

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Otrzymywanie oraz hydroliza bezwodników kwasów karboksylowych

Cel ćwiczenia: Otrzymywanie bezwodnika kwasu *o*-ftalowego i jego hydroliza.

Szkło i aparatura: palnik gazowy, trójnóg metalowy, siatka ceramiczna, statyw na probówkę, probówka, parownica porcelanowa, lejek szklany, bagietka szklana, łapa do probówek, łyżeczka laboratoryjna, wata

Odczynniki: kwas *o*-ftalowy, uniwersalny papierek wskaźnikowy

Wykonanie

1. W parownicy umieścić 1 łyżeczkę kwasu *o*-ftalowego i nakryć lejkiem szklanym. Nóżkę lejka zatkać zwitkiem waty. Lejek obłożyć watą zwilżoną zimną wodą. Następnie parownicę ogrzewać na siatce nad palnikiem przez kilka minut, aż do pojawienia się na wewnętrznej stronie lejka białego nalotu.

2. W probówce umieścić niewielką ilość otrzymanego w doświadczeniu 1 bezwodnika kwasu *o*-ftalowego, dodać ok. 1 cm³ wody destylowanej, wstrząsnąć zawartość probówki i ogrzewać przez kilka minut w płomieniu palnika. Następnie kroplę roztworu z probówki przenieść bagietką na papierek wskaźnikowy. Obserwować zachodzące zmiany.

Środki ostrożności

Doświadczenie przeprowadzić pod dygestorium. Bezwodnik *o*-ftalowy jest szkodliwy dla zdrowia, nie należy go wdychać.

Postępowanie z odpadami

Resztki bezwodnika kwasu *o*-ftalowego rozpuścić w zlewce z wodą, wlać do niej zawartość probówki z doświadczenia 2 i ostrożnie przenieść do pojemnika na odpady organiczne nie zawierające fluorowc pochodnych.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Reakcja kwasów tłuszczowych z roztworem bromu i roztworem manganianu(VII) potasu

Cel ćwiczenia: Porównanie przebiegu reakcji bromowania oraz utleniania manganianem(VII)potasu kwasów tłuszczowych.

Szkło i aparatura: statyw na próbówki, dwie próbówki, łyżeczka laboratoryjna.

Odczynniki: kwas stearynowy, kwas oleinowy, roztwór bromu w CCl_4 , manganian(VII) potasu, 10% roztwór kwasu siarkowego(VI).

Wykonanie

1. Do dwóch ponumerowanych probówek wprowadzić, do jednej niewielką ilość kwasu stearynowego, a do drugiej ok. 1 cm^3 kwasu oleinowego. Do obu probówek dodać po około 1 cm^3 roztworu bromu i dokładnie wymieszać. Obserwować zmianę zabarwienia.

2. Do dwóch ponumerowanych probówek wprowadzić, do jednej niewielką ilość kwasu stearynowego, a do drugiej ok. 1 cm^3 kwasu oleinowego. Do obu probówek dodać po około 1 cm^3 roztworu manganianu(VII) potasu zakwaszonego 1 cm^3 10% r-rem kwasu siarkowego(VI) i dokładnie wymieszać. Obserwować zmianę zabarwienia.

Środki ostrożności

Brom i jego roztwory są toksyczne, wywołują trudno gojące się oparzenia i są silnie drażniące dla układu oddechowego. Czynność dodawania roztworu bromu wykonywać pod dygestorium.

Postępowanie z odpadami

Zawartość probówek z roztworem manganianu(VII) potasu umieścić w pojemniku na odpady organiczne nie zawierające fluorowcopochodnych, a zawartość probówek z roztworem bromu umieścić w pojemniku na odpady ciekłe organiczne zawierające fluorowcopochodne.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Właściwości grupy karboksylowej-reakcje z NaHCO_3 i metalicznym magnezem

Cel ćwiczenia: Badanie właściwości kwasowych grupy karboksylowej.

Szkło i aparatura: 6 szkiełek zegarkowych

Odczynniki: kwasy: octowy, szczawiowy, ftalowy, benzoesowy, trichlorooctowy, fenol, 5% roztwór NaHCO_3 , metaliczny magnez

Wykonanie

1. Około 1 cm^3 5% r-ro NaHCO_3 umieścić na szkiełkach zegarkowych i dodać niewielką ilość odpowiedniego kwasu. Próby wykonać z podanymi kwasami oraz z fenolem. Obserwować zachodzące zmiany (wydzielenie CO_2).

2. Na szkiełkach zegarkowych umieścić 1-2 wiórki metalicznego magnezu, następnie dodać ok. 1 cm^3 badanego ciekłego kwasu, lub roztworu otrzymanego przez rozpuszczenie ok. $\frac{1}{4}$ łyżeczki kwasu stałego w 1 cm^3 wody. Obserwować zachodzące zmiany (wydzielenie H_2).

Środki ostrożności

Kwas trichlorooctowy i fenol są substancjami żrącymi.

Postępowanie z odpadami

Pozostałości poreakcyjne kwasu trichlorooctowego wylać do pojemnika na odpady organiczne zawierające fluorowcopochodne. Pozostałości wszystkich innych kwasów wylać do pojemnika na odpady organiczne nie zawierające fluorowcopochodnych. Nieprzereagowane wiórki magnezu umieścić w pojemniku z odpadami stałymi.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Synteza benzoesu fenylu-reakcja estryfikacji

Cel ćwiczenia: Otrzymywanie benzoesu fenylu.

Szkoło i aparatura: Kolba stożkowa o pojemności 300 cm³, kolba ssawkowa o pojemności 300 cm³, lejek Büchnera, pręcik szklany, bibuła filtracyjna, szalka Petriego.

Odczynniki: fenol, chlorek benzoilu, 10% roztwór NaOH, etanol

Wykonanie

W kolbie stożkowej o poj. 300 cm³ rozpuścić 2g fenolu w 100 cm³ 10% roztworu NaOH. Następnie dodać 5cm³ chlorku benzoilu i zawartość kolby silnie wstrząsać tak długo (ok. 20 minut), aż zniknie zapach chlorku benzoilu. Wytrącony osad benzoesu fenylu odsączyć na lejku Büchnera, przemyć wodą destylowaną i pozostawić do wysuszenia na bibule umieszczonej w szalce Petriego.

Środki ostrożności

Doświadczenie wykonać pod dygestorium. Fenol drażni układ oddechowy, oczy i skórę. Chlorek benzoilu i wodorotlenek sodu mogą powodować oparzenia skóry.

Postępowanie z odpadami

Pozostałości poreakcyjne umieścić w pojemniku na odpady ciekłe organiczne zawierające fluorowcopochodne.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Synteza kwasu acetylosalicylowego-reakcja estryfikacji

Cel ćwiczenia: Otrzymywanie kwasu acetylosalicylowego (aspiryny).

Szkló i aparatura: Kolba stożkowa o pojemności 50 cm³, zlewka o pojemności 600 cm³, lejek Büchnera, łaźnia wodna, termometr, pręcik szklany, bibuła filtracyjna, mała szalka Petriego.

Odczynniki: kwas salicylowy, bezwodnik octowy, stężony kwas siarkowy(VI), kwas octowy

Wykonanie

Do kolby stożkowej o poj. 50 cm³ dodać 1 płaską łyżeczkę kwasu salicylowego, dodać ok. 3 cm³ bezwodnika octowego oraz ok. 5 kropli stężonego H₂SO₄. Po zmieszaniu zawartość kolby ogrzewać na łaźni wodnej przez 20 minut w temperaturze ok. 60°C mieszając pręcikiem szklanym. Następnie pozostawić ciecz do ostygnięcia, mieszając ją co pewien czas pręcikiem. Po ostudzeniu, zawartość kolby wylać do ok. 50 cm³ wody destylowanej i dobrze wymieszać. Powstały osad kwasu acetylosalicylowego odsączyć na lejku Büchnera, przemyć wodą destylowaną i pozostawić do wysuszenia na bibule umieszczonej w szalce Petriego. Surowy produkt można przekrystalizować z wodnego roztworu kwasu octowego (1:1).

Środki ostrożności

Doświadczenie wykonać pod dygestorium. Bezwodnik octowy drażni układ oddechowy, oczy i skórę. Stężony kwas siarkowy(VI) może powodować oparzenie skóry oraz zniszczenie odzieży.

Postępowanie z odpadami

W doświadczeniu nie powstają odpady szkodliwe dla środowiska. Wodę po odsączeniu produktu można wylać do zlewu.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Synteza octanu etylu-reakcja estryfikacji

Cel ćwiczenia: Otrzymanie octanu etylu.

Szkło i aparatura: zestaw do destylacji (statyw laboratoryjny z łącznikiem i łapą, płaszcz grzejny, regulator temperatury, kolba kulista o pojemności 100 cm³, nasadka Claisena, chłodnica destylacyjna, wkraplacz (50 cm³), termometr, kamyczki wrzenne, wąż silikonowy, przedłużacz do chłodnicy, 3 kolby stożkowe

Odczynniki: lodowaty kwas octowy, alkohol etylowy, kwas siarkowy(VI) stężony

Wykonanie

1. Do kolby okrągłodennej umieszczonej w płaszczu grzejnym dodać 5 cm³ etanolu i 5 cm³ stężonego kwasu siarkowego(VI) oraz wrzucić kilka kamyczków wrzennych. Wkraplacz napełnić 20 cm³ kwasu octowego i 20 cm³ etanolu. Na kolbie zamontować chłodnicę destylacyjną Claisena i umieścić termometr. Podłączyć płaszcz grzejny do regulatora temperatury i włączyć ogrzewanie oraz przepływ wody w chłodnicy. Gdy zawartość kolby zacznie wrzeć, dodawać powoli kroplami mieszaninę z wkraplacza. Pierwszą frakcję destylatu (przedgon) zbierać do kolby stożkowej osobno. Destylat zbierać w odbieralniku w zakresie temperatur 76,5 – 77,5°C. Po zakończonym doświadczeniu wyłączyć ogrzewanie reakcji.

Środki ostrożności

Stężony kwas siarkowy(VI) jest żrący. Praca z nim wymaga szczególnej ostrożności. Doświadczenie należy przeprowadzać pod dygestorium.

Postępowanie z odpadami

Pozostałość poreakcyjną z kolby okrągłodennej po ostudzeniu umieścić w pojemniku na odpady zawierające roztwory soli nieorganicznych.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Synteza pochodnych kwasów karboksylowych – estrów

Cel ćwiczenia: Otrzymanie estrów zapachowych.

Szkło i aparatura: statyw na probówki, cztery kolbki stożkowe o pojemności 50 cm³ z korkami

Odczynniki: chlorek acetylu, propan-1-ol, alkohol benzylowy, alkohol izoamylowy, alkohol oktylowy, wodorowęglan sodu stały

Wykonanie

Przygotować cztery ponumerowane kolbki stożkowe z korkami. Do kolbki numer 1 dodać ok. 1 cm³ chlorku acetylu. Następnie dodawać kroplami 1 cm³ propan-1-ol, ostrożnie wstrząsając zawartość kolbki. Następnie dodać 20 cm³ wody destylowanej i ponownie wytrząsnąć. Następnie dodawać niewielkimi porcjami stały NaHCO₃, aż roztwór przestanie się pieniać. Kolbę zamknąć korkiem i odstawić. Doświadczenie powtórzyć dla pozostałych alkoholi. Po rozwarstwieniu się cieczy kolby otworzyć i ostrożnie powąchać ich korki. Określić zapach powstałych estrów.

Środki ostrożności

Doświadczenie wykonać pod dygestorium, w rękawiczkach i okularach ochronnych.

Chlorek acetylu jest silnie żrący oraz drażni układ oddechowy, oczy i skórę. Reakcje z wodą mogą zachodzić bardzo gwałtownie, a nawet wybuchowo – odczynniki należy używać zgodnie z podanymi ilościami i w podanej kolejności.

Próbkę zapachową wykonać dopiero po zubożeniu roztworu.

Postępowanie z odpadami

Pozostałości poreakcyjne umieścić w pojemniku na odpady ciekłe organiczne zawierające fluorowcopochodne.

UNIwersytet Rolniczy w Krakowie

KATEDRA CHEMII I FIZYKI

Zasadowa hydroliza tłuszczów (zmydlanie tłuszczów)

Cel ćwiczenia: Badanie właściwości lipidów na podstawie ich reakcji charakterystycznych.

Szkło i aparatura: płyta grzewcza, statyw na probówki, parownica, kolba stożkowa o pojemności 50 cm³, dwie probówki, bagietka szklana, łyżeczka laboratoryjna

Odczynniki: tłuszcz stały, etanol, NaOH, roztwór chlorku wapnia, 5% roztwór kwasu siarkowego(VI)

Wykonanie

1. W parownicy umieścić ok. $\frac{1}{2}$ łyżeczki tłuszczu stałego i ogrzewać do stopienia mieszając bagietką. Następnie do tłuszczu dodać ok. 10 cm³ etanolu i 2-3 pastylki wodorotlenku sodu i dalej ogrzewać, aż do całkowitego odparowania roztworu. Konsystencję produktu sprawdzić bagietką. Określić zapach produktu.

2. Niewielką ilość otrzymanego produktu umieścić za pomocą bagietki w probówce, dodać około 6 cm³ wody destylowanej i energicznie wstrząsnąć. Obserwować zachodzące zmiany. Otrzymany klarowny roztwór wykorzystać do poniższych prób.

3. Do jednej probówki przenieść ok. 2 cm³ otrzymanego klarownego roztworu, dodać ok. 2 krople roztworu chlorku wapnia i wstrząsnąć probówką. Obserwować zachodzące zmiany (pojawienie się osadu).

4. Do drugiej probówki przenieść ok. 2 cm³ otrzymanego klarownego roztworu, dodać ok. 2 krople rozcieńczonego roztworu kwasu siarkowego(VI) i wstrząsnąć probówką. Obserwować zachodzące zmiany (wytrącenie się osadu).

Środki ostrożności

Wodorotlenek sodu i kwas siarkowy(VI) są żrące i niebezpieczne dla oczu. Etanol jest palny.

Postępowanie z odpadami

Zawartość probówek wylać do pojemnika na odpady organiczne nie zawierające fluorowcopochodnych.