



Analiza jakościowa związków organicznych,
dr inż. Piotr Niemiec
Katedra Chemii
Wydział Nauk Chemicznych i Przyrodniczych
Akademia Tarnowska
mail: p_niemiec@atar.edu.pl
www: <https://piotrniemiec.atar.edu.pl>

Spis treści

Szkło laboratoryjne	3
Podstawowe szkło laboratoryjne	3
Rodzaje szkła stosowanego w aparaturze laboratoryjnej	8
Czyszczenie szkła laboratoryjnego.....	9
Zasady bezpieczeństwa i higieny pracy na laboratorium chemicznym.....	11
Reguły bezpieczeństwa na laboratorium chemicznym:	11
Zasady postępowania w laboratorium chemicznym	12
Ogólne procedury pierwszej pomocy	13
Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych	15
Związki z grupą hydroksylową: alkohole i fenole	15
Badanie reakcji etanolu z sodem.....	15
Badanie rozpuszczalności n-alkanoli w wodzie i heksanie:.....	15
Badanie właściwości glikolu etylenowego i gliceryny.	16
Próba ogólna na obecność alkoholi z metawanadaniem(V) amonu i 8-hydroksychinoliną	16
Próba Lucasa.....	17
Reakcja z odczynnikiem Jonesa (zwanym także Bordwella i Wellmana) (CrO_3)	18
Reakcja charakterystyczna dla fenolu z chlorkiem żelaza(III).....	18
Rozróżnienie fenoli od kwasów karboksylowych.....	18
Reakcja alkoholi z tlenkiem miedzi(II)	19
Reakcje alkoholi z $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ i stężonym kwasem (HCl , H_2SO_4 , HNO_3):.....	19
Związki z grupą karbonylową: aldehydy, ketony i kwasy karboksylowe	20
Reakcja z 2,4-dinitrofenylohydrazyną.....	20
Reakcja z chlorowodorkiem hydroksyloaminy	20
Rozróżnienie fenoli od kwasów karboksylowych.....	21
Reakcja kwasów karboksylowych z FeCl_3	21
Próba joda-jodek.....	22
Próba Tollensa.....	23
Próba Trommera	23
Próba Benedicta	24

Próba Fehlinga	24
Próba z odczynnikiem Schiffa.....	25
Próba Legala	25
Próba jodoformowa	26
Reakcja kwasu octowego z tlenkiem miedzi(II)	26
Związki wielofunkcyjne: węglowodany	26
Stan skupienia	26
Rozpuszczalność.....	26
Próba Molisha	27
Próba Barefoeda.....	27
Reakcja z fluoroglucyną	27
Próba Biała	28
Próba Seliwanowa.....	28
Próba Tollensa	29
Próba z molibdenianem(V) amonu	29
Próba z I ₂ w KI.....	29
Próba Nylandera.....	29
Związki zawierające azot: aminy	30
Próba z papierkiem Kongo.....	30
Zobojętnienie wobec wskaźnika.....	30
Reakcja z nitroprusydkiem sodu	30
Wzór sprawozdania	31
Literatura	32

Szkło laboratoryjne

Podstawowe szkło laboratoryjne

Poniżej przedstawiono przykłady podstawowego szkła laboratoryjnego stosowanego na zajęciach z chemii organicznej przy analizie jakościowej związków organicznych.

- Zlewka laboratoryjna

Zlewka jest powszechnie stosowanym naczyniem laboratoryjnym wykonanym ze szkła, które służy do przenoszenia, mieszania, mieszania przy użyciu bagietki oraz ogrzewania substancji chemicznych. Charakterystyczny dzióbek znajdujący się na krawędzi zlewki ułatwia przelewanie cieczy.

Na ściankach zlewki znajdują się podziałki objętości, które pozwalają na orientacyjne określenie ilości cieczy znajdującej się w naczyniu. Należy jednak pamiętać, że podziałki te nie służą do dokładnego pomiaru objętości.

- Kolba Erlenmeyera/kolba stożkowa/kolba miareczkowa

Kolba Erlenmeyera, nazywana również kolbą stożkową lub kolbą miareczkową, jest rodzajem naczynia laboratoryjnego posiadającego płaskie dno, stożkowaty korpus oraz cylindryczną szyjkę. Naczynie to zostało nazwane na cześć swojego wynalazcy - niemieckiego chemika Emila Erlenmeyera, który zaprojektował je w 1861 roku.

Kolba ma wąską szyjkę i rozszerzający się ku dołowi korpus, co umożliwia łatwe mieszanie oraz kołysanie zawartości bez dużego ryzyka rozlania cieczy, co jest szczególnie ważne podczas miareczkowania. Podziałki znajdujące się na kolbie stożkowej pozwalają jedynie na przybliżone oszacowanie objętości cieczy.

- Kolba miarowa

Kolba miarowa, nazywana również kolbą pomiarową lub kolbą wzorcową, służy przede wszystkim do przygotowywania roztworów o dokładnie określonym stężeniu (roztworów wzorcowych/standardowych). Jest to kolba o okrągłym korpusie, długiej wąskiej szyjce oraz

płaskim dnie. Kolby miarowe są skalibrowane tak, aby zawierały dokładnie określoną objętość roztworu w temperaturze 20°C. Występują w różnych pojemnościach, najczęściej: 5, 10, 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 oraz 2000 ml.

Na szyjce kolby znajduje się pojedyncza kreska kalibracyjna, która wskazuje poziom, do którego należy napełnić kolbę (dolna część menisku powinna spoczywać na kresce). Kolba jest zwykle wyposażona w szczelny korek, który zapobiega przedostawaniu się substancji do wnętrza oraz wydostawaniu się roztworu na zewnątrz.

Temperatura ma istotne znaczenie, ponieważ ciecze rozszerzają się pod wpływem ogrzewania. Dlatego należy unikać używania cieczy, których temperatura może się zmieniać (np. gorącej wody, która następnie będzie się ochładzać).

Sposób użycia kolby miarowej:

Aby przygotować roztwór, należy najpierw rozpuścić odważoną ilość substancji w kolbie, dodając objętość rozpuszczalnika mniejszą niż objętość końcowa i mieszając zawartość poprzez kołysanie kolby. Następnie należy dolać rozpuszczalnik prawie do kreski, wymieszać, a ostatnie krople dodać pipetą/tryskawką, tak aby poziom cieczy dokładnie osiągnął kreskę kalibracyjną. Po zamknięciu kolby korkiem należy kilkakrotnie, bardzo powoli, odwrócić ją do góry dnem, aby dokładnie wymieszać roztwór.

- Biureta

Biureta jest jednym z najdokładniejszych naczyń laboratoryjnych stosowanych do pomiaru precyzyjnej objętości cieczy. Składa się z cylindrycznej szklanej rurki, która jest otwarta u góry, natomiast na dole zakończona jest wąskim wylotem. Tuż nad dolnym otworem znajduje się kranik (zawór), którym można regulować ilość wypływającej cieczy. Na całej długości biurety znajdują się podziałki objętości, wskazujące ilość cieczy wypływającej przez kranik. Odpowiednie ustawienie kranika umożliwia bardzo precyzyjną regulację wypływu cieczy, nawet do jednej kropli co kilka sekund.

Biurety montuje się na statywie laboratoryjnym za pomocą specjalnego uchwytu do biuret. Najczęściej stosowane są biurety o pojemności 50 ml i dokładności odczytu 0,1 ml, choć dostępne są również biurety o pojemności 5, 10 oraz 25 ml.

Podczas odczytu poziomu cieczy w biurecie oko obserwatora powinno znajdować się na tej samej wysokości co powierzchnia cieczy. Jeżeli oko znajduje się zbyt wysoko lub zbyt nisko, powstaje błąd paralaksy, który powoduje błędny odczyt objętości.

W biurecie powierzchnia cieczy nie jest płaska - przy ściankach znajduje się wyżej niż w środku. Zakrzywienie to nazywa się meniskiem. Odczytu objętości należy dokonywać od dolnej części menisku.

W przypadku roztworów bezbarwnych odczytu dokonuje się z dolnego menisku. W przypadku roztworów barwnych, np. roztworu KMnO_4 , odczytu dokonuje się z górnego menisku. Aby określić objętość cieczy wypuszczonej z biurety, od objętości końcowej odejmuje się objętość początkową.

Biurety są wykorzystywane głównie w analizie objętościowej, zwłaszcza podczas miareczkowania.

Obsługa biurety

- Umyj biuretę wodą destylowaną, a następnie przepłucz ją niewielką ilością roztworu, który będzie w niej używany tzw. titrant.
- Usuń pęcherzyki powietrza z końcówki biurety przed rozpoczęciem pracy.
- Wypuszczaj roztwór powoli, kontrolując przepływ za pomocą kranika.
- Odczytuj poziom cieczy z dolnej części wklęsłego menisku.
- Szacuj odczyt do jednej dziesiątej najmniejszej działki skali.
- Unikaj błędu paralaksy - oko powinno znajdować się na wysokości poziomu cieczy.
- W przypadku roztworów bezbarwnych odczyt wykonuj z dolnego menisku, natomiast dla roztworów barwnych z górnego menisku.

- Pipeta

Pipety dzielą się na dwa podstawowe typy: pipety jednomiarowe oraz pipety miarowe. Są to naczynia laboratoryjne używane do bardzo dokładnego odmierzenia określonej objętości roztworu.

Pipeta jednomiarowa, jest skalibrowana tak, aby dostarczać jedną, ściśle określoną objętość cieczy. Posiada duże rozszerzenie (bańkę) oraz długą, wąską część powyżej, na której znajduje się pojedyncza kreska kalibracyjna (podobnie jak w kolbie miarowej). Podczas pracy z pipetą jednomiarową nie należy wydmuchiwać ostatniej kropli cieczy, ponieważ została ona uwzględniona w kalibracji naczynia. Typowe objętości takich pipet to 1, 2, 5, 10, 20, 25, 50 oraz 100 ml. Pipety jednomiarowe charakteryzują się wysoką dokładnością pomiaru.

Pipety miarowe mają skalę naniesioną wzdłuż całej długości rurki i umożliwiają odmierzenie różnych objętości cieczy. Są przeznaczone do dozowania zmiennych, wcześniej określonych objętości roztworu. Zazwyczaj jednak nie stosuje się ich w bardzo dokładnych pomiarach, w których częściej wykorzystuje się biuretę.

- Lejek laboratoryjny

Lejek laboratoryjny jest zwykle wykonany z tworzywa sztucznego lub szkła i może posiadać krótki lub długi trzonek, wąski lub szeroki w zależności od przeznaczenia.

Lejek służy do przelewania cieczy lub przesypywania drobnoziarnistych substancji do naczyń o wąskim otworze, zapobiegając rozlewaniu lub rozsypywaniu substancji. Jest również wykorzystywany podczas przygotowywania roztworów standardowych.

Po umieszczeniu w nim sącza z bibuły filtracyjnej lejek może być używany do oddzielania ciał stałych (np. kryształów) od roztworu w procesie filtracji, często stosowanym w analizie organicznej.

- Szkiełko zegarkowe

Szkiełko zegarkowe to płytkie, wklęsłe naczynie wykonane ze szkła. W analizie nieorganicznej używa się go do przechowywania niewielkich ilości cieczy lub substancji stałych, zwłaszcza takich, które mają właściwości higroskopijne.

Może być również wykorzystywane do odparowywania niewielkich ilości roztworów oraz jako pokrywka do zlewki.

- Cylinder miarowy

Cylinder miarowy jest naczyniem o kształcie walca, na którego ściankach znajdują się podziałki objętości rozmieszczone w określonych odstępach. Cylindry miarowe występują w wielu pojemnościach, np. 10 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml itd.

Im mniejsza średnica cylindra, tym dokładniejszy odczyt objętości można uzyskać. Podczas odczytu objętości należy dopasować najniższy punkt menisku do najbliższej kreski podziałki.

Cylinder miarowy służy do orientacyjnego pomiaru objętości cieczy

- Tryskawka

Tryskawki są zwykle wykonane z polietylenu, czyli elastycznego tworzywa sztucznego odpornego na działanie rozpuszczalników. Najczęściej służą do przechowywania i dozowania wody destylowanej, która jest potrzebna podczas wykonywania doświadczeń, np. do płukania elektrod w miareczkowaniach pH-metrycznych lub potencjometrycznych. Tryskawka zawiera wewnętrzną rurkę zanurzoną w cieczy, dzięki czemu można z niej korzystać w pozycji pionowej. Zamykana jest nakrętką z dyszą. Po ściśnięciu butelki ręką ciecz znajdująca się wewnątrz zostaje sprężona i wypływa z dyszy w postaci wąskiego strumienia.

Tryskawki stosuje się do płukania szkła laboratoryjnego, takiego jak kolby stożkowe czy zlewki, oraz do przemywania osadów podczas filtracji za pomocą cienkiego strumienia wody destylowanej lub innego rozpuszczalnika. Może być również stosowana w wyjątkowych okolicznościach do dopełniania roztworu do kreski w kolbach miarowych.

- Siatka druciana (siatka laboratoryjna)

Siatka druciana jest cienką metalową siatką wykonaną z drutu stalowego lub stopu niklu i chromu, mającą strukturę przypominającą drobną kratkę.

Jej zadaniem jest umieszczenie pomiędzy palnikiem Bunsena a ogrzewanym naczyniem laboratoryjnym, najczęściej zlewką lub kolbą, aby podtrzymywać naczynie podczas ogrzewania.

Siatkę umieszcza się zwykle na trójnogu laboratoryjnym. Umieszczenie siatki pomiędzy źródłem ciepła a naczyniem powoduje rozproszenie i bardziej równomierne rozprowadzenie ciepła, dzięki czemu ogrzewanie jest bezpieczniejsze niż w przypadku bezpośredniego działania płomienia na szkło. Aby naczynie było stabilne na siatce, powinno mieć płaskie dno.

Wyróżnia się dwa rodzaje siatek drucianych:

- siatkę tkaną (plecioną) z drutu,
- siatkę z ceramicznym środkiem.

Oba typy dobrze przewodzą ciepło, jednak siatka z ceramicznym środkiem zapewnia bardziej równomierne rozprowadzanie temperatury. Element ceramiczny znajdujący się w centrum siatki jest mocno osadzony pod wysokim ciśnieniem, co zapobiega jego odrywaniu się.

Siatki z ceramicznym środkiem występują najczęściej w rozmiarach 4 cali, 5 cali oraz 6 cali.

- łaźnia wodna

Łaźnie wodne stosuje się do ogrzewania roztworów organicznych, ponieważ wiele z nich jest łatwopalnych, a bezpośrednie ogrzewanie płomieniem mogłoby być niebezpieczne.

W łaźni wodnej temperatura ogrzewania jest ograniczona temperaturą wrzenia wody, dlatego można ją utrzymywać poniżej 100°C. Do tego celu wykorzystuje się łaźnie wodne wykonane z miedzi lub łaźnie wodne elektryczne, w których temperatura jest kontrolowana za pomocą elementu grzejnego.

Rodzaje szkła stosowanego w aparaturze laboratoryjnej

Szkło laboratoryjne stosowane w laboratoriach chemicznych jest zazwyczaj wykonane ze szkła borokrzemowego. Jest to rodzaj szkła, którego głównymi składnikami tworzącymi strukturę są krzemionka (SiO_2) oraz tlenek boru (B_2O_3).

Szkło borokrzemowe charakteryzuje się bardzo małym współczynnikiem rozszerzalności cieplnej (około $3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ w temperaturze 20°C), dzięki czemu jest odporne na szok termiczny w większym stopniu niż większość innych typów szkła. W rezultacie jest ono mniej podatne na

naprężenia cieplne i dlatego powszechnie stosuje się je do produkcji szkła laboratoryjnego, takiego jak:

- butelki na odczynniki,
- kolby stożkowe,
- probówki,
- kolby miarowe,
- zlewki i inne naczynia laboratoryjne.

Szkło borokrzemowe wyróżnia się również wysoką odpornością chemiczną oraz dobrą przejrzystością optyczną. Mimo że jest bardziej odporne na nagłe zmiany temperatury niż zwykłe szkło, może pęknąć lub ulec rozbiciu w przypadku gwałtownych lub nierównomiernych zmian temperatury.

W przypadku uszkodzenia szkło borokrzemowe zwykle pęka na duże fragmenty, podczas gdy zwykłe szkło często rozpada się na liczne, bardzo ostre odłamki w wyniku nagłej zmiany temperatury. Należy również pamiętać, że szkło borokrzemowe może reagować z wodorkiem sodu podczas ogrzewania, prowadząc do powstania tetrahydroboranu sodu (NaBH_4), który jest powszechnie stosowanym reduktorem.

Czyszczenie szkła laboratoryjnego

Prawidłowa technika laboratoryjna wymaga stosowania idealnie czystego szkła laboratoryjnego, ponieważ nawet bardzo starannie wykonane doświadczenie może dać błędne wyniki, jeśli użyto zanieczyszczonych naczyń.

W każdym przypadku szkło laboratoryjne powinno być:

- czyste fizycznie,
- czyste chemicznie,
- a w wielu sytuacjach również jałowe (sterylne) lub czyste bakteriologicznie.

Wszystkie naczynia powinny być również całkowicie pozbawione tłuszczu.

Najprostszym sposobem sprawdzenia czystości szkła jest jednolite zwilżanie powierzchni przez wodę destylowaną. Ma to szczególne znaczenie w przypadku naczyń używanych do dokładnego pomiaru objętości cieczy.

Obecność tłuszczów lub innych zanieczyszczeń powoduje, że woda nie zwilża powierzchni równomiernie, co może prowadzić do:

- pozostawiania większej ilości cieczy na ściankach naczynia,
- zmiany objętości cieczy wydawanej z naczynia,
- zniekształcenia menisku w pipetach i biuretach,
- utrudnienia dokładnego odczytu objętości.

Nawet niewielkie ilości zanieczyszczeń mogą wpływać na kształt menisku i prowadzić do błędów pomiarowych.

Zasady czyszczenia szkła laboratoryjnego:

- Szkło laboratoryjne należy myć możliwie szybko po zakończeniu pracy.
- Jeśli dokładne mycie nie jest możliwe natychmiast, naczynia należy pozostawić w wodzie do namoczenia. Pozostawienie ich bez mycia może spowodować, że resztki substancji staną się trudne do usunięcia.
- Do ogólnego mycia można stosować mydło, detergenty lub proszki czyszczące.

Roztwory do specjalistycznego czyszczenia:

- Kwas chromowy jest często stosowanym środkiem do czyszczenia szkła laboratoryjnego. Przygotowuje się go przez rozpuszczenie 20 g $K_2Cr_2O_7$ w niewielkiej ilości wody destylowanej, tworząc pastę, a następnie powolne dodanie około 300 ml stężonego kwasu siarkowego(VI) i uzupełnienie do objętości 1 l roztworu kwasu chromowego(VI).
- Roztwór ten jest silnie żrący i może powodować poważne oparzenia skóry, dlatego należy zachować szczególną ostrożność podczas pracy.
- Bardziej skutecznym środkiem czyszczącym jest mieszanina stężonego kwasu siarkowego(VI) i dymiącego kwasu azotowego(V). Stosuje się ją w przypadku bardzo silnie zatłuszczonych lub mocno zanieczyszczonych naczyń laboratoryjnych.

- Tłuszcz można również usunąć, napełniając naczynie laboratoryjne gorącym roztworem mydła, pozostawiając je na około 15 minut, następnie płuczac wodą, potem stężonym kwasem solnym (HCl), a na końcu wodą destylowaną.
- Niektóre osady wymagają zastosowania specjalnych środków czyszczących, takich jak kwas azotowy(V), woda królewska (mieszanina stężonych kwasów: azotowego(V) i chlorowodorowego) lub dymiący kwas siarkowy(VI). Są to substancje silnie żrące, dlatego należy stosować je wyłącznie wtedy, gdy jest to konieczne i zachować szczególną ostrożność.
- Aparaturę wykonaną ze szkła borokrzemowego można suszyć w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 100-120°C

Zasady bezpieczeństwa i higieny pracy na laboratorium chemicznym

Reguły bezpieczeństwa na laboratorium chemicznym:

- Najważniejsze kwestie bezpieczeństwa podczas pracy z chemikaliami w laboratorium
- Świadomość zagrożeń związanych z określonymi toksycznymi substancjami chemicznymi.
- Zwracanie uwagi na etykiety znajdujące się na butelkach z odczynnikami chemicznymi.
- Właściwe rozumienie oznaczeń zagrożeń oraz symboli i ostrzeżeń umieszczonych na pojemnikach z chemikaliami.
- Kierowanie się zdrowym rozsądkiem i zachowanie czujności, aby zapobiegać wypadkom w laboratorium.
- Unikanie niepotrzebnego narażenia na działanie niebezpiecznych substancji, np. poprzez eliminowanie lub modyfikowanie procedur laboratoryjnych.
- Znajomość procedur postępowania w sytuacjach awaryjnych, aby skutecznie reagować w razie wypadku.

- Dobra znajomość zasad postępowania w laboratorium chemicznym, czyli tego, co wolno robić, a czego należy unikać.

Kategorie zagrożeń w laboratorium chemicznym

Zagrożenia występujące w laboratorium chemicznym można ogólnie podzielić na:

- toksyczne,
- wybuchowe,
- łatwopalne,
- żrące (korozyjne),
- stwarzające zagrożenie dla środowiska.

Zasady postępowania w laboratorium chemicznym

- Należy stosować odzież ochronną: fartuch (najlepiej bawełniany), rękawiczki oraz okulary ochronne. W przypadku posiadania okularów korekcyjnych okulary ochronne umieszcza się na okularach korekcyjnych.
- Nie wolno krzyczeć, bawić się, popychać ani biegać podczas pracy w laboratorium chemicznym.
- Każdą substancję chemiczną należy traktować jako potencjalnie niebezpieczną.
- W laboratorium nie wolno jeść, pić ani palić.
- Nie należy wąchać ani próbować smaku substancji chemicznych, ponieważ może to być niebezpieczne.
- Substancje chemiczne należy przechowywać z dala od źródeł ciepła i światła.
- Nie wolno wyrzucać potłuczonego szkła laboratoryjnego ani bibuły filtracyjnej do zlewu.
- Odpady chemiczne należy utylizować w odpowiedni sposób.
- Wszystkie odpady należy wyrzucać do przeznaczonych do tego pojemników.
- Zawsze należy wlewać kwas do wody, a nigdy wodę do kwasu.
- Przed użyciem należy dokładnie przeczytać etykiety na pojemnikach z chemikaliami.
- Nie należy używać tej samej szpatułki lub pipety do pobierania substancji z różnych pojemników, aby uniknąć zanieczyszczenia odczynników.

- Podczas pracy z substancjami żrącymi należy używać rękawic ochronnych.
- Rozlane substancje chemiczne (np. kwasy lub zasady) należy natychmiast i właściwie usunąć.
- Należy znać lokalizację oraz sposób użycia sprzętu bezpieczeństwa, takiego jak:
 - gaśnice,
 - stanowiska do przemywania oczu i twarzy,
 - zestawy do neutralizacji i usuwania rozlanych substancji chemicznych.
- Podczas ogrzewania substancji należy stosować szczelne okulary ochronne, aby zapobiec urazom oczu spowodowanym rozpryskami.
- Podczas pracy z otwartym płomieniem nie wolno używać łatwopalnych produktów.

Ogólne procedury pierwszej pomocy

- Kontakt substancji chemicznych z oczami: Należy natychmiast przepłukać oczy dużą ilością wody. Nie należy udawać się do punktu medycznego przed dokładnym przepłukaniem oczu. Płukanie wodą powinno być kontynuowane przez dłuższy czas, tj. min. 15 minut.
- Substancje chemiczne w ustach: Każdą substancję chemiczną, która dostała się do ust, należy natychmiast wypluć, a następnie dokładnie przepłukać usta wodą. Jeśli ktoś połknął substancję chemiczną, należy zapamiętać nazwę tej substancji i natychmiast powiadomić personel medyczny.
- Rozlanie substancji chemicznych na skórę: W przypadku niewielkiego skażenia należy najpierw obficie spłukać skórę wodą. Przy niewielkim rozlaniu kwasu lub zasady na skórę:
 - kwas można zneutralizować wodorowęglanem sodu (sodą oczyszczoną),
 - zasadę można zneutralizować kwasem borowym.
- Zapalenie się odzieży lub włosów: Osoba, której zapali się odzież lub włosy, często zaczyna panicznie biegać, co tylko zwiększa dopływ tlenu i nasila płomień. Najbliższa osoba powinna jak najszybciej przynieść koc gaśniczy i stłumić ogień, owijając nim poszkodowanego.
- W przypadku pożaru w laboratorium należy:
 - użyć gaśnicy,

- wyłączyć palniki,
 - zamknąć główny zawór gazu,
 - odłączyć urządzenia elektryczne,
 - opuścić pomieszczenie (ewakuować się).
- Krwawienie z rany:
 - Przy niewielkich skaleczeniach należy ucisnąć ranę sterylną gazą, przemyć ją wodą z mydłem, a następnie założyć sterylny opatrunek.
 - W przypadku silnego krwawienia należy unieść krwawiącą część ciała (jeśli to możliwe) i uciskać ranę sterylną gazą.
 - Wdychanie dymu lub oparów chemicznych: Jeśli w laboratorium pojawi się dym lub opary chemiczne, wszystkie osoby - nawet te, które nie odczuwają dolegliwości - powinny natychmiast opuścić laboratorium. Ponieważ dym unosi się do góry, podczas ewakuacji należy poruszać się możliwie nisko. Przed powrotem do pracy pomieszczenie należy dokładnie przewietrzyć.
 - Omdlenie: Jeśli ktoś zemdleje, należy położyć tę osobę na plecach, ustawić głowę niżej niż nogi oraz zapewnić dopływ świeżego powietrza. Należy także poluzować ciasną odzież.

Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych

Uwaga! W razie jakichkolwiek wątpliwości przy wykonywaniu poszczególnych doświadczeń należy konsultować się z prowadzącym zajęcia!!

Związki z grupą hydroksylową: alkohole i fenole

Badanie reakcji etanolu z sodem

1. Do probówki wlej ok 2 ml etanolu.
2. Następnie wrzuć kawałek sodu wielkości ziarnka ryżu.
3. Obserwuj zachodzące zjawiska.
4. Po zakończeniu reakcji przelej roztwór do parowniczkii porcelanowej.
5. Ogrzewaj ją do sucha.
6. Obejrzyj otrzymaną pozostałość.
7. Dodaj do niej ok. 2 ml wody i kroplę fenoloftaleiny.
8. Co zaobserwowałeś?
9. Wyciągnij wnioski w odpowiadając na konkretne pytanie: O czym świadczy odczyn roztworu otrzymanego na końcu doświadczenia?

Badanie rozpuszczalności n-alkanoli w wodzie i heksanie:

1. Przygotuj dwa zestawy probówek każdy liczący 6 sztuk i umieść je w statywie na probówki
2. W każdym z zestawów umieść w kolejnych probówkach po ok. 2 ml następujących alkoholi:
 - a. Metanol
 - b. Etanol
 - c. Propan-1-ol
 - d. Butan-1-ol
 - e. Pentan-1-ol
 - f. Propan-2-ol

3. Następnie dla pierwszego zestawu do każdej probówki zawierającej inny alkohol dodaj ok 2 ml wody destylowanej. Zawartość probówki delikatnie wymieszaj.
4. Co zaobserwowałeś dla poszczególnych probówek?
5. Czynności z punktów 3 i 4 powtórz dla drugiego zestawu probówek, ale tym razem zamiast wody użyj n-heksanu.
6. Czy w obu przypadkach ciecze mieszają się ze sobą, czy tworzą odrębne warstwy ?

Badanie właściwości glikolu etylenowego i gliceryny.

UWAGA: Glikol etylenowy jest związkiem trującym i nie wolno go smakować!!

1. W czterech probówkach przygotuj świeżą zawiesinę wodorotlenku miedzi(II) umieszczając w niej:
 - a. 1 ml 5% r-ru CuSO_4
 - b. 1 ml 10% r-ru NaOH
2. Do kolejnych probówek zawierających zawiesinę wodorotlenku miedzi(II) dodaj kolejno (za każdym razem intensywnie mieszając po dodaniu alkoholu zawartość probówki):
 - a. Glicerynę
 - b. Propan-1-ol
 - c. Glikol etylenowy
 - d. Etanol

Próba ogólna na obecność alkoholi z metawanadanem(V) amonu i 8-hydroksychinoliną

1. Przygotuj zestaw 5 probówek w których kolejno umieścisz następujące alkohole (2,5 ml):
 - a. Metanol
 - b. Etanol
 - c. Propan-1-ol
 - d. Propan-2-ol
 - e. Alkohol benzylowy
2. Do każdej z probówek dodaj 1,5 ml metawanadanu(V) amonu oraz 1-2 krople 8-hydroksychinoliny
3. Mocno wstrząśnij każdą z probówek do dobrego wymieszania się zawartości.

4. Poczekaj ok 2-5 min i zapisz obserwacje.
5. Czerwone lub brunatnoczerwone zabarwienie roztworu wskazuje na obecność alkoholu.
6. Alkohol izopropylowy oraz izoamylowy dają słabą reakcję. Alkohol allilowy, benzylowy, glicerol oraz alkohole z grupami aminowymi, fenolowymi i karboksylowymi dają próbę negatywną

Opcjonalnie, dodatkowo, w ćwiczeniu A4 można użyć glikolu etylenowego i gliceryny.

Próba Lucasa

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50 - 60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

Próba Lucasa jest reakcją alkoholi z kwasem solnym w obecności chlorku cynku. Wykorzystuje różnice w szybkości reakcji substytucji nukleofilowej alkoholi I-, II- i III-rzędowych, oraz brak rozpuszczalności w wodzie powstających chlorków alkilowych. Próba ma zastosowanie do niższych alkoholi (do C6). Ulegają one reakcji z wytworzeniem nierozpuszczalnych w środowisku chlorków alkilowych:

- alkohole III° (oraz alkohol benzylowy, allilowy i cynamonowy) reagują najszybciej, wywołując natychmiastowe zmętnienie roztworu,
- dla alkoholi II° zmętnienie pojawia się po kilku minutach,
- alkohole I° w temperaturze pokojowej nie reagują z roztworem Lucasa w sposób zauważalny.

1. Przygotuj zestaw 4 probówek w których umieść kolejno następujące alkohole (1,5ml):
 - a. Etanol
 - b. Propan-2-ol
 - c. Tert-butanol
 - d. Alkohol benzylowy
2. Do każdej z probówek dodaj 1,5 ml odczynnika Lucasa
 - a. Zaobserwuj zachodzące zmiany w poszczególnych probówkach

3. Probówki gdzie nie zaobserwowano zmian umieść w przygotowanej wcześniej łaźni wodnej i obserwuj zachodzące zmiany
4. Wyciągnij wnioski dotyczące wpływu warunków prowadzenia na rozróżnienie rzędowości poszczególnych alkoholi

Reakcja z odczynnikiem Jonesa (zwanym także Bordwella i Wellmana) (CrO_3)

1. Przygotuj zestaw 4 probówek w których umieść kolejno następujące alkohole (1,5 ml !!!)
 - a. Etanol
 - b. Propan-2-ol
 - c. Tert-butanol
 - d. Alkohol benzylowy
2. Do każdej z probówek dodaj 2 (nie więcej niż 3 !!) krople odczynnika Jonesa
3. Do każdej z probówek dodaj ok 3 ml wody destylowanej
4. Zapisz obserwacje

Reakcja charakterystyczna dla fenolu z chlorkiem żelaza(III)

1. W probówce umieść 1-2 ml fenolu
2. Następnie dodaj 1-2 krople, (nie więcej niż 2 !!) 0,5 M FeCl_3 ,
3. Zapisz obserwację. Zidentyfikuj kolor roztworu.
4. W przypadku trudności z identyfikacją dodaj do probówki wody destylowanej do ok. 60% jej wysokości.

Rozróżnienie fenoli od kwasów karboksylowych

Uwaga! Ćwiczenie należy wykonywać pod dygestorium. Nie wynosić poza obszar dygestorium fenolu, kwasu octowego i kwasu propionowego!!

1. W trzech probówkach umieść kolejno, po ok. 4-5 ml odczynnika:
 - a. Fenol
 - b. Kwas octowy
 - c. Kwas propionowy
2. Następnie do każdej z probówek dodaj ok 1,5-2 ml wodorowęglanu sodu, uważnie przyglądając się zawartości każdej z probówek po dodaniu wodorowęglanu sodu.

Uwaga. W przypadku kwasu octowego reakcja może przebiegać bardzo raptownie stąd należy zachować szczególną uwagę i ostrożność aby nie przegapić zamierzonego efektu.

3. Zapisz obserwacje.

Reakcja alkoholi z tlenkiem miedzi(II)

1. Przygotuj dwie zlewki o pojemności 50 ml.
2. W każdej umieść 15-20 ml alkoholu etylowego
3. Następnie do pierwszej dodaj kilka (ok. 10 „ziarenek”) tlenku miedzi(II)
4. Zapisz obserwacje
5. Następnie na łyżeczce do spalań umieść ok 10 „ziarenek” tlenku miedzi(II)
6. Ogrzewaj w płomieniu palnika aż do momentu rozżarzenia się tlenku miedzi(II) uważając przy tym aby się nie poparzyć od nagrzewającej się łyżeczki.
7. Następnie rozgrzany tlenek miedzi(II) przesyp do drugiej zlewki zawierającej etanol
8. Zapisz obserwacje

Reakcje alkoholi z $K_2Cr_2O_7$ i stężonym kwasem (HCl, H_2SO_4 , HNO_3):

Mieszanina kwasu (HCl/ H_2SO_4 / HNO_3) i $K_2Cr_2O_7$ powoduje utlenienie większości alkoholi I- i II-rzędowych, czemu towarzyszy pojawienie się ciemnoniebieskiego lub niebieskozielonego zabarwienia. Alkohole III-rzędowe reakcji tej nie ulegają. Próba ta jest dodatnia również dla cukrów. Reakcję tę wykonuje się tylko w celu rozróżnienia rzędowości alkoholi, a nie ich wykrywania.

1. W czterech probówkach umieść kolejno 2 ml następujących alkoholi:
 - a. Etanol
 - b. Propan-1-ol
 - c. Tert-butanol
 - d. Alkohol benzylowy
2. Do każdej z probówek dodaj 3-4 krople $K_2Cr_2O_7$ i wymieszaj zawartość probówki;
3. W kolejnym kroku, do każdej z probówek dodaj, **bardzo ostrożnie**, kilka kropli, 3-4, jednego ze stężonych kwasu: HCl lub H_2SO_4 lub 6M HNO_3 ;

Uwaga! Wybór kwasu należy uzgodnić z prowadzącym zajęcia!!

Związki z grupą karbonylową: aldehydy, ketony i kwasy karboksylowe

Reakcja z 2,4-dinitrofenylohydrazyną

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

W probówce należy umieścić kolejno:

1. 0,5 ml acetonu (lub innego ketonu lub aldehydu w zależności od wskazań prowadzącego)
2. 3 ml odczynnika 2,4-dinitrofenylohydrazynowego i mocno wstrząśnij
3. Obserwuj zachodzące zmiany
 - a. Jeżeli zmiany się nie pojawiają umieść probówkę w gorącej łaźni wodnej

Reakcja z chlorowodorkiem hydroksyloaminy

1. W 5 probówkach umieść w następującej kolejności:
 - a. 1ml 5% chlorowodorku hydroksyloaminy
 - b. 3 krople 0,1 M NaOH
2. Do tak przygotowanych probówek dodać 4-5 kropel (ciągle mieszając):
 - a. Formaldehydu
 - b. Acetonu
 - c. Kwas octowego
 - d. Kwas propionowego
3. Zapisać obserwacje
4. Należy mieszać aż do zmiany barwy z czerwonej na cebulkową. Następnie dodać kilka kropli badanego roztworu. Jeśli czerwone zabarwienie powróci, świadczy to o obecności grupy karbonylowej.

Rozróżnienie fenoli od kwasów karboksylowych

Uwaga! Ćwiczenie należy wykonywać pod dygestorium. Nie wynosić poza obszar dygestorium stosowanych w doświadczeniu odczynników!!

1. W osobnych probówkach umieść kolejno, po ok. 4-5 ml odczynnika:
 - a. Fenol
 - b. Kwas mrówkowy
 - c. Kwas octowy
 - d. Kwas propionowy
2. Następnie do każdej z probówek dodaj ok 1,5-2 ml wodorowęglanu sodu, uważnie przyglądając się zawartości każdej z probówek po dodaniu wodorowęglanu sodu.

Uwaga. W przypadku kwasu octowego reakcja może przebiegać bardzo raptownie stąd należy zachować szczególną uwagę i ostrożność aby nie przegapić zamierzonego efektu.

3. Zapisz obserwacje
4. Wydzielanie się CO_2 , w postaci pęcherzyków w roztworze lub na ściankach probówki, wskazuje na obecność kwasu

Reakcja kwasów karboksylowych z FeCl_3

Kwasy z rozcieńczonym roztworem chlorku żelaza(III) dają wyraźnie zabarwione roztwory lub osady (czerwonawe, brunatne, żółte, niebieskie). Kwas salicylowy może dać czerwono-fioletowe zabarwienie, charakterystyczne dla fenoli.

1. W osobnych probówkach umieścić kolejno, 1 ml, następujących związków:
 - a. Kwas mrówkowy
 - b. Kwas octowy
 - c. Kwas propionowy
 - d. Kwas szczawiowy
 - e. Kwas benzoesowy
 - f. Fenol

2. Do probówek a.-e. dodać ok 4-5 kropel FeCl_3 ;
3. Do probówki f. dodać 1 kroplę FeCl_3 ;
4. Zapisać zachodzące zmiany.

Uwaga w przypadku braku natychmiastowych zmian, roztwory należy pozostawić na kilka minut (ok. 5-10).

Próba jodan-jodek

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

Próba pozwala wykryć obecność słabych kwasów, gdy reakcja ze wskaźnikiem nie jest jednoznaczna. W warunkach reakcji obecność kwasu powoduje powstawanie wolnego jodu. Wolny jod powoduje niebieskie zabarwienie skrobi.

1. W 4 probówkach należy umieścić kolejno, 1 ml, następujących związków:
 - a. Kwas mrówkowy
 - b. Kwa octowy
 - c. Kwas propionowy
 - d. Kwas szczawiowy (stały + 1 ml H_2O w celu rozpuszczenia)
2. Do każdej z probówek należy dodać (w podanej kolejności):
 - a. 2 krople 2% KI
 - b. 2 krople 4% KIO_3
3. Wszystkie probówki zatkać zwitkiem waty.
4. Probówki umieścić z łaźni wodnej.
5. Obserwuj zachodzące zmiany. (Zawartość probówki nad cieczą powinna ulegać brunatnieniu – wydzielanie gazu). Ogrzewanie prowadzimy do momentu, aż na wacie zauważymy żółknięcie.
6. Następnie do wszystkich probówek dodajemy 1-2 krople skrobi.

Próba Tollensa

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

1. W 2 probówkach należy umieścić kolejno:
 - a. 3 ml 1% AgNO_3
 - b. Kroplami 5% NaOH w ilości odpowiadającej powstanie osadu (wymieszać zawartość probówki)
 - c. Kroplami 2% $\text{NH}_{3(\text{aq})}$ w ilości pozwalającej na rozpuszczenie powstałego wcześniej osadu.

Uwaga! Po każdej porcji NH_3 mieszać energicznie probówkę. Rozpuszczenie osadu nie będzie/może nie być od razu zauważalne stąd należy zachować czujność przy dodawaniu kolejnych porcji amoniaku.

2. Do pierwszej probówki należy dodać 1,5 ml odczynnika do próby Tollensa i całość dokładnie wymieszać
3. Następnie umieść probówkę w gorącej łaźni wodnej
4. Obserwuj zachodzące zmiany
5. Do drugiej probówki należy dodać 1,5 ml acetonu i całość dokładnie wymieszać
6. Następnie umieścić drugą probówkę w gorącej łaźni wodnej (nie ma potrzeby usuwania pierwszej)
7. Wymieszać i pozostawić, obserwując tworzenie lustra na ściankach lub osad srebra. Jeśli reakcja na zimno nie zachodzi, ogrzać we wrzącej łaźni wodnej.

Próba Trommera

1. W dwóch probówkach należy umieścić kolejno
 - a. 2,5 ml 2% CuSO_4 ;
 - b. 1 ml 10% NaOH ;

Tzn. probówka jeden $\text{CuSO}_4 + \text{NaOH}$ oraz probówka dwa $\text{CuSO}_4 + \text{NaOH}$

2. Do pierwszej dodaj 1,5 ml odczynnika do próby Trommera i dokładnie wymieszaj zawartość probówki

3. Włącz palnik gazowy
4. **Bardzo ostrożnie!** Ogrzewaj całą probówkę (góra i dół) w płomieniu palnika.

Uwaga! Podczas ogrzewania wylot próbówki powinien być skierowany w kierunku neutralnym, tak aby w razie gwałtownego wyrzucenia treści w niej zawartych nie doszło do poparzenia własnego lub osób znajdujących się w pobliżu.

Uwaga! Po skończonym doświadczeniu pamiętaj aby wyłączyć: 1) palnik gazowy, 2) kurek z gazem znajdujący się na stole laboratoryjnym.

5. Do drugiej próbówki dodaj 1,5 ml acetonu i dokładnie wymieszaj zawartość próbówki.
6. Włącz palnik gazowy.
7. **Bardzo ostrożnie!** Ogrzewaj całą probówkę (góra dół) w płomieniu palnika.
8. Zaobserwuj zmianę barwy i postać osadu w czasie ogrzewania.

Próba Benedicta

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

1. W dwóch probówkach umieść po 1 ml odczynnika Benedicta
 - a. Do pierwszej dodaj 2-3 ml odczynnika do próby Benedicta lub Tollensa
 - b. Do drugiej dodaj 2-3 ml acetonu
2. Obie próbówki umieść w gorącej łaźni wodnej
3. Obserwuj zachodzące zmiany
4. W obecności aldehydów z roztworu powinien wytrącić się ceglastoczerwony osad Cu_2O , a w przypadku bardzo małej ilości substancji po dłuższym czasie osad żółty lub żółtozielony.

Próba Fehlinga

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

1. W dwóch probówkach umieść kolejno (w każdej osobno):
 - a. 1 ml odczynnika Fehlinga 1

b. 1 ml odczynnika Fehlinga 2

Tzn. probówka jeden F1 + F2 oraz probówka dwa F1 + F2

2. Do pierwszej dodaj 3 ml odczynnika do próby Fehlinga lub Benedicta lub Tollensa
3. Do drugiej dodaj 3 ml acetonu
4. Obie probówki umieść w gorącej łaźni wodnej
5. Obserwuj zachodzące zmiany
6. W obecności aldehydu alifatycznego wytrąca się ceglastoczerwony osad tlenku miedzi(I).

Próba z odczynnikiem Schiffa

W probówce umieść kolejno:

1. 1 ml formaldehydu
2. Ok. 4 ml odczynnika Schiffa
3. Energicznie mieszać zawartość probówki
4. Obserwuj zachodzące zmiany
5. Jeśli analizowany związek jest aldehydem, do ok. 5 min pojawia się purpurowo-fioletowe zabarwienie. Nie należy próbki ogrzewać.

Próba Legala

W probówce umieść kolejno:

1. 1 ml acetonu
2. 2-5 kropel nitroprusydku sodu
3. Odczekaj ok 5 minut
4. Dodaj 1-2 krople 0,1 M NaOH
5. Obserwuj zachodzące zmiany
6. Dodaj ewentualnie, 1-2 krople CH_3COOH
7. Pojawienie się brunatno-czerwonego zabarwienia świadczy o obecności metyloketonów.
8. Po dodaniu 1-2 kropli kwasu octowego zabarwienie zmienia się (w zależności od stężenia kwasu octowego) na czerwone lub niebieskie.

Próba jodoformowa

W probówce umieść kolejno:

1. 0,5 ml acetonu lub propan-2-olu (w zależności od wskazań prowadzącego)
2. 2 ml wody destylowanej
3. 1-2 ml 5% NaOH
4. Kroplami r-r I_2 w KI
5. Obserwuj zachodzące zmiany
6. Delikatnie zbadaj zapach powstałego osadu
7. Po kilku minutach wytrącają się drobne żółte kryształki jodoformu o specyficznym zapachu

Reakcja kwasu octowego z tlenkiem miedzi(II)

1. W probówce umieść kolejno:
 - a. Niewielką ilość CuO (w razie wątpliwości skonsultuj z prowadzącym zajęcia)
 - b. 2-3 ml kwasu octowego
2. Ogrzej zawartość próbówki
3. Obserwuj zachodzące zmiany

Związki wielofunkcyjne: węglowodany

Przed przystąpieniem do wykonywania ćwiczeń należy zapoznać się z budową wykorzystywanych w doświadczeniu sacharydów, ze szczególnym uwzględnieniem: 1. Pentozy vs heksozy, 2. Aldozy vs ketozy, 3. Monosacharydy, 4. Disacharydy, 5. Polisacharydy.

Stan skupienia

Na szkiełku zegarkowym umieść niewielkie ilości poszczególnych sacharydów i je scharakteryzuj.

Rozpuszczalność

1. Przygotuj dwa zestawy próbek, każdy w ilości odpowiadającej ilości cukrów analizowanych w ćwiczeniu W1
2. Do pierwszego zestawu nalej ok 3 ml wody destylowanej
 - a. Następnie do każdej z próbek dodaj inny cukier analizowany w ćwiczeniu W1
3. Do drugiego zestawu próbek nalej ok 3 ml acetonu

- a. Następnie do każdej z probówek dodaj inny cukier analizowany w ćwiczeniu W1
4. Obserwuj zmiany w rozpuszczalności poszczególnych cukrów w wodzie i acetonie

Próba Molisha

Dodatnią próbę Molischa wykazują wszystkie cukry ale także aldehydy, aceton i kwasy organiczne. W obecności stężonego kwasu siarkowego dochodzi do odwodnienia cukrów i powstaje furfural lub 5-hydroksymetylofurfural, które z α -naftolem tworzą barwne kompleksy. Ujemny wynik próby Molischa wyklucza obecność cukru.

1. W osobnych probówkach umieść:
 - a. 1 ml analizowanego związku (fruktoza, glukoza, sacharoza, rafinoza, skrobia, aceton, kwas octowy)
 - b. 3 krople odczynnika Molischa
 - c. 2-3 krople stężonego H_2SO_4
2. Obserwuj zmiany zachodzące w probówkach

Próba Barefoeda

1. W osobnych probówkach umieść:
 - a. 1 ml analizowanego cukru (glukoza, sacharoza)
 - b. 4 ml odczynnika Barefoeda
2. **Bardzo ostrożnie!** ogrzewaj zawartość probówek w płomieniu palnika do zauważalnych zmian.
3. Obserwuj zmiany zachodzące w probówkach

Reakcja z fluoroglucyną

1. W osobnych probówkach umieść kolejno:
 - a. 1 ml analizowanego cukru (arabinoza, ksyloza, fruktoza, glukoza)
 - b. 5 ml fluoroglucyny
2. **Bardzo ostrożnie!** ogrzewaj zawartość probówek w płomieniu palnika do zauważalnych zmian.
3. Następnie zawartość probówki należy schłodzić w strumieniu zimnej wody.
4. Obserwuj zachodzące zmiany.

Próba Biała

Zasada próby oparta jest również na zachowaniu się cukru wobec stęż. kwasów (odwodnienie do furfuralu), a modyfikacja polega na wprowadzeniu do reakcji FeCl_3 . Próba ta jest podstawą ilościowego, kolorymetrycznego oznaczania pentoz (metoda Mejbaum-Katzenelenbogen) np. w kwasach nukleinowych. Pentozy w reakcji z orciną, wobec FeCl_3 dają produkty o zielonkawo-niebieskim zabarwieniu. Heksozy w tej reakcji barwią roztwór na zielono, czerwono lub brązowo.

1. W osobnych probówkach umieść kolejno:
 - a. Stały cukier (w ilości konsultowanej z prowadzącym) taki jak: arabinoza, ksyloza, fruktoza, glukoza
 - b. Następnie 2 ml odczynnika Biała
2. **Bardzo ostrożnie!** ogrzewaj zawartość probówek w płomieniu palnika do zauważalnych zmian.

Próba Seliwanowa

Dodatni odczyn Seliwanowa wykazują ketozy. Próba ta odróżnia ketozy od aldoz, gdyż ketozy w stosowanych warunkach reakcji ulegają nawet 20 razy szybciej przemianie w aldehyd 5-hydroksymetylo-2-furylowy, którego obecność stwierdza się obserwując jego barwne kompleksy z rezorcyną. Ketozy w obecności stężonego kwasu solnego dają reakcję barwną z rezorcyną. Próbę uważa się za dodatnią jedynie wtedy, gdy zabarwienie występuje przed upływem 45 sekund. Przy dłuższym ogrzewaniu, odczyn ten wypada również dodatnio z sacharozą i inuliną, które pod wpływem zawartego w odczynniku kwasu solnego ulegają hydrolizie do fruktozy

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia.

1. W dwóch probówkach umieść 2 ml odczynnika Seliwanowa, następnie kolejno:
 - a. W pierwszej 2 ml fruktozy + 2 ml 6M HCl
 - b. W drugiej 2 ml glukozy + 2 ml 6M HCl
2. Obi probówki następnie umieść w gorącej łaźni wodnej
3. Obserwuj zachodzące w czasie zmiany.

Próba Tollensa

Próbie Tollensa należy przeprowadzić wg instrukcji z ćwiczenia Gk6 w dwóch probówkach kolejno dla: fruktozy i glukozy.

Próba z molibdenianem(V) amonu

1. W osobnych probówkach umieść kolejno:
 - a. 1 ml analizowanego cukru (glukoza, galaktoza, sacharoza, rafinoza)
 - b. 1 ml molibdenianu(V) amonu
2. **Bardzo ostrożnie!** ogrzewaj zawartość probówek w płomieniu palnika do zauważalnych zmian.
3. Zawartość probówki oziębć w strumieniu zimnej wody
4. Obserwuj zachodzące zmiany.

Próba z I₂ w KI

1. W osobnych probówkach umieść po 1 ml następujących cukrów:
 - a. Glukoza, fruktoza, sacharoza, rafinoza, skrobia
2. Do każdej z probówek dodaj 1-2 krople roztworu I₂ w KI
3. Obserwuj zachodzące zmiany

Próba Nylandera

Odczynnik Nylandera jest czulszy od odczynu Benedicta i wykrywa glukozę w niskim stężeniu, nawet 0,05%. Białka i aminokwasy siarkowe fałszują reakcję, bowiem mogą tworzyć z bizmutem czarny siarczek bizmutu.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia przygotuj zlewkę (100 ml) z wodą destylowaną w ilości 50-60 ml. Umieść w zlewce bagietkę szklaną i za pomocą palnika doprowadź wodę do wrzenia

1. Do czterech probówek dodać kolejno po 1 ml:
 - a. Glukozy
 - b. Fruktozy
 - c. Sacharozy
2. Dodać kilka (2-3) krople odczynnika Nylandera
3. Wstawić do przygotowanej wcześniej wrzącej łaźni wodnej

4. Obserwować zachodzące zmiany
5. W obecności cukru redukującego wytrąci się czarny osad bizmutu

Związki zawierające azot: aminy

Aminy do wszystkich doświadczeń: anilina, benzyloamina, N,N-dimetyloanilina, izopropylamina, N-metyloalanina, trietyloamina

Próba z papierkiem Kongo

Kroplę badanej substancji ciekłej lub kilka kryształków substancji stałej umieszcza się na papierku wskaźnikowym z czerwieni Kongo zabarwionym uprzednio na niebiesko za pomocą jednej kropli 0,01 M HCl. Czerwona plama wskazuje na obecność aminy. Aminy aromatyczne II-rzędowe reagują słabo, a III-rzędowe nie wykazują w tej próbie odczynu zasadowego. Negatywny wynik tej reakcji wykazują również aminy z podstawnikami silnie elektroujemnymi.

Zobojętnienie wobec wskaźnika

Aminy jako zasady reagują z kwasami dając sole. Zobojętnianie kwasem solnym w obecności oranżu metylowego (lub innego wskaźnika) daje wyraźną barwną reakcję.

Wykonanie:

W probówce szklanej umieszcza się 1 ml 0,01 M roztworu HCl, 1 ml etanolowego roztworu oranżu metylowego i 4 ml wody. Następnie wprowadza się 4 ml lub niewielką ilość dobrze sproszkowanej badanej substancji. Związki słabo rozpuszczalne w wodzie należy rozpuścić lub zawiesić w 3 kroplach etanolu. W roztworze kwasu oranż ma barwę czerwoną, po dodaniu aminy zmienia barwę na żółtą.

Reakcja z nitroprusydkiem sodu

Reakcja służy do rozróżnienia amin alifatycznych I- i II-rzędowych.

Wykonanie:

W dwóch probówkach umieszcza się po około 10 mg badanej substancji i 5 ml wody a następnie do jednej dodaje się 1 ml acetonu, a do drugiej 1 ml aldehydu octowego i do tak przygotowanych roztworów dodaje się po 2 krople 1% wodnego roztworu pentacyjanonitrożelazianu(III) sodu. W ciągu 2 min pojawia się charakterystyczne zabarwienie:

- dla amin alifatycznych I-rzędowych fioletowe wobec acetonu, a czerwone wobec aldehydu octowego,
- dla amin alifatycznych II-rzędowych wobec acetonu reakcja nie zachodzi, a po zalkalizowaniu roztworu zawierającego aldehyd octowy za pomocą 2% NaHCO_3 pojawia się zabarwienie niebieskie lub fioletowe.

Wzór sprawozdania

Poniżej przedstawiono wzór sprawozdania z wykonywanych ćwiczeń laboratoryjnych.

Tematyka ćwiczeń, np.: Analiza związków z grupą hydroksylową	
Skład zespołu:	Ocena ze sprawozdania:
1.	
2.	
3.	
Data wykonania ćwiczenia:	
Data oddania sprawozdania:	
Prowadzący: dr inż. Piotr Niemiec, prof. AT	
1. Cel ćwiczenia - krótko 1-2 zdania w jakim celu ćwiczenie było przeprowadzane 2. Szczegółowy opis czynności laboratoryjnych - bardzo szczegółowy i skrupulatny opis poszczególnych etapów wykonywania doświadczenia pisany od punktów 3. Obserwacje z przeprowadzonego doświadczenia - w formie tabelki zapis obserwacji podczas przeprowadzanego doświadczenia 4. Wnioski - odniesienie obserwacji do celu ćwiczenia	

Literatura

1. Z. Jerzmanowska, Analiza Związków Organicznych, Warszawa, PZWL, 1972
2. A. Anand, R. Kumari, Physical chemistry laboratory manual, Wiley, 2019
3. A. Vogel, Preparatyka organiczna, WNT, Warszawa, 2005
4. B. Tylińska, E. drozd-Szczygieł, I. Bryndal, Analiza Jakościowa Związków Organicznych - *Skrypt do zajęć laboratoryjnych dla studentów kierunku Analityka Medyczna*, 2024, Wrocław - e-skrypt
5. B. Drożdż, Analiza jakościowa związków organicznych, CM UJ, Kraków, 2013 - e-skrypt