

## (ORG. 1b) KARTA PRACY LABORATORYJNEJ

### I. SZKŁO I SPRZĘT W LABORATORIUM CHEMII ORGANICZNEJ

### II. PODSTAWOWE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE

OGRZEWANIE POD CHŁODNICĄ ZWROTNĄ  
DESTYLACJA Z PARĄ WODNĄ  
DESTYLACJA POD ZMNIEJSZONYM CIŚNIENIEM  
SĄCZENIE POD ZMNIEJSZONYM CIŚNIENIEM  
EKSTRAKCJA  
KRYSTALIZACJA  
CHROMATOGRAFIA

**Grupa A:** Wyodrębnienie olejku eterycznego z suszonych goździków w procesie destylacji z parą wodną.

Sprzęt laboratoryjny: moździerz z pistelem, zestaw do destylacji z parą wodną: regulator mocy, płaszcz grzejny (500 cm<sup>3</sup>), podnośnik laboratoryjny, łapacz kropel, chłodnica destylacyjna, nasadka destylacyjna, odbieralnik, lejek szklany z szeroką nóżką.

Odczynniki: goździki suszone, woda.

#### Wykonanie

1. W moździerzu ucieramy suszone goździki (1 opakowanie).
2. Goździki przesypujemy do kolby okrągłodennej umieszczonej w płaszczu grzejnym, wlewamy wodę do około połowy objętości kolby (dla potrzeb doświadczenia używamy wrzątku z uwagi na ograniczony czas ćwiczeń). Na kolbie montujemy łapacz kropel i łączymy z chłodnicą destylacyjną, do której doprowadzamy wodę. U wylotu chłodnicy umieszczamy odbieralnik (kolba stożkowa za szlifem zapięta klipsem lub kolba ustawiona na podnośniku).
3. Zawartość kolby okrągłodennej ogrzewamy energicznie w płaszczu grzejnym podłączonym do regulatora mocy i prowadzimy destylację z parą wodną poprzez łapacz kropel.
4. Destylat zbieramy w odbieralniku do momentu, gdy stanie się całkowicie klarowny (około 100 cm<sup>3</sup>).
5. Zakończenie procesu destylacji (dokładnie przestrzegamy kolejności poniższych czynności):
  - wyłączamy zasilanie płaszcza grzejnego
  - pozostawiamy zestaw do ochłodzenia
  - odcinamy dopływ wody do chłodnicy

#### Uwaga

- w przypadku zbyt szybkiej destylacji (prawidłowo: 1-2 krople/s), zmniejszamy intensywność ogrzewania kolby w płaszczu grzejnym.

## **Grupa B:** Wyodrębnienie olejku eterycznego z destylatu za pomocą ekstrakcji i odparowania rozpuszczalnika.

Sprzęt laboratoryjny: statyw laboratoryjny z łącznikiem i kółkiem, rozdzielacz ( $250\text{ cm}^3$ ), cylinder miarowy ( $50\text{ cm}^3$ ), kolba stożkowe z korkiem ( $250\text{ cm}^3$ ), kolba okrągłodenna ( $100\text{ cm}^3$ ), podstawka pod kolbę, lejek szklany, łyżeczka laboratoryjna, sączonek karbowany z bibuły filtracyjnej, mieszadło magnetyczne, mieszalnik magnetyczny, wyparka próżniowa.

### Wykonanie

I. Destylat przenosimy do rozdzielacza, dodajemy około  $10\text{ cm}^3$  chlorku metylenu (szkodliwy dla zdrowia, nie wdychać par). Rozdzielacz zamykamy korkiem i wytrząsamy jego zawartość przez kilka minut trzymając go w pozycji korkiem w dół (przytrzymujemy korek), co pewien czas otwierając i zamykając kranik w celu wyrównania ciśnienia (duże nadciśnienie wytworzone w rozdzielaczu może spowodować wyrzucenie korka). Następnie rozdzielacz umieszczamy w kółku statywu, pozostawiamy do rozdzielania warstwy organicznej (dolna) i warstwy wodnej (górna). Warstwę dolną (organiczną) zlewamy do kolby stożkowej z korkiem. Następnie do rozdzielacza dodajemy kolejne  $10\text{ cm}^3$  chlorku metylenu i powtarzamy czynności jeszcze dwukrotnie. Wszystkie frakcje organiczne łączymy razem, dodajemy 2 łyżeczki bezwodnego  $\text{MgSO}_4$ , wrzucamy mieszalnik i ustawiamy na mieszadle magnetycznym na około 15 minut (po wyłączeniu mieszania, roztwór w kolbie nad środkiem suszącym powinien być klarowny). Następnie roztwór sączonek przez sączonek karbowany do suchej kolby okrągłodennej ( $100\text{ cm}^3$ ) ustawionej na podstawce.

Po zakończeniu procesu ekstrakcji, warstwę wodną wylewamy z rozdzielacza do kanalizacji pod wyciągiem.

II. Destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem (Karta pracy laboratoryjnej Org. 1g, archiwum 2. ZIP)

Sprzęt laboratoryjny: wyparka obrotowa, pipeta Pasteura, fiolka z korkiem.

Chlorek metylenu usuwamy na wyparce próżniowej. Olejek eteryczny przenosimy za pomocą pipety Pasteura do fiolki z korkiem.

## **Grupa C: Wykorzystanie procesu krystalizacji do oczyszczania waniliny.**

### Sprzęt laboratoryjny

Zestaw 1: waga techniczna, naczynko wagowe, łyżeczka laboratoryjna, cylinder miarowy (25 cm<sup>3</sup>).

Zestaw 2: regulator mocy, płaszcz grzejny, kolba okrągłodenna (100 cm<sup>3</sup>), lejek szklany z szeroką nóżką, kamyczki wrzenie, statyw laboratoryjny z łącznikiem i łapą, chłodnica zwrotna, wąż silikonowy do wody.

Zestaw 3: statyw laboratoryjny z łącznikiem i kółkiem, lejek szklany, sączeek z bibuły karbowany, krystalizator (150 cm<sup>3</sup>), bagietka szklana, szkiełko zegarkowe,

Zestaw 4: pompka wodna, kolba próżniowa, uszczelka do kolby próżniowej, lejek Büchnera, bibuła filtracyjna, szalka Petriego, tryskawka z etanolem.

Odczynniki: *wanilina*, etanol.

### Wykonywane czynności

1. Na wadze odważamy około 3 g waniliny. W cylindrze miarowym odmierzymy 25 cm<sup>3</sup> etanolu.
2. W płaszczu grzejnym połączonym z regulatorem mocy umieszczamy kolbę okrągłodenną, do której przenosimy przez lejek odważoną substancję, wlewamy etanol i wrzucamy kilka kamyczków wrzennych. Na kolbie montujemy chłodnicę zwrotną, którą zabezpieczamy w łapie statywu i podłączamy wodę. Następnie uruchamiamy grzanie (pokrętko regulatora ustawiamy na około 30% mocy) i ogrzewamy mieszaninę do wrzenia aż do całkowitego rozpuszczenia substancji i jeśli to konieczne, dodajemy przez chłodnicę po 2-3 cm<sup>3</sup> etanolu każdorazowo przerywając na moment ogrzewanie i ponownie doprowadzając ciecz do wrzenia.
3. W kółku statywu umieszczamy lejek z sączkiem karbowanym. Gorący roztwór etanolowy przelewamy szybko po bagietce przez sączeek do krystalizatora. Krystalizator z przesączem nakrywamy szkiełkiem zegarkowym i pozostawiamy do powolnego oziębienia.
4. Montujemy zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Oziębioną mieszaninę dekantujemy po bagietce przez lejek Büchnera, a następnie całość mieszaniny przenosimy na lejek. Prowadzimy sączenie podłączając delikatne ssanie. Kryształki pozostałe na ściankach zlewki spłukujemy etanolem (z tryskawki), przenosimy na lejek i zwiększamy ssanie. Następnie przerywamy sączenie (ściągamy wąż pompki wodnej z tubusa kolby próżniowej; nigdy nie odcinamy dopływu wody!!!), a kryształki na lejku przemywamy zimnym etanolem. Ponownie uruchamiamy sączenie (czynność przemywania powtarzamy dwukrotnie). Produkt na sączku przenosimy na bibułę filtracyjną i suszymy na powietrzu.

### Środki ostrożności

Etanol jest palny.

### Postępowanie z odpadami

Etanol po krystalizacji umieszczamy w pojemniku na odpady: O Ciekłe organiczne z bez fluorowców.

## **Grupa D:** Zastosowanie chromatografii cienkowarstwowej do rozdziału oraz identyfikacji barwników roślinnych zawartych w zielonych liściach.

### Sprzęt laboratoryjny:

Zestaw 1: moździerz z pistelem, łyżeczka laboratoryjna, pipeta Pasteura z tworzywa sztucznego, szkiełko zegarkowe, wata.

Zestaw 2: płytka TLC (pokryta SiO<sub>2</sub>), kapilara szklana, komora chromatograficzna, pęseta, suszarka, ołówek, linijka.

### Odczynniki:

Zestaw 1: zielone liście (np. pietruszka, szpinak), aceton, siarczan(VI) magnezu bezwodny, piasek.

Zestaw 2: ekstrakt z zielonych liści, eluent (mieszanina eteru naftowego, toluenu i bezwodnego etanolu w stosunku objętościowym 8:3:2).

### Wykonanie (pod sprawnie działającym wyciągiem)

I. W moździerzu umieszczamy lekko zwiędnięte liście\* (umyte i osuszone), dodajemy po pół łyżeczki piasku i siarczanu(VI) magnezu oraz niewielką ilość acetonu. Mieszaninę starannie ucieramy na jednolitą zawiesinę. Do pipety Pasteura nabieramy przez watkę zielony ekstrakt i przenosimy na szkiełko zegarkowe.

\* W przypadku dużej zawartości wody w liściach (liście świeże, mrożone), do moździerza dodajemy zamiast acetonu mieszaninę złożoną z równych objętości acetonu i eteru naftowego, a otrzymany ekstrakt przenosimy do wąskiej, krótkiej probówki. Po rozdzieleniu się mieszaniny na dolną żółtą warstwę zawierającą dużą ilość wody oraz górną zieloną – organiczną, do pipetki Pasteura nabieramy warstwę górną i przenosimy na szkiełko zegarkowe.

### Środki ostrożności

Eter naftowy jest szkodliwy dla zdrowia i łatwopalny. Toluen i etanol są łatwopalne. Doświadczenie wykonujemy pod sprawnie działającym wyciągiem.



Podczas wykonywania doświadczenia stosujemy środki ostrożności podane w karcie charakterystyki substratów.

II. Na dno komory chromatograficznej nalewamy eluent na wysokość około 0,5 cm. Na płytce TLC zaznaczamy ołówkiem linię startową w odległości około 1 cm od dolnej krótszej krawędzi płytki. Ekstrakt z liści nabieramy do kapilary i наносimy na środek linii startowej na płytce TLC w postaci plamki o średnicy 1-2 mm (po każdorazowym naniesieniu kropli ekstraktu, płytkę TLC suszymy suszarką). Nanoszenie i suszenie plamki kończymy po nałożeniu całości ekstraktu (plamka powinna mieć intensywne zabarwienie). Wysuszoną płytkę umieszczamy za pomocą pęsety pionowo w komorze chromatograficznej tak, aby eluent w komorze nie zwilżył naniesionej plamki, zamykamy komorę i pozostawiamy do momentu, gdy czoło eluentu wzniesie się na wysokość około 1 cm od górnej krawędzi płytki. Płytkę wyjmujemy z komory, zaznaczamy ołówkiem czoło eluentu i obrysowujemy wszystkie powstałe barwne plamki.

### Postępowanie z odpadami (pod włączonym dygestorium)

Pozostałości poreakcyjne umieszczamy w pojemniku na odpady: O Ciekłe organiczne bez fluorowców. Szkło używane w doświadczeniu przemycamy jednorazowo acetonem z tryskawki (popłuczyny wylewamy do pojemnika na zlewki acetonu) i myjemy ciepłą wodą z dodatkiem detergentu.

**Grupa E, F:** Sprawdzenie przydatności różnych rozpuszczalników do rozdziału barwników zawartych w pomidorach za pomocą chromatografii cienkowarstwowej TLC.

### **Grupa E**

Sprzęt laboratoryjny: dwie kolby stożkowe z korkiem ( $100\text{ cm}^3$ ), cylinder miarowy ( $25\text{ cm}^3$ ), szkiełko zegarkowe, łyżeczka laboratoryjna.

Odczynniki: przecier pomidorowy, toluen, siarczan(VI) magnezu bezwodny.

Wykonanie (pod sprawnie działającym wyciągiem)

1. W kolbie stożkowej umieszczamy 2 łyżeczki przecieru pomidorowego, dodajemy  $10\text{ cm}^3$  toluenu, zamykamy korkiem i wytrząsamy energicznie przez około 2 minuty. Pomarańczowy ekstrakt dekantujemy ostrożnie do drugiej kolby stożkowej i wsypujemy na dno łyżeczkę siarczanu(VI) magnezu. Następnie do kolby z przecierem dodajemy drugą porcję toluenu i czynność ekstrakcji powtarzamy jeszcze trzykrotnie. Połączone wyciągi energicznie mieszamy w kolbie z  $\text{MgSO}_4$  i pozostawiamy do wyklarowania roztworu (roztwór mętny świadczy o zbyt małej ilości środka suszącego). Następnie roztwór dekantujemy z nad osadu na szkiełko zegarkowe i pozostawiamy pod dygestorium do odparowania części toluenu.

### **Grupa F**

Sprzęt laboratoryjny: dwie płytki TLC (pokryta  $\text{SiO}_2$ ), dwie kapilary szklane, dwie komory chromatograficzne, pęseta, suszarka, ołówek, linijka.

Odczynniki: ekstrakt z przecieru pomidorowego, eluent 1: toluen, eluent 2: mieszanina toluenu i chloroformu w stosunku objętościowym 9:1.

Wykonanie (pod sprawnie działającym wyciągiem)

Na dno jednej komory chromatograficznej wlewamy toluen na wysokość około  $0,5\text{ cm}$ , a do drugiej mieszaninę toluenu i chloroformu. Na dwóch płytkach TLC zaznaczamy ołówkiem linie startowe w odległości około  $1\text{ cm}$  od dolnej krótszej krawędzi płytek. Ekstrakt nabieramy do dwóch kapilar i наносimy na środek linii startowych na obu płytkach TLC w postaci plamek o średnicy  $1\text{--}2\text{ mm}$  (po każdorazowym naniesieniu kropli ekstraktu, płytkę TLC suszymy suszarką). Nanoszenie i suszenie plamki kończymy po nałożeniu całości ekstraktu (plamki powinna mieć intensywne zabarwienie). Wysuszone płytki umieszczamy kolejno za pomocą pęsety pionowo w obu komorach chromatograficznych tak, aby eluent w komorze nie zwilżył naniesionych plamek, zamykamy komory i pozostawiamy do momentu, gdy czoło eluentu wzniesie się na wysokość około  $1\text{ cm}$  od górnych krawędzi płytek. Płytki wyjmujemy z komór, zaznaczamy ołówkiem czoło eluentu i obrysowujemy wszystkie powstałe barwne plamki. Porównujemy oba chromatogramy, aby stwierdzić, który z eluentów lepiej rozdziela składniki mieszaniny.

Środki ostrożności

Oba rozpuszczalniki są szkodliwe dla zdrowia, unikać wdychania par. Toluen jest łatwopalny.



Podczas wykonywania doświadczenia stosujemy środki ostrożności podane w karcie charakterystyki substratów.

Postępowanie z odpadami (pod włączonym dygestorium)

Pozostałości umieszczamy w pojemniku na odpady: O Ciekłe organiczne bez fluorowców.

Szkło używane w doświadczeniu przemywamy jednorazowo acetonem z tryskawki (popłuczyny wylewamy do pojemnika na zlewki acetonu) i myjemy ciepłą wodą z dodatkiem detergentu.

• Rozdział mieszaniny poredakcyjnej na czyste składniki za pomocą chromatotronu – **pokaz** (Karta pracy laboratoryjnej Org. 1g, archiwum 2. ZIP).

## FORMULARZ SPRAWOZDANIA

### I. SZKŁO I SPRZĘT W LABORATORIUM CHEMII ORGANICZNEJ

### II. PODSTAWOWE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE

Imię i nazwisko		
Kierunek studiów, grupa		
Grupa ćwiczeniowa		
Data wykonania ćwiczenia		
Data oddania sprawozdania		
Ilość punktów		7

1. Naszkicować odpowiedni element sprzętu laboratoryjnego.
2. W rubryce **X** zaznaczyć elementy szkła i sprzętu laboratoryjnego wykorzystane do zmontowania zestawów laboratoryjnych w celu wykonania poszczególnych czynności laboratoryjnych:

Ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną – **O**

Krystalizacja – **K**

Ekstrakcja – **E**

Destylacja z parą wodną – **DPW**

Destylacja pod próżnią – **DP**

Sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem – **S**

sprzęt laboratoryjny/szkic	przeznaczenie	X
kolba okrągłodenna	- przeprowadzanie reakcji organicznych, w których substraty miesza się na początku procesu - krystalizacja - destylacja	
kolba okrągłodenna dwuszyjna	wykonywanie kilku czynności jednocześnie : - ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej - dozowanie odczynnika ciekłego lub stałego - użycie termometru - zastosowanie rurki suszącej	
podstawka pod kolbę	odstawianie kolb okrągłodennych po zakończeniu reakcji	

chłodnica laboratoryjna zwrotna	zabezpieczanie przed ulatnianiem się łatwo lotnych substancji podczas ogrzewania mieszaniny reakcyjnej w temperaturze wrzenia	
chłodnica destylacyjna	skraplanie par podczas destylacji cieczy	
deflegmator (kolumna destylacyjna, rektyfikacyjna)	zwiększenie efektywności procesu destylacji (częściowe skroplenie par i zawrócenie do kolby z wrzącą cieczą destylatu wzbogaconego o składnik wyżej wrzący)	
nasadka destylacyjna	łączenie kolby destylacyjnej z chłodnicą	
nasadka destylacyjna Claisena	destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem	
łącznik ze szlifem	łączenie chłodnicy z odbieralnikiem	
redukcja-łącznik zmniejszający	montowania zestawu aparatury z części składowych różniących się wymiarami	
redukcja odwrotna (ekspansja) - łącznik zwiększający	montowanie zestawu aparatury z części składowych różniących się wymiarami	
wkrapłacz	kontrolowane wkraplanie ciekłego reagenta do mieszaniny reakcyjnej	

rozdzielacz	rozdzielanie niemieszających się składników ciekłych	
kolba stożkowa próżniowa	sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem	
lejek Büchnera	sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem	
lejek ze spiekim	sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem	
uszczelka do kolb próżniowych	mocowanie lejka w kolbie próżniowej	
złączka redukcyjna (z oliwką zagiętą)	łączenie chłodnicy z węzłem	
pompka wodna	wytwarzanie próżni w laboratorium chemicznym (8-15 tr)	
płaszcz grzejny	równomierne, kontrolowane ogrzewanie mieszanin reakcyjnych w kolbach okrągłodennych	
płyta grzejna z regulacją mocy	ogrzewanie cieczy palnych w naczyniach z płaskim dnem	
łaźnia wodna, łaźnia glikolowa	ogrzewanie cieczy palnych o temperaturze wrzenia poniżej 100°C	



łaźnia olejowa, łaźnia piaskowa	ogrzewanie cieczy palnych o temperaturze wrzenia od 100 do 250°C	
regulator temperatury	regulowanie poziomu ogrzewania naczyń reakcyjnych	
termometr laboratoryjny	kontrolowanie temperatury mieszanin reakcyjnych	
rurka ze środkiem suszącym	zabezpieczanie zestawu przed dostępem wilgoci z powietrza	
wąż silikonowy do wody	doprowadzanie wody do chłodnic i odprowadzanie wody z chłodnic	

### DESTYLACJA Z PARĄ WODNĄ

Rozdzielanie oraz oczyszczanie związków organicznych za pomocą destylacji z parą wodną opiera się na wykorzystaniu .....

.....

Destylacja z parą wodną nie wymaga użycia termometru, ponieważ .....

## KRYSTALIZACJA

Oczyszczanie substancji stałych przez krystalizację opiera się na wykorzystaniu .....

.....

.....

.....

## EKSTRAKCJA

Rozdzielanie mieszanin i oczyszczanie jej składników za pomocą ekstrakcji rozpuszczalnikami opiera się na wykorzystaniu .....

.....

## CHROMATOGRAFIA

Rozdzielanie oraz identyfikacja składników mieszanin za pomocą chromatografii opiera się na wykorzystaniu .....

.....

.....

I. Dla każdej plamki na chromatografie obliczamy tzw. współczynnik opóźnienia  $R_f$  (wielkość charakteryzująca przesuwanie się danej substancji podczas rozwijania chromatogramu, równa stosunkowi drogi przebytej przez substancję „d” do drogi przebytej w tym samym czasie przez eluent „f”:  
 $R_{f1} = d_1/f$ ,  $R_{f2} = d_2/f$  .....).

Identyfikacja rozdzielonych barwników

barwnik roślinny	barwa	wartość $R_f$ teoretyczna	wartość $R_f$ obliczona dla poszczególnych plamek
β- karoten	pomarańczowa	0,80 – 0,90	
chlorofil A	niebieskozielona	0,65 – 0,70	
chlorofil B	żółtozielona	0,60 – 0,65	
ksantofile	żółta	0,55 – 0,60	

II. Sprawdzenie przydatności różnych rozpuszczalników do rozdzielenia barwników zawartych w pomidorach za pomocą chromatografii cienkowarstwowej TLC.

Narysować strukturę likopenu i wyjaśnić związek jego struktury z barwą.

Na podstawie otrzymanych chromatogramów podać, który z eluentów lepiej rozdziela składniki mieszaniny oraz wyjaśnić przyczynę zaobserwowanej różnicy.