



Instrukcje dla studentów, jako materiały pomocnicze do ćwiczeń laboratoryjnych z chemii organicznej, przygotowano na podstawie wymienionych poniżej pozycji:

- Korohoda M.J., Paško J.R., Ćwiczenia z analizy i preparatyki organicznej, Wydawnictwo Naukowe WSP, Kraków 1998
- Jerzmanowska Z., Analiza jakościowa związków organicznych, PZWL, Warszawa 1963
- Matysikowa Z., Lenarcik B., Bujewski A., Zbiór doświadczeń z chemii organicznej, WSiP, Warszawa 1975

ĆWICZENIE 1

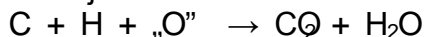
Analiza jakościowa związków organicznych

W skład większości związków organicznych, oprócz podstawowego pierwiastka jakim jest węgiel, wchodzi również: wodór, azot, siarka, tlen, chlorowce, fosfor, znacznie rzadziej inne pierwiastki np. metale. Wykrycie poszczególnych pierwiastków sprowadza się do rozkładu badanych substancji organicznych na prostsze związki, które identyfikuje się za pomocą typowych reakcji stosowanych w jakościowej analizie nieorganicznej.

Wszystkie poniżej opisane próby termicznego rozkładu należy przeprowadzać w suchych probówkach, zawsze pod digestorium i w okularach ochronnych.

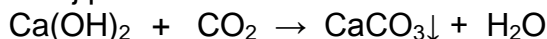
Doświadczenie 1. Wykrywanie węgla i wodoru

„Szczyptę” związku organicznego np. kwasu winowego praży się w suchej probówce z taką samą ilością tlenku miedzi (II). Termiczny rozkład substancji organicznej w obecności utleniacza CuO prowadzi do powstania CO₂ i H₂O.



Gazowe produkty reakcji wprowadza się przy pomocy rurki gumowej do próbki z wodą wapienną.

Wytrącanie białego osadu węglanu wapnia świadczy o obecności węgla w badanej próbce.

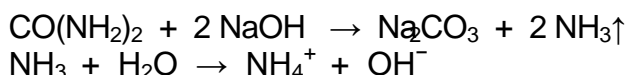


Osiadanie kropelek wody na górnych, chłodnych ścianach próbki, w której prowadzi się prażenie, świadczy o obecności wodoru w badanej próbce.

Doświadczenie 2. Wykrywanie azotu - metoda Willa i Varrentrappa.

Metodą tą można wykrywać azot związany w grupie -NH₂ (aminowej lub amidowej) albo grupie =NH (iminowej lub imidowej)

W suchej probówce ogrzewa się taką samą objętość badanej próbki np. mocznika i wapna sodowanego (mieszanina NaOH i Ca(OH)₂). Gdy z próbki zaczną się ulatniać pary, to do jej wylotu należy zbliżyć zwilżony wodą destylowaną uniwersalny papierek wskaźnikowy. Zmiana zabarwienia papierka i charakterystyczny zapach świadczą o wydzielaniu się amoniaku.



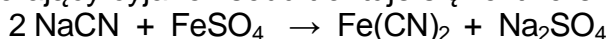
Doświadczenie 3. Wykrywanie azotu - metoda Lassaigne'a

Jest to metoda ogólna, która pozwala na wykrycie azotu niezależnie od sposobu jego związania w związku organicznym.

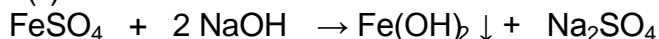
W suchej próbówce praży się kawałek sodu metalicznego wielkości połowy ziarenka grochu oraz „szczyptę” badanego związku organicznego np. p-nitroaniliny.



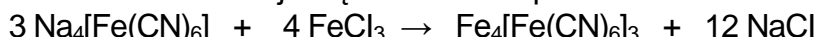
Po rozżarzeniu próbówki do czerwoności wprowadza się ją do małej zlewki zawierającej ok. 10 cm³ wody destylowanej. Podczas wykonywania tej czynności należy używać okularów ochronnych. Po pęknięciu próbówki i wyługowaniu jej zawartości wodą otrzymany roztwór przesącza się do małej zlewki. Przesącz zawierający cyjanek sodu traktuje się roztworem siarczanu(VI) żelaza(II).



Powstaje cyjanek żelaza(II), który reagując z nadmiarem cyjanku sodu daje heksacyjanożelazian(II) sodu. Otrzymany roztwór zakwaszamy rozcieńczonym kwasem chlorowodorowym, aby roztworzyć powstający ubocznie wodorotlenek żelaza(II).



Na koniec roztwór traktuje się kilkoma kroplami roztworu chlorku żelaza(III).



Jeżeli badana próbka zawierała azot to pojawia się wówczas ciemnoniebieskie zabarwienie lub nawet osad pochodzący od heksacyjanożelazianu(II) żelaza(III), zwanego błękitem pruskim.

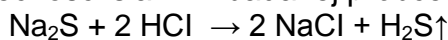
Doświadczenie 4. Wykrywanie siarki

W suchej próbówce praży się kawałek sodu metalicznego wielkości połowy ziarenka grochu oraz „szczyptę” badanego związku organicznego.

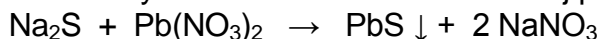


Po rozżarzeniu próbówki do czerwoności wkłada się ją do małej zlewki zawierającej 10 cm³ wody destylowanej. Podczas wykonywania tej czynności należy używać okularów ochronnych. Po pęknięciu próbówki i wyługowaniu jej zawartości wodą otrzymany roztwór przesącza się do małej zlewki. Przesącz zawierający siarczek sodu dzieli się na trzy części o zbliżonej objętości.

Do pierwszej części dodajemy roztwór kwasu chlorowodorowego i badamy zapach wydzielającego się gazu. Intensywny zapach siarkowodoru świadczy o obecności siarki w badanej próbce.



Do drugiej części dodajemy roztwór azotanu(V) ołowiu(II). Otrzymanie czarnego osadu świadczy o obecności siarki w badanej próbce.



Do trzeciej części przesącza dodajemy kilka kropli nitroprusydku sodu

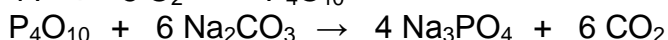
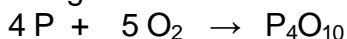


(pentacyjanonitrożyłozelazianu(III)sodu). Obecność intensywnego fioletowego zabarwienia świadczy o występowaniu siarki w badanej próbce.



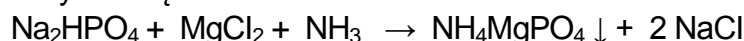
Doświadczenie 5. Wykrywanie fosforu

„Szczyptę” związku organicznego starannie miesza się z czterokrotnie większą objętością mieszaniny utleniającej, składającej się z azotanu(V) potasu i węglanu sodu zmieszanych w stosunku molowym 2:3. Ogrzewanie prowadzi się do momentu całkowitego zbieżenia zawartości próbówki.



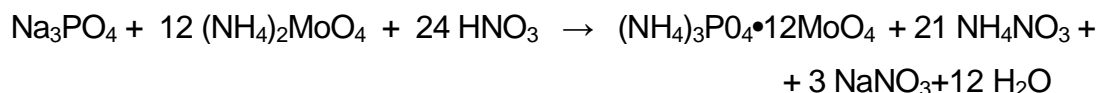
Rozgrzaną próbówkę wkłada się do zlewki zawierającej ok. 10 cm³ wody destylowanej i wyługowuje jej zawartość. Roztwór przesącza się, a przesącz dzieli się na dwie części.

Do pierwszej części dodaje się roztwór amoniaku, roztwór chlorku amonu oraz roztwór chlorku magnezu. Powstanie białego osadu świadczy o obecności fosforu w badanym związku.



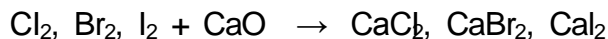
Drugą część przesącza przenosi się do małej zleweczki i ostrożnie zadaje go stężonym kwasem azotowym(V) (podczas zakwaszania silne burzenie płynu).

Następnie dodaje się roztwór molibdenianu(VI) amonu i ogrzewa do temperatury 50°C. Powstanie żółtego osadu fosforanu(V) molibdeno-amonowego świadczy o obecności fosforu w badanej próbce.



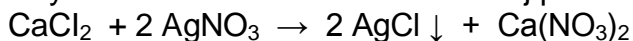
Doświadczenie 6. Wykrywanie chloru, bromu i jodu

Małą próbkę substancji organicznej, np. chloroformu, praży się z tlenkiem wapnia.

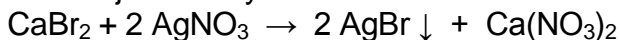


Rozgrzaną próbówkę wkłada się do zlewki zawierającej ok. 10 cm³ wody destylowanej. Roztwór sączy się a przesącz zakwasza rozcieńczonym kwasem azotowym(V). Odczyn roztworu należy sprawdzić uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym. Do zakwaszonego przesącza dodaje się roztwór azotanu(V) srebra.

Jeżeli wytrąci się biały osad dobrze roztrawialny w wodzie amoniakalnej, świadczy to o obecności chloru w badanej próbce.



Powstanie żółto - białego osadu umiarkowanie roztrawialnego w wodzie amoniakalnej świadczy o obecności bromu w badanej próbce.



Wytrącenie żółtego osadu nieroztrawialnego w wodzie amoniakalnej świadczy o obecności jodu w badanej próbce.

