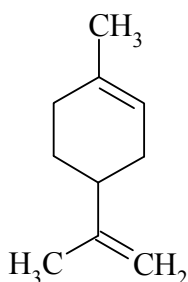


WYDRĘBNIE NIE OLEJKÓW ETERYCZNYCH

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wyodrębnienie limonenu ze skórki pomarańczy lub mandarynki na drodze destylacji z parą wodną.

Limonen ze względu na silny zapach znalazł zastosowanie jako dodatek do perfum.



Limonen

SPRZĘT

Zestaw do destylacji z parą wodną, kolba stożkowa, rozdzielacz, lejek szklany, cylinder miarowy, elektryczna czasza grzewna, zarodniki wrzenia, wyparka rotacyjna.

ODCZYNNIKI

Skórka z pomarańczy lub mandarynek, chlorek metylenu, bezwodny siarczan sodu.

WYKONANIE

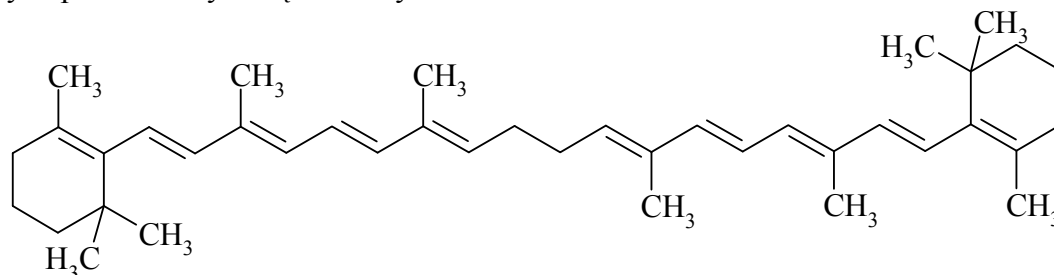
1. Zestawić aparaturę do destylacji z parą wodną.
2. Do kolby dwuszyjnej wsypać materiał roślinny 10 g (skórki z pomarańczy lub z mandarynek), 150 ml wody i dodać zarodniki wrzenia.
3. W kolbie dwuszyjnej umieścić wkraplacz z ok 50 ml wody.
4. Do chłodnicy podłączyć wodę.
5. Kolbę dwuszyjną ogrzewać czaszą elektryczną utrzymując łagodne wrzenie
6. W miarę ubywania wody z kolby uzupełniać ją wodą z wkraplacza
7. Destylację przerwać gdy w chłodnicy skrapla się przezroczysty destylat lub w odbieralniku jest 80 ml destylatu.
8. Destylat przenieść do rozdzielacza i ekstrahować trzema porcjami każda po 20 ml chlorku metylenu.
9. Połączone ekstrakty przenieść do kolby stożkowej i suszyć bezwodnym siarczanem sodu.
10. Osuszone ekstrakty przesączyć przez niewielką ilość waty umieszczonej na lejku do uprzednio zważonej kolby kulistej i odparować na wyparce rotacyjnej chlorek metylenu.
11. Zważyć kolbę z wyizolowanym olejkiem
12. Obliczyć zawartość limonenu w materiale roślinnym.

EKSTRAKCYJA BARWNIKÓW Z MATERIAŁÓW ROŚLINNYCH

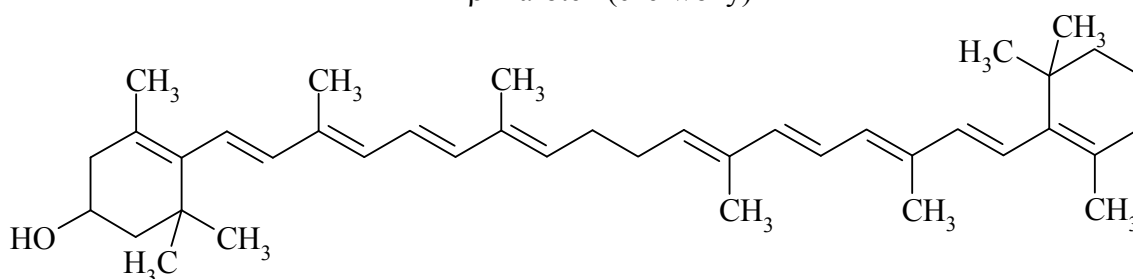
CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest wyodrębnienie barwników z materiału roślinnego metodą ekstrakcji.

Podstawowym barwnikiem chloroplastów (liści) jest chlorofil- zielony barwnik istotny w procesie fotosyntezy. Obok niego występują barwniki czerwone i żółte z grupy karotenoidów, z których podstawowymi są karoteny i ksantofile.



β -Karoten (czerwony)



ksantofil

SPRZĘT

Zestaw do destylacji z parą wodną, kolba stożkowa, rozdzielacz, lejek szklany, cylinder miarowy, elektryczna czasza grzejna, zarodniki wrzenia, wyparka rotacyjna.

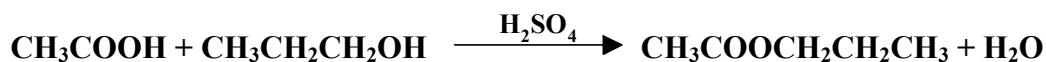
ODCZYNNIKI

Chloroform, materiał roślinny (suszona pietruszka lub papryka), wyparka rotacyjna

WYKONANIE

1. Włożyć materiał roślinny (5g suszonej pietruszki lub czerwonej papryki 10g) do gilzy.
2. Zważyć kolbkę kulistą.
3. W nasadce ekstrakcyjnej umieścić gilzę.
4. Do kolby kulistej włożyć zarodniki wrzenia, wlać chloroform i zamontować na niej aparat soxhleta i chłodnicę zwrotną.
5. Podłączyć wodę do chłodnicy.
6. Kolbę ogrzewać czaszą elektryczną utrzymując łagodne wrzenie.
7. Ekstrahować przez jedną godzinę.
8. Chloroform odparować na wyparce rotacyjnej.
9. Obliczyć procentową zawartość barwników w materiale roślinnym.

OCTAN n-PROPYLU



ODCZYNNIKI

Stężony kwas octowy, n-propanol, stężony kwas siarkowy, 5% wodny r-r węglanu sodu, bezwodny siarczan sodu lub magnezu, zarodniki wrzenia.

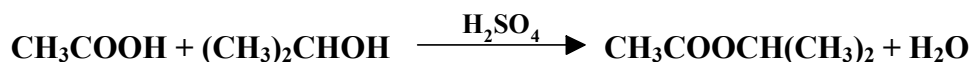
SPRZĘT

Kolba kulista dwuszyjna, chłodnica Liebiga, wkraplacz, rozdzielacz, lejek szklany, elektryczna czasza grzejna.

WYKONANIE

1. W kolbie dwuszyjnej umieścić, zarodniki wrzenia, 8 cm³ alkoholu n-propylowego i 2,5 cm³ stężonego kwasu siarkowego. Dokładnie wymieszać zawartość kolby! W przypadku złego wymieszania reagentów mieszanina brunatnieje!
2. Zmontować zestaw do destylacji. W bocznej szyjce kolby umieścić wkraplacz z mieszaniną 15 cm³ stężonego kwasu octowego i 15 cm³ alkoholu n-propylowego. Zamontować odbieralnik (kolba stożkowa) z ok. 30 cm³ wody destylowanej.
3. Zawartość kolby destylacyjnej umiarkowanie ogrzać do wrzenia za pomocą elektrycznej czaszy grzejnej. W momencie osiągnięcia przez mieszaninę temperatury wrzenia rozpocząć powolne wkraplanie mieszaniny stężonego kwasu octowego i alkoholu n-propylowego. Szybkość wkraplania regulować w zależności od szybkości destylacji powstającego estru. Surowy ester destyluje w temperaturze 75-85 °C.
4. Destylat przenieść do rozdzielacza i oddzielić uzyskany ester od fazy wodnej. Do fazy estrowej dodać ok. 30 cm³ 5% wodnego r-r węglanu sodu, celem zubożenia surowego destylatu. Zawartość rozdzielacza silnie wytrząsać, zwracając szczególną uwagę na częste wyrównywanie ciśnienia w rozdzielaczu z ciśnieniem atmosferycznym.
5. Rozdzielacz odstawić na kilka minut celem oddzielenia się warstwy organicznej od warstwy wodnej. Zebrać fazę estrową i wodny roztwór do oddzielnych kolb stożkowych.
6. Ester osuszyć bezwodnym siarczanem sodu i przesączyć przez niewielką ilość waty umieszczonej na lejku.
7. Otrzymuje się ok. 20 cm³ surowego octanu propylu.
8. Obliczyć wydajność reakcji.

OCTAN IZOPROPYLU



ODCZYNNIKI

Stężony kwas octowy, izopropanol, stężony kwas siarkowy, 5% wodny r-r węglanu sodu, bezwodny siarczan sodu lub magnezu, zarodniki wrzenia.

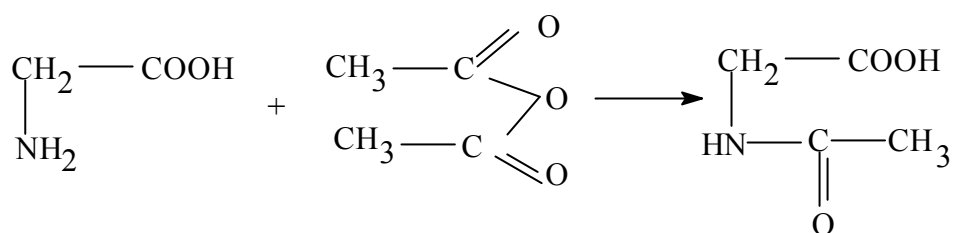
SPRZĘT

Kolba kulista dwuszyjna, chłodnica destylacyjna Liebiga, wkraplacz, rozdzielacz, lejek szklany, elektryczna czasza grzejna.

WYKONANIE

1. W kolbie dwuszyjnej umieścić, zarodniki wrzenia, 8 cm³ alkoholu izopropylowego i 2,5 cm³ stężonego kwasu siarkowego. Dokładnie wymieszać zawartość kolby! W przypadku złego wymieszania reagentów mieszanina brunatnieje!
2. Zmontować zestaw do destylacji. W bocznej szyjce kolby umieścić wkraplacz z mieszaniną 15 cm³ stężonego kwasu octowego i 15 cm³ alkoholu izopropylowego. Zamontować odbieralnik (kolba stożkowa) z ok. 30 cm³ wody destylowanej.
3. Zawartość kolby destylacyjnej umiarkowanie ogrzać do wrzenia za pomocą elektrycznej czaszy grzejnej. W momencie osiągnięcia przez mieszaninę temperatury wrzenia rozpocząć powolne wkraplanie mieszaniny stężonego kwasu octowego i alkoholu izopropylowego. Szybkość wkraplania regulować w zależności od szybkości destylacji powstającego estru. Surowy ester destyluje w temperaturze 75-90 °C.
4. Destylat przenieść do rozdzielacza i oddzielić uzyskany ester od fazy wodnej. Do fazy estrowej dodać ok. 30 cm³ 5% wodnego r-r węglanu sodu, celem zubożenia surowego destylatu. Zawartość rozdzielacza silnie wytrząsać, zwracając szczególną uwagę na częste wyrównywanie ciśnienia w rozdzielaczu z ciśnieniem atmosferycznym.
5. Rozdzielacz odstawić na kilka minut celem oddzielenia się warstwy organicznej od warstwy wodnej. Zebrać fazę estrową i wodny roztwór do oddzielnych kolb stożkowych.
9. Ester osuszyć bezwodnym siarczanem sodu i przesączyć przez niewielką ilość waty umieszczonej na lejku.
10. Otrzymuje się ok. 15-20 cm³ surowego octanu izopropylu.
11. Obliczyć wydajność reakcji.

ACETYLOGLICZYNA



Sprzęt

Kolba stożkowa, zlewka, kolba ssawkowa, lejek Büchnera

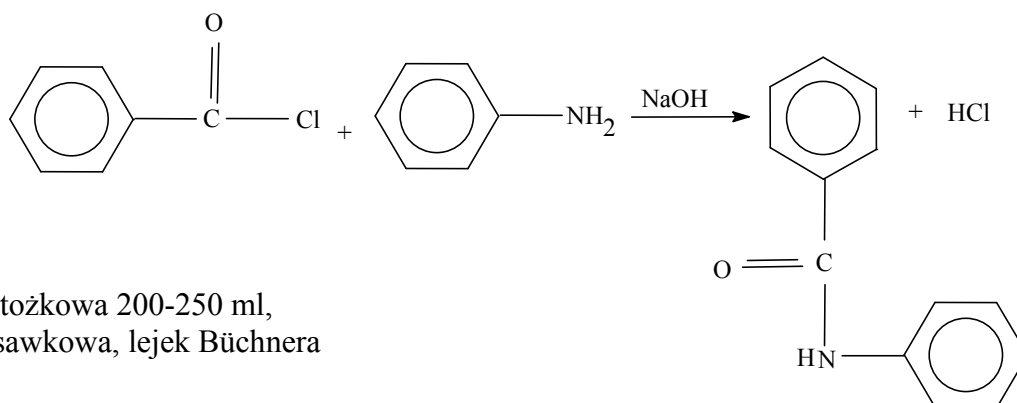
Odczynniki

Glicyna (kwas aminooctowy), bezwodnik octowy

Wykonanie

1. W kolbie stożkowej o poj. 100cm³ umieścić: 3,75g glicyny i 20 ml wody i mieszać przy pomocy mieszadła magnetycznego aż do rozpuszczenia osadu.
2. Następnie dodać 9,5 ml bezwodnika octowego i mieszać przez 20 min.
3. Kolbę wstawić do krystalizatora z lodem i ochładzać przez ok. pół godziny
4. Do lodówki włożyć zlewkę z wodą.
5. Wydzielone kryształy odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Büchnera i przemyć kilkakrotnie zimną wodą.
6. Wydajność uzyskanego preparatu wynosi ok 70%, t.t. 207-208.
7. Obliczyć wydajność reakcji.

BENZANILID



Sprzęt

Kolba stożkowa 200-250 ml,
kolba ssawkowa, lejek Büchnera

Odczynniki

Anilina, chlorek benzoilu, etanol

Uwaga!

Chlorek benzoilu pobiera się do szczelnie zamkniętego naczynia i do kolby reakcyjnej dodaje się go pod wyciągiem.

Wykonanie

1. W kolbie stożkowej umieścić 2,6cm³ aniliny, 22cm³ 10% roztworu wodorotlenku sodu i 3,5cm³ (4,3g) chlorku benzoilu
2. Kolbę zamknąć korkiem owiniętym folią aluminiową i wstrząsać.
3. Wydzielające się duże kryształy rozbić bagietką
4. Surowy preparat wypada jako biały osad.
5. Po zakończeniu reakcji, tj. po zaniknięciu zapachu chlorku benzoilu, sprawdzić się, czy mieszanina reakcyjna ma odczyn alkaliczny i dodać ok. 10 cm³ wody
6. Osad odsącza się pod zmniejszonym ciśnieniem na lejku Büchnera i przemyć kilkakrotnie wodą.
7. Surowy produkt przekrystalizować z etanolu (ok. 30 ml)(na łaźni wodnej).
8. Otrzymuje się ok 3,5g produktu o t.t. 162°C.
9. Obliczyć wydajność reakcji.