g starannie utartego w moździerzu anyżku (*Pimpinella anisum*) i 200 cm<sup>3</sup> wody. Wodę w kociołku oraz zawartość kolby ogrzewa się energicznie, prowadząc destylację z parą wodną do momentu, aż destylat będzie całkowicie klarowną cieczą. Zazwyczaj proces można zakończyć po zebraniu ok. 200 cm<sup>3</sup> destylatu.

## Ekstrakcja

**UWAGA: Praca z odczynnikami toksycznymi. Obowiązują rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!**

Otrzymany metodą **a.** lub **b.** destylat przenosi się do rozdzielacza i ekstrahuje dwukrotnie chlorkiem metylenu (porcjami po ok. 20 cm<sup>3</sup>).<sup>1</sup> Zebrane frakcje organiczne suszy się nad bezwodnym siarczanem(VI) magnezu, a po jego odsączeniu odparowuje rozpuszczalnik na wyparce obrotowej.<sup>2</sup> W kolbie pozostaje tzw. olejek anyżowy, którego głównym składnikiem jest [anetol \[\(E\)-1-metoksy-4-\(prop-1-enylo\)benzen\]](#).



anetol

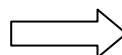
Olejek waży się i poddaje identyfikacji przy pomocy chromatografii cienkowarstwowej.

### TLC olejku anyżowego

Otrzymany w ćwiczeniu olejek anyżowy poddaje się próbie na obecność anetolu z wykorzystaniem chromatografii cienkowarstwowej. Anetol identyfikuje się stosując TLC w układzie SiO<sub>2</sub>/CHCl<sub>3</sub> (opis wykonywania chromatografii cienkowarstwowej podany jest w instrukcji do ćwiczenia A.3. oraz w rozdziale V.5 CHROMATOGRAFIA zasadniczej części skryptu). Na płytkę należy nanieść próbkę otrzymanego olejku rozpuszczonego w chloroformie (**Uwaga:** roztwór ten musi być bardzo rozcieńczony) i roztwór wzorcowy anetolu. Położenie plamek obserwuje się pod lampą UV i zaznacza na płytce ołówkiem.

### Zadania:

1. Dlaczego w aparaturze do destylacji z parą wodną brak jest termometru?
2. Dlaczego kilkakrotna ekstrakcja małymi porcjami jest bardziej skuteczna niż pojedyncza ekstrakcja dużą ilością rozpuszczalnika?



[Do początku rozdziału A.6](#)

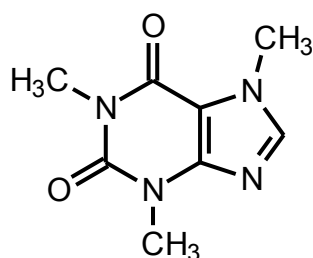
---

<sup>1</sup> Fazę wodną wylewa się do zlewu pod dygestorium.

<sup>2</sup> Destylat umieszcza się w pojemniku **F**.

### A.6.3. Kofeina z herbaty

Celem ćwiczenia jest wyodrębnienie kofeiny z herbaty (*Camellia sinensis* lub *Camellia assanica*). **Kofeina** (1,3,7-trimetyloksantyna), alkaloid z grupy puryn występuje w liściach herbaty, nasionach kawy (*Coffea arabica*) oraz nasionach kakaowca (*Theobroma cacao*). W pierwszym etapie zastosowano ekstrakcję w układzie ciało stałe - ciecz (herbata - woda), w drugim ekstrakcję w układzie ciecz - ciecz (roztwór wodny-rozpuszczalnik organiczny).



kofeina

### Część doświadczalna

#### **Odczynniki:**

herbata w torebkach (10 sztuk) lub 15 g

[chloroform](#) 60 cm<sup>3</sup>

[węglan sodu](#) 20 g

[chlerek metylenu](#)

[siarczan\(VI\) magnezu](#)

płytką do TLC pokrytą SiO<sub>2</sub>

[octan etylu](#)

#### **Sprzęt laboratoryjny:**

kolba okrągłodenna ze szlifem 50 cm<sup>3</sup>

chłodnica zwrotna wodna

kolba stożkowa z szeroką szyją 500 cm<sup>3</sup>

lejek Büchnera

kolba ssawkowa

łaznia lodowa

komora chromatograficzna

kapilary

peşeta

lejek szklany

**UWAGA: Praca z odczynnikiemi toksycznymi. Obowiązuja rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!**

W kolbie stożkowej z szeroką szyją o poj. 500 cm<sup>3</sup> umieszcza się 15 g herbaty i ogrzewa się do wrzenia przez 20 minut z 150 cm<sup>3</sup> wody zawierającej 20 g węglanu sodu. Po przesączeniu na gorąco, przemyciu osadu gorącą wodą i **ochłodzeniu** dodaje się do przesącza 60 cm<sup>3</sup> chloroformu. Obie warstwy miesza się delikatnie (w celu uniknięcia powstania emulsji) przez 15 minut, stosując mieszadło magnetyczne. Ekstrakt chloroformowy oddziela się w rozdzielniku,<sup>1</sup> suszy bezwodnym siarczanem(VI) magnezu i odparowuje na wyparce obrotowej.<sup>2</sup> Surowy produkt krystalizuje się z niewielkiej ilości wody. Alternatywny sposób oczyszczania polega na rozpuszczeniu kofeiny na gorąco w 5 cm<sup>3</sup> bezwodnego acetonu, dodaniu po kropli eteru naftowego (40 – 60 °C) do zmętnienia i ochłodzeniu mieszaniny.<sup>3</sup> Temperatura topnienia bezwodnej kofeiny wynosi 225 – 228 °C. Kofeina wykazuje tendencję do tworzenia hydratu (z jedną cząsteczką wody), który topi się w temperaturze 234 – 236,5 °C

<sup>1</sup> Fazę wodną wylewa się do zlewu pod dygestorium.

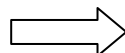
<sup>2</sup> Destylat umieszcza się w pojemniku **F**.

<sup>3</sup> Przesącz umieszcza się w pojemniku **O**.

Kofeinę identyfikuje się stosując TLC w układzie  $\text{SiO}_2$ /chlorek metylenu-octan etylu (1:1). Położenie plamek obserwuje się pod lampą UV i zaznacza na płytce ołówkiem.

**Zadania:**

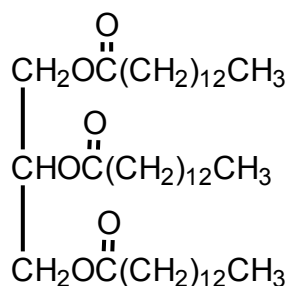
1. Puryny stanowią ważną biologicznie klasę związków ze skondensowanymi pierścieniami heterocyklicznymi. Narysuj wzór puryny.
2. Porównaj wzór kofeiny ze wzorami adeniny i guaniny, zasadami azotowymi występującymi w kwasach nukleinowych, i odpowiedz na pytanie, czy kofeina może tworzyć *N*-glikozydy z cukrami.



[Do początku rozdziału A.6](#)

#### A.6.4. Trigliceryd trimirystyna z gałki muszkatołowej

Gałka muszkatołowa jest owocem tropikalnego drzewa muszkatołowego, rodzącego do 2000 owoców. Jest używana w małych ilościach jako cenna przyprawa o delikatnym smaku. Jednym ze składników występujących w gałce muszkatołowej w znacznych ilościach jest tłuszcz – [trimirystyna \(trimirystynian glicerylu\)](#). Inne tłuszcze występują w gałce muszkatołowej tylko w niewielkich ilościach, możliwa jest więc efektywna izolacja tego triglicerydu we względnie czystej postaci. Ekstrakcję tłuszczu można przeprowadzić na drodze jednokrotnej ekstrakcji materiału roślinnego odpowiednim rozpuszczalnikiem organicznym lub, znacznie efektywniej, w wyniku procesu ekstrakcji ciągłej z użyciem aparatu Soxhleta. Celem ćwiczenia jest praktyczne zapoznanie się z funkcjonowaniem ekstraktora Soxhleta



trimirystyna

#### Część doświadczalna

##### **Odczynniki:**

gałka muszkatołowa mielona	10 g
<a href="#">aceton cz.</a>	5 cm <sup>3</sup>
<a href="#">chlerek metylenu</a>	180 cm <sup>3</sup>

##### **Sprzęt laboratoryjny:**

aparat Soxhleta z gilzą
kolba okrągłodennej o poj. 250 cm <sup>3</sup>
szklana fiolka z korkiem
lejek Büchnera
kolba ssawkowa

**UWAGA: Praca z odczynnikiem toksycznym. Obowiązuje rękawice ochronne i praca pod wyciągiem!**

Zmieloną gałkę muszkatołową (10 g) wsypuje się do gilzy, zatyka kłębkami waty i umieszcza w aparacie Soxhleta o pojemności 100 cm<sup>3</sup>. W suchej i zważonej kolbie okrągłodennej o pojemności 250 cm<sup>3</sup> umieszcza się 180 cm<sup>3</sup> chlorku metylenu. Aparat Soxhleta wraz z chłodnicą mocuje się w szyjce tej kolby i jej zawartość doprowadza się do wrzenia przy pomocy płaszcza grzejnego. Ekstrakcję prowadzi się przez ~1,5 godziny – w tym czasie ekstraktor powinien napełnić się i opróżnić kilkanaście razy. Po ostudzeniu, roztwór zawarty w kolbie należy zagęścić na wyparce obrotowej. Kolbę wraz z pozostałością po usunięciu chlorku metylenu<sup>1</sup>, waży się ponownie i na tej podstawie oblicza całkowitą zawartość lipidów w gałce muszkatołowej. Pozostały po odparowaniu chlorku metylenu żółtawy olej rozpuszcza się na ciepło w kilku cm<sup>3</sup> czystego acetonu i przelewa do szklanej fiolki z plastikowym korkiem. Fiolkę wraz z zawartością chłodzi się intensywnie w lodzie. Wydzielony, praktycznie bezbarwny osad trimirystynianu glicerylu odsącza się na lejku Büchnera, przemywa 1 - 2 cm<sup>3</sup> zimnego acetonu<sup>2</sup> i pozostawia do wysuszenia na powietrzu

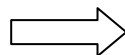
<sup>1</sup> Destylat umieszcza się w pojemniku **F**

<sup>2</sup> Przesącz umieszcza się w pojemniku **O**

(nie wolno pod lampą!). Następnie waży się otrzymany produkt i oznacza jego temperaturę topnienia. Czysty tłuszcz topi się w temperaturze 55 - 56 °C.

**Zadania:**

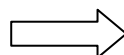
1. Zaproponuj sposób otrzymywania kwasu mirystynowego z trimirystyny.
2. Napisz wzory kilku innych tłuszczów.



[Do początku rozdziału A.6](#)

**Sprawozdanie z ĆWICZEŃ A.6.1., A.6.2., A.6.3. i A.6.4 powinno zawierać:**

1. Cel ćwiczenia
2. Krótki opis wykonanych operacji (patrz wzór sprawozdania do *SYNTEZY*),
3. Informacja o ilości otrzymanego produktu,
4. Informacja o temperaturze topnienia związku, jeżeli produkt jest ciałem stałym,
5. Chromatogram wraz z komentarzem (o ile jego wykonanie jest zalecane)
6. Odpowiedzi do zadań umieszczonych na końcu ćwiczenia:



[DO SPISU TREŚCI](#)