

(ORG. 1d) KARTA PRACY LABORATORYJNEJ

I. SZKŁO I SPRZĘT W LABORATORIUM CHEMII ORGANICZNEJ

II. NIEKTÓRE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE

OGRZEWANIE POD CHŁODNICĄ ZWROTNĄ
SĄCZENIE POD ZMNIEJSZONYM CIŚNIENIEM
DESTYLACJA
EKSTRAKCJA
KRYSTALIZACJA
CHROMATOGRAFIA

Grupa A, B: 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 cm³), podnośnik laboratoryjny, łąpacz 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 łąpacz 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 łąpacz kropel.
4. Destylat zbieramy w odbieralniku do momentu, gdy stanie się całkowicie klarowny (ok. 100 cm³).
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 C, D: Wykorzystanie procesu krystalizacji do oczyszczania waniliny.

Sprzęt laboratoryjny

Zestaw 1: waga techniczna, naczynko wagowe, łyżeczka laboratoryjna, cylinder miarowy (25 cm³).

Zestaw 2: regulator mocy, płaszcz grzejny, kolba okrągłodenna (100 cm³), 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 cm³), 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 cm³ 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 cm³ 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. Kryształ pozostałe na ściankach zlewki splukujemy 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 kryształy 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 E: Zastosowanie chromatografii do rozdzielania mieszaniny barwników.

Sprzęt laboratoryjny: zlewka wysoka (50 cm³).

Odczynniki: kreda do tablicy, cztery pisaki (różne kolory), kwas octowy 10% roztwór wodny.

Wykonanie

1. Do zlewki na dno wlewamy kwas octowy.
2. Na każdej ściance kredy rysujemy pisakiem po jednej barwnej kropce o średnicy około 3 mm na wysokości około 1,5 cm od dolnej krawędzi kredy.
3. Kredę umieszczamy na dnie zlewki z kwasem i obserwujemy zachodzące zmiany.

Środki ostrożności

W doświadczeniu nie powstają szkodliwe odpady.

Postępowanie z odpadami

Kredę wyrzucamy do kosza, kwas octowy wylewamy do kanalizacji.

Grupa F: Zastosowanie ekstrakcji do wydzielenia jodu z jodyny.

Sprzęt laboratoryjny: statyw laboratoryjny z łącznikiem i kółkiem, zlewka (25 cm³), rozdzielacz (50 cm³), cylinder miarowy (25 cm³), (kolba stożkowa z korkiem (50 cm³), zlewka (50 cm³), bagietka szklana, pipeta Pasteura z tworzywa sztucznego.

Odczynniki: jodyna (lub odczynnik Lugola), chlorek metylenu, woda destylowana.

Wykonanie

1. Rozdzielacz montujemy w kółku statywu.
2. Do zlewki (25 cm³) wlewamy około 10 cm³ wody destylowanej, dodajemy kilka kropli jodyny lub odczynnika Lugola, mieszamy bagietką i przelewamy do rozdzielacza.
3. Następnie odmierzamy cylindrem około 10 cm³ chlorku metylenu i dodajemy do rozdzielacza.
4. Rozdzielacz zamykamy korkiem i wytrząsamy zawartość przez około 1 minutę trzymając rozdzielacz w pozycji korkiem w dół, co pewien czas otwierając i zamykając kranik w celu wyrównania ciśnienia.
5. Następnie rozdzielacz umieszczamy w kółku, pozostawiamy do rozdzielania warstwy wodnej i organicznej. Dolną warstwę organiczną zlewamy do kolby stożkowej z korkiem.
6. Następnie do rozdzielacza dodajemy kolejne 10 cm³ chlorku metylenu i powtarzamy czynności. Do połączonych w kolbce z korkiem frakcji organicznych dodajemy niewielką ilość bezwodnego MgSO₄ w celu osuszenia cieczy.
7. Na koniec warstwę wodną pozbawioną jodu zlewamy do zlewki.

Środki ostrożności

Chlorek metylenu jest szkodliwy dla zdrowia. Doświadczenie wykonujemy pod sprawnie działającym wyciągiem.



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

Postępowanie z odpadami (pod włączonym dygestorium)

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

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		5

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 – **D**

Destylacja z parą wodną – **DPW**

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 spiekami	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)	
plaszcz 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

.....

.....

Współczynnik opóźnienia R_f jest to