

## T-1

## OZNACZANIE TEMPERATURY TOPNIENIA

(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

Temperatura topnienia jest to temperatura w której substancja przechodzi ze stanu stałego do ciekłego. Termodynamicznie jest to temperatura, w której następuje ustalenie równowagi między stanem stałym i ciekłym substancji. Większość związków organicznych topi się w zakresie temperatur 50-300°C (patrz tabela 1).

Czyste związki organiczne charakteryzują się ostrą temperaturą topnienia, to znaczy że różnica pomiędzy temperaturą, w której zaczyna się kurczenie kryształów, a temperaturą, w której próbka przechodzi całkowicie w stan ciekły na ogół nie przekracza 0.5°C.

Dwie próbki tego samego związku powinny mieć taką samą temperaturę topnienia, jednak jeśli dwie nieznane próbki mają taką samą temperaturę topnienia, to niekoniecznie zawierają ten sam związek. Na przykład mocznik i kwas cynamonowy topią się w temperaturze 133°C, kwas maleinowy i kwas o-metoksybenzoesowy w 100°C, a kwas p-cyjanobenzoesowy i dinitronaftalen w temperaturze 214°C.

Substancja zawierająca niewielką ilość zanieczyszczeń topi się na ogół w szerszym zakresie temperatur, przy czym początek przemiany następuje poniżej temperatury topnienia czystej substancji. Ta ostatnia prawidłowość obserwowana jest również w przypadku mieszanin związków. Temperatura topnienia mieszaniny związków może być niższa nawet o kilkadziesiąt °C w porównaniu do czystych substancji ale najczęściej jest to ok. 20°C. Wyraźne obniżenie temperatury topnienia mieszaniny związków ma niebagatelne znaczenie przy identyfikacji nieznanymi próbek. Jeśli dwie próbki mają identyczną temperaturę topnienia a ich zmieszanie nie powoduje jej obniżenia to niewątpliwie zawierają tę samą substancję chemiczną.

Temperatura topnienia jest cennym parametrem nie tylko do identyfikacji związków organicznych, ale także do określenia ich czystości. Warto jednak mieć na uwadze, że niektóre związki mogą przyjmować różne konformacje i krystalizować w kilku formach, różniących się temperaturą topnienia. Należy wówczas znać temperatury topnienia wszystkich form krystalicznych.

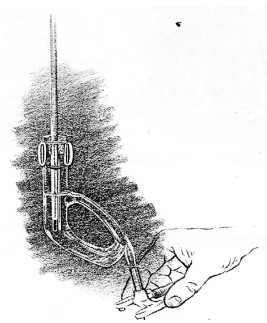
l.p.	nazwa związku	tt.[°C]
1	Benzofenon	48
2	Bifenyl	70
3	octan 2-naftyłu	71
4	<i>o</i> -nitroanilina	71
5	<i>m</i> -dinitrobenzen	90
6	<i>p</i> -aminobenzoesan etylu	92
7	kwas <i>m</i> -toluילowy	112
8	Acetanilid	114
9	<i>m</i> -nitroanilina	114
10	<i>p</i> -nitrofenol	114
11	kwas benzoesowy	122
12	2-naftol	123
13	kwas cynamonowy	133
14	Mocznik	133
15	Benzoina	137
16	kwas <i>m</i> -nitrobenzoesowy	141
17	<i>p</i> -nitroanilina	147
18	kwas salicyłowy	159
19	<i>p</i> -hydroksyacetanilid	160
20	kwas <i>p</i> -aminobenzoesowy	186
21	Benzoglicyna	187

Tabela T-1\_1. Temperatury topnienia niektórych związków organicznych.

**Wykonanie ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest:

1. Oznaczenie temperatury topnienia czystych związków.
2. Oznaczenie temperatury topnienia mieszaniny związków.
3. Identyfikacja nieznanymi związków.



Rys.T-1\_1. Aparat Thielego do oznaczania temperatury topnienia.

Szkło i sprzęt laboratoryjny

rurki kapilarne (12 szt)  
 szpatułka (2 szt)  
 bagietka (2 szt)  
 probówki  $\Phi 10$  (5 szt)  
 aparat Thielego (1 szt)  
 łaźnia olejowa z grzałką (1 szt)  
 płaszcz grzejny z regulatorem mocy  
 waga

Odczynniki

kwas cynamonowy  
 mocznik  
 2 związki do identyfikacji  
 związki z tabeli 1

*Oznaczenie temperatury topnienia czystych związków*

- Niewielką ilość kwasu cynamonowego umieścić w kapilarze i oznaczyć jego temperaturę topnienia. Wynik zanotować.
- Niewielką ilość kwasu cynamonowego umieścić w kapilarze i oznaczyć jego temperaturę topnienia. Wynik zanotować.

*Oznaczenie temperatury topnienia mieszanin związków*

- Przygotować mieszaniny kwasu cynamonowego i mocznika w następujących proporcjach wagowych: 10:90, 25:75, 50:50, 75:25, 90:10
- Składniki mieszanin należy dobrze wymieszać i rozetrzeć (wystarczy bagietką w probówce, należy jednak uważać, by nie rozbić dna probówki).
- Wyznaczyć temperatury topnienia wszystkich mieszanin.
- Sporządzić wykres temperatury topnienia w zależności od składu mieszaniny. Na wykresie uwzględnić również czyste substancje.

*Identyfikacja nieznanymi związków*

- Wyznaczyć temperatury topnienia otrzymanych związków.
- Z tabeli 1 wybrać związki o  $t_f$  podobnej do  $t_f$  badanej próbki.
- Przygotować mieszaninę 50:50 identyfikowanej próbki i znanego związku wykazującego podobną  $t_f$ . Zmierzyć temperaturę topnienia mieszaniny.
- Na podstawie uzyskanych wyników zidentyfikować próbki.

*Uwaga:*

*Ćwiczenie powinno być zakończone sprawozdaniem zawierającym opis czynności i wyniki badań.*

## T-2

## KRYSTALIZACJA

(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

Związki organiczne wydzielone bezpośrednio ze środowiska reakcji na ogół zawierają mniejsze lub większe ilości zanieczyszczeń. Mogą to być zarówno resztki nieprzereagowanych substratów, jak i produkty uboczne reakcji. Jeśli produkt główny jest ciałem stałym, to najczęściej oczyszcza się go przez krystalizację. Metoda ta wykorzystuje różnicę w rozpuszczalności różnych związków w danym rozpuszczalniku wynikającą z różnic w ich budowie chemicznej. Jednocześnie wykorzystywana jest także zależność rozpuszczalności od temperatury (patrz tabela T-2\_1). Na przykład w temperaturze 17°C cholesterol rozpuszcza się w etanolu w ilości 1g/ 100 ml, a w temperaturze 80°C – 11g/100 ml.

Substancja rozpuszczona	Rozpuszczalnik	Temperatura	Rozpuszczalność [g/100 cm <sup>3</sup> ]
kwas bursztynowy	Woda	20	7
		100	121
cholesterol	Etanol	17	1
		78	11

Tabela T-2\_1. Rozpuszczalność wybranych związków organicznych w zależności od temperatury.

Zanieczyszczony produkt rozpuszcza się na gorąco w takiej ilości odpowiednio dobranego rozpuszczalnika, by otrzymać roztwór nasycony, następnie odsącza nierozpuszczalne zanieczyszczenia, a pozostały roztwór oziębia się. Najistotniejszym problemem jest tu więc dobór odpowiedniego rozpuszczalnika.

Wybór odpowiedniego rozpuszczalnika powinien opierać się na następujących przesłankach:

1. Substancja oczyszczana powinna dobrze rozpuszczać się w danym rozpuszczalniku na gorąco i źle w temperaturze pokojowej.
2. Zanieczyszczenia powinny albo całkowicie rozpuszczać się w rozpuszczalniku lub być w nim całkowicie nierozpuszczalne lub powinny dać się łatwo usunąć węglem aktywnym.
3. Rozpuszczalnik powinien charakteryzować się jak najniższą temperaturą wrzenia i dużą lotnością. Ułatwia to suszenie otrzymanych kryształów.
4. Rozpuszczalnik nie powinien reagować z substancją rozpuszczaną.

Dodatkowo przy wyborze rozpuszczalnika warto również wziąć pod uwagę jego toksyczność, palność i cenę.

Niekiedy do krystalizacji stosuje się nie jeden rozpuszczalnik lecz mieszaninę dwóch. Jeden z rozpuszczalników powinien bardzo dobrze rozpuszczać krystalizowaną substancję, a drugi praktycznie jej nie rozpuszczać. Do gorącego roztworu substancji w pierwszym rozpuszczalniku dodaje się powoli drugiego rozpuszczalnika aż do momenty gdy substancja rozpuszczona zaczyna się wytrącać. Wówczas mieszaninę ogrzewa się ponownie w celu rozpuszczenia wytrąconych kryształów. Powolne chłodzenie tak przygotowanego roztworu prowadzi do wydzielenia kryształów czystego produktu. Najczęściej stosowane pary rozpuszczalników to woda-metanol, woda-etanol, benzen-eter naftowy, octan etylu-etanol i woda-aceton.

Opisany sposób krystalizacji odnosi się do sytuacji, gdy rozpuszczalność zanieczyszczeń znacząco różni się od rozpuszczalności oczyszczanej substancji. W takim przypadku pojedyncza krystalizacja wystarcza do uzyskania produktu o wystarczającym stopniu czystości. Niestety nierzadko zanieczyszczenia mają podobną rozpuszczalność jak substancja główna. W takim przypadku konieczna jest wielokrotna krystalizacja.

**Wykonanie ćwiczenia**

Celem tego ćwiczenia jest zdobycie doświadczenia w technice krystalizacji na przykładzie oczyszczania bifenyłu.

Ćwiczenia składa się z następujących etapów:

1. Dobór odpowiedniego rozpuszczalnika
2. Krystalizacja
3. Określenie czystości produktu na podstawie pomiaru temperatury topnienia.

Szkło i sprzęt laboratoryjny

rurki kapilarne (5szt)  
 szpatułki (2 szt)  
 bagietka (2 szt)  
 probówki (5szt) + statyw  
 uchwyty do probówek (2 szt)  
 kolba stożkowa 250-ml (1 szt. b/sz)  
 zlewka 250-ml (1 szt)  
 szkiełko zegarkowe (1 szt. średnica zlewki)  
 lejek z krótką nóżką (1 szt. średnica zlewki)  
 lejek Büchnera + kolba ssawkowa  
 pompka wodna  
 aparat Thielego  
 płaszcz grzejny lub płytkę z regulatorem mocy

waga

Odczynniki

bifenył 5 g	} po 6 cm <sup>3</sup>
metanol	
aceton	
2-propanol	
chloroform	
toluen	
rozpuszczalniki wybrane do	
krystalizacji 20 ml	
węgiel aktywny	

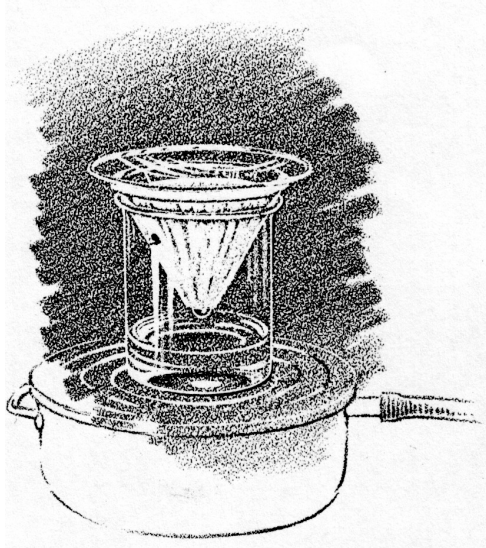
*Dobór rozpuszczalnika do krystalizacji*

- ❑ W pięciu oznakowanych probówkach umieścić po ok. 50 mg czystego bifenyłu. Do pierwszej probówki dodać ok. 2 cm<sup>3</sup> metanolu, do drugiej acetonu, i do kolejnych 2-propanolu, chloroformu i toluenu.
- ❑ Wszystkie probówki wytrząsać lub zawiesziny mieszać bagietką. **Rozpuszczalniki w których nastąpiło całkowite rozpuszczenie bifenyłu nie nadają się do krystalizacji.**
- ❑ Zawartość probówek, w których osad bifenyłu pozostał nierozpuszczony, ogrzewa się do wrzenia w płaszczu grzejnym.
- ❑ Jeżeli osad nie rozpuścił się, należy dodać jeszcze 1 cm<sup>3</sup> rozpuszczalnika i znowu ogrzać do wrzenia. Jeżeli nadal osad się nie rozpuszcza czynność powtórzyć. **Rozpuszczalnik nie nadaje się do krystalizacji jeśli nie nastąpiło rozpuszczenie bifenyłu w 5 cm<sup>3</sup> rozpuszczalnika w temp. wrzenia.**
- ❑ Pozostałe probówki chłodzi się i obserwuje krystalizację.
- ❑ Wybrać rozpuszczalnik najlepszy do krystalizacji bifenyłu.

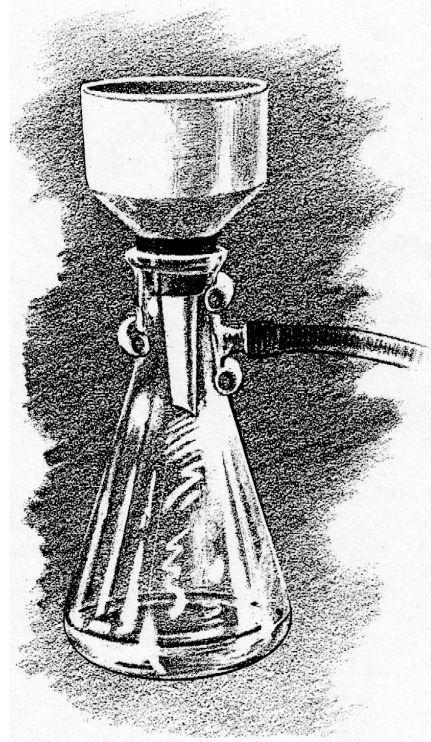
*Krystalizacja i oznaczenie temperatury topnienia.*

- ❑ Oznaczyć temperaturę topnienia zanieczyszczonego bifenyłu.
- ❑ W 250-ml kolbie stożkowej umieścić 20 cm<sup>3</sup> wybranego rozpuszczalnika, 5 g bifenyłu zawierającego ok. 10% zanieczyszczeń umieścić i dodać ok. 100 mg węgla aktywnego.
- ❑ Kolbę umieścić na płytce grzejnej i ogrzewać w temp. wrzenia ok. 1 min.
- ❑ Gorący roztwór przesączyć na sączku karbowanym. Filtrat zbierać w zlewce na 250 ml. Sączenie musi być przeprowadzone w taki sposób, by nie następowała krystalizacja bifenyłu na sączku. Najlepiej jest umieścić zlewkę na ciepłej płytce grzejnej (patrz rys. T-2\_1).
- ❑ Przykrytą szkiełkiem zegarkowym zlewkę z przesączem odstawić do powolnego ochłodzenia (ok.1/2 godz.). **Powolne chłodzenie pozwala na uzyskanie większych, lepiej wykształconych kryształów. Zbyt szybkie schłodzenie powoduje gwałtowne wypadanie kryształów, co znacznie zwiększa prawdopodobieństwo zaokludowania rozpuszczalnika i ewentualnych zanieczyszczeń.**

- ❑ Odsączyć kryształy na lejku Büchnera (rys. T-2\_2), przemyć dwukrotnie czystym rozpuszczalnikiem schłodzonym poniżej temperatury otoczenia i pozostawić na lejku do wysuszenia.
- ❑ Zważyć otrzymany produkt i wyznaczyć jego temperaturę topnienia. Czysty bifenył przełożyć do buteleczki i opisać: imię i nazwisko studenta, data, nazwa związku, masa, temperatura topnienia).



Rys. T-2.1. Grawitacyjne sączenie gorącego roztworu.



Rys. T-2.2. Sączenie pod próżnią na lejku Büchnera.

*Uwaga:*

*Ćwiczenie powinno być zakończone sprawozdaniem zawierającym opis czynności i wyniki.*

## T-3

## WYZNACZANIE TEMPERATURY WRZENIA

(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

Ciecze różnią się od ciał stałych tym, że nie zachowują kształtu lecz zawsze przyjmują kształt naczynia. Jednak w odróżnieniu od gazów nie wypełniają całego naczynia, ale zawsze zajmują określoną objętość. Dzieje się tak dlatego, że oddziaływania między cząsteczkami cieczy nie są dość duże by utworzyła się uporządkowana struktura krystaliczna, ale są wystarczająco duże by, w odróżnieniu od gazów, wpływ zmian ciśnienia i temperatury na objętość cieczy był niewielki, a nawet zaniedbywalny (patrz tabela T-3\_1).

Nazwa związku	Temperatura	Gęstość (g/cm <sup>3</sup> )
n-oktan (ciecz)	25	0,70
	110	0,63 (różnica 10%)
n-butan (gaz)	25	0,0024
	110	0,0018 (różnica 25%)
woda	4	1.00
	80	0,97 (różnica 3%)

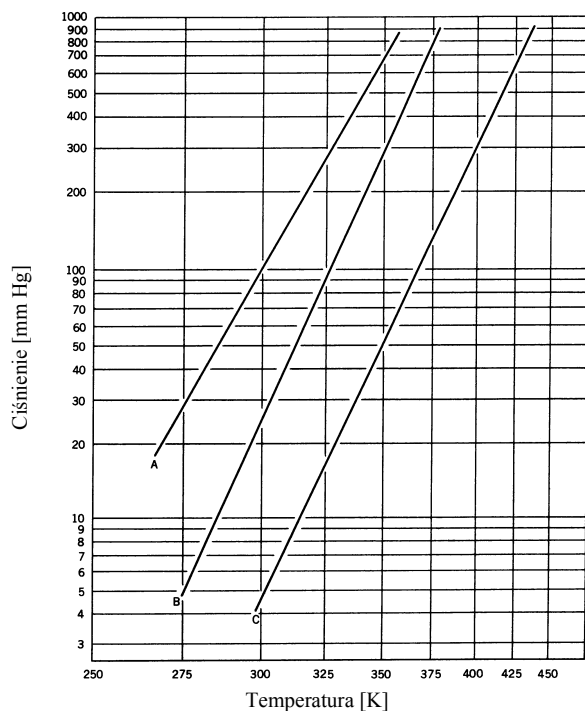
Tabela T-3\_1. Zależność gęstości wybranych cieczy od temperatury.

Jeśli ciecz zamkniemy w szczelnym naczyniu, cząsteczki z powierzchni cieczy przechodzą do fazy gazowej i odwrotnie, obecne już w fazie gazowej włączają się do cieczy. Jeśli tyle samo cząsteczek przychodzi z fazy ciekłej do gazowej co z gazowej do ciekłej, to taki stan nazywamy stanem równowagi termodynamicznej pomiędzy obiema fazami. Cząsteczki obecne w fazie gazowej wywierają ciśnienie nazywane (w stanie równowagi) ciśnieniem pary nasyconej. Ciśnienie pary nasyconej danej cieczy zależy od temperatury cieczy, natomiast w danej temperaturze ma zawsze wartość stałą.

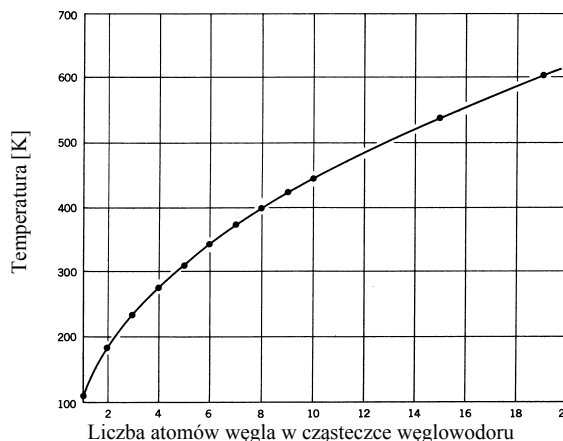
Gdy ciecz zostanie podgrzana do temperatury w której ciśnienie pary przewyższa ciśnienie atmosferyczne, ciecz zaczyna wrzeć. A więc temperatura wrzenia cieczy może być zdefiniowana jako temperatura, w której ciśnienie pary nasyconej jest równe ciśnieniu atmosferycznemu. Jeśli obniżymy ciśnienie atmosferyczne, temperatura cieczy w której ciśnienie pary nasyconej zrówna się z atmosferycznym będzie także niższa. Temperatura wrzenia jest więc znacznie bardziej wrażliwa na zmiany ciśnienia atmosferycznego niż temperatura topnienia i np. zmiana ciśnienia atmosferycznego z 760 mm Hg na 750 mm Hg spowoduje obniżenie temperatury wrzenia większości powszechnie znanych cieczy o ok. 0,5°C. Temperatura wrzenia może więc być stosowana jako stała charakteryzująca substancję chemiczną ale tylko wtedy, gdy równocześnie podana jest wartość ciśnienia przy jakim dokonywany był pomiar.

Zależność ciśnienia pary nasyconej danej cieczy od temperatury  $\log p = f(T)$  jest linią prostą (patrz rys. T-3\_1) i jest bardzo użyteczna do teoretycznego przewidywania temperatury wrzenia w zależności od wartości ciśnienia. Z wykresu możemy odczytać, że na przykład przy ciśnieniu 40 mm Hg temperatura wrzenia bromobenzenu wynosi 70°C.

Związki tworzące szereg homologiczny, np. węglowodory, wykazują pewną prawidłowość zmian temperatury wrzenia w zależności od masy cząsteczkowej (rys. T-3\_2). Im większa cząsteczka tym większą energią kinetyczną jest potrzebna do uwolnienia jej z cieczy do fazy gazowej, a więc tym wyższa temperatura wrzenia.



Rys. T-3\_1. Zależność ciśnienia pary nasyconej od temperatury A) benzenu, B) wody i C) bromobenzenu.



Rys. T-3\_2. Zależność temperatury wrzenia od liczby atomów węgla w cząsteczce węglowodorów nasyconych.

### Wykonanie ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest:

1. Oznaczenie temperatury wrzenia czystych związków.
2. Identyfikacja nieznanymi związków.

#### Szkło i sprzęt laboratoryjny

probówki  $\Phi 5$  (5 szt)  
 rurki kapilarne (5 szt)  
 pipetki jednorazowe (5 szt)  
 pinceta metalowa  
 łaźnia olejowa z grzałką (1 szt)

plaszcz grzejny z regulatorem mocy  
Odczytniki

Związki z tabeli T-3\_1 (5)  
 Związki do identyfikacji (3)

Temperaturę wrzenia najprościej jest wyznaczyć podczas destylacji związku, jeśli jednak nie dysponujemy jego wystarczającą ilością, wówczas możliwe jest oszacowanie temperatury wrzenia metodą Siwołbowa.

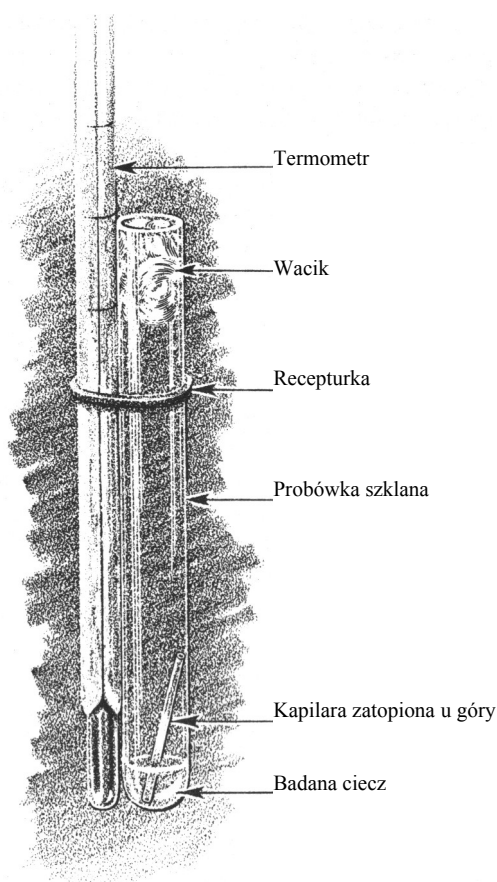
- ❑ W niewielkiej probówce o średnicy 5 mm umieścić 2-5 kropli badanej cieczy oraz zatopioną u góry kapilarę.
- ❑ Probówkę przymocować do termometru recepturką (patrz rys. T-3\_3), umieścić w łaźni olejowej.
- ❑ Łaźnię powoli ogrzewać do momentu, aż z zanurzonego w cieczy końca kapilary zaczną wypływać pęcherzyki powietrza. Strumień pęcherzyków powinien być ciągły i szybki.
- ❑ Przerwać ogrzewanie i zanotować temperaturę w której pęcherzyki powietrza przestają się wydzielać, a ciecz zaczyna wypełniać kapilarę. Temperatura ta jest przybliżeniem temperatury wrzenia badanej cieczy. Najdokładniejszy wynik otrzymuje się gdy temperatura zostanie odczytana w momencie gdy po zaprzestaniu ogrzewania pojawi się ostatni pęcherzyk, który ma

tendencje do cofania się. W tym momencie ciśnienie par Cieczy równe jest ciśnieniu atmosferycznemu, a więc odczytana temperatura jest temperatura wrzenia badanej cieczy.

Ćwiczenie wykonać dla pięciu cieczy o znanych temperaturach wrzenia oraz trzech nieznanymi.

l.p.	Nazwa związku	tw. [°C]
1	Aceton	56
2	Bromobenzen	156
3	Chlorek metylenu	42
4	Chlorobenzen	132
5	Chloroform	61
6	Cykloheksan	81
7	Cykloheksanon	156
8	Czterochlorek węgla	77
9	Dioksan	101
10	Etanol	78
11	Eter dietylowy	34
12	Heksan	68
13	Heptan	98
14	Keton etylowo-metylowy	80
15	<i>m</i> -Ksylen	138
16	Kwas octowy	118
17	Metanol	65
18	Octan etylu	77
19	2-Propanol	82
20	Toluen	111

Tab. T-3\_1. Temperatury wrzenia wybranych związków organicznych.



Rys. T-3\_3. Najprostszy układ do oznaczania temperatury wrzenia.



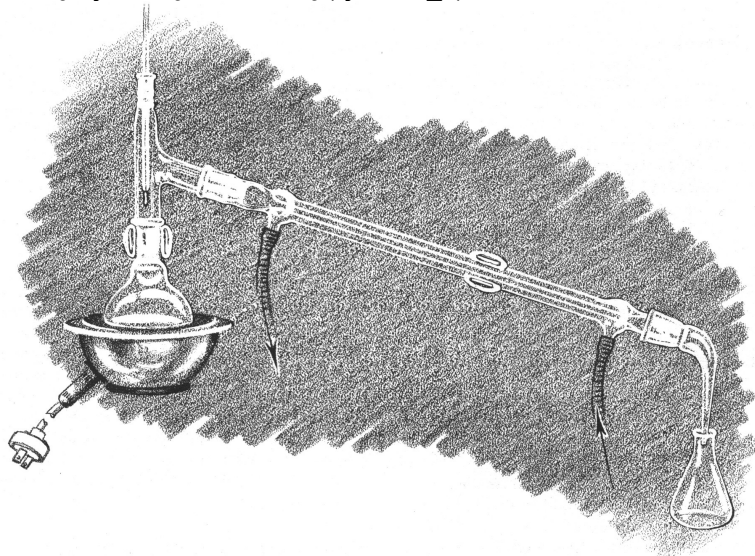
## T-4

## DESTYLACJA

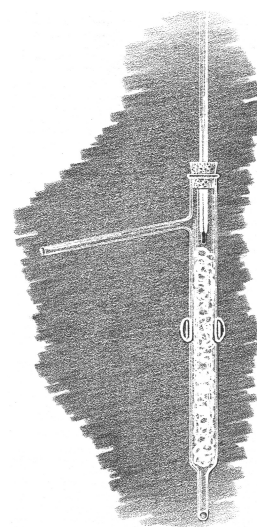
(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

Destylacja jest jedną z najważniejszych metod rozdzielania i oczyszczania substancji ciekłych. Jest to proces polegający na ogrzewaniu cieczy do temperatury wrzenia i skraplaniu powstających oparów w chłodnicy. Skropliny jako destylat zbiera się w odbieralniku. Jeśli podczas destylacji cała ilość powstających oparów wykraplana jest i zbierana jako destylat to taką destylację nazywamy *destylacją prostą*. Zestaw do destylacji prostej przedstawia rys. T-4\_1). Jeśli natomiast część skondensowanych oparów stale spływa do kolby destylacyjnej, destylację nazywamy rektyfikacją. Zestaw do rektyfikacji składa się, oprócz kolby, chłodnicy i odbieralnika, z kolumny włączonej pomiędzy kolbę i chłodnicę (rys. T-4\_2).



Rys. T-4\_1. Zestaw do destylacji prostej.



Rys. T-4\_2. Kolumna do rektyfikacji.

Jeśli destylacji poddamy mieszaninę dwóch lub więcej substancji, całkowite ciśnienie par nad cieczą jest równe sumie ciśnień cząstkowych par wszystkich składników, które z kolei są funkcją ich ułamków molowych w roztworze (wyjątek stanowią jedynie mieszaniny azeotropowe).

Zgodnie z prawem Rauolta, ciśnienie cząstkowe składnika lotnego w roztworze doskonałym jest równe iloczynowi ciśnienia par czystego składnika i jego ułamka molowego w roztworze. Analogicznie, jeśli mieszanina składa się z dwóch lotnych składników, ich ciśnienia cząstkowe można wyrazić wzorami:

$$p_A = P_A \cdot x_A$$

$$p_B = P_B \cdot x_B$$

gdzie:  $p_A, p_B$  – ciśnienia cząstkowe składników  $A$  i  $B$   
 $P_A, P_B$  – ciśnienia par czystych składników  
 $x_A, x_B$  – ułamki molowe składników  $A$  i  $B$  w roztworze.

Ciśnienie całkowite nad roztworem jest sumą ciśnień cząstkowych:

$$P = p_A + p_B = P_A \cdot x_A + P_B \cdot x_B$$

W przypadku wrzenia cieczy  $P = P_{atm}$ .

Jak wynika z powyższych wzorów, jeśli oba składniki zawarte w roztworze mają podobną lotność, wówczas oba zawsze są obecne również w fazie gazowej i niemożliwe jest rozdzielanie ich w destylacji prostej. Destylacja prosta może być więc z powodzeniem wykorzystywana do oczyszczania

pojedynczych substancji ciekłych, lub rozdziału roztworów, w których jeden ze składników jest nielotny (np.  $p_B = 0$ ).

### **Wykonanie ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest opanowanie techniki destylacji prostej, wykorzystywanej najczęściej do oczyszczania ciekłych związków organicznych.

Szkło i sprzęt laboratoryjny

Kolba do destylacji (2-szyjna) + korki  
Kolba na przedgon 200-ml (1 szt)  
Kolba stożkowa na destylat 200-ml (1 szt)  
Chłodnica Liebiega) (1 szt)  
Termometr (1 szt)  
Nasadka destylacyjna (1 szt)  
Lejek szklany (1 szt)  
Podnośnik (2 szt)

Metanol zanieczyszczony  
Kamyczki wrzenne

- ❑ Przygotować zestaw do destylacji prostej (rys. T-4\_1). Do destylacji stosuje się zazwyczaj kolby kuliste. Wielkość kolby powinna być dobrana tak, by destylowana ciecz nie zajmowała więcej niż 2/3 objętości kolby. Do ogrzewania kolby używa się płaszcza grzejnego. Kolba destylacyjna połączona jest z chłodnicą za pomocą nasadki destylacyjnej. Termometr umieszcza się na szczycie nasadki tak, by zbiorniczek z rtęcią znajdował się nieco poniżej bocznej rurki. Długość chłodnicy powinna być dobrana do rodzaju destylowanej cieczy, dla cieczy wysokowrzących - chłodnica krótka, dla niskowrzących – długa.
- ❑ Do kolby okrągłodennej o pojemności 250 ml wlać 150 ml metanolu.
- ❑ W zimnej cieczy umieścić 2-3 kamyczki wrzenne, zapobiegające przegrzewaniu cieczy.
- ❑ Kolbę połączyć z nasadką, chłodnicą i odbieralnikiem i termometrem. Kolbę ogrzewać powoli do wrzenia metanolu. Kiedy metanol zaczyna skraplać się w chłodnicy, ogrzewanie należy uregulować tak, by destylat spływał z chłodnicy z szybkością 1-2 krople na sekundę.
- ❑ Po dojściu cieczy do stanu wrzenia obserwuje się na termometrze najpierw szybki wzrost temperatury, a następnie jej ustabilizowanie. W tym momencie odbieralnik należy wymienić na nowy (zważony), gdyż dopiero od tego momentu zbiera się czystą frakcję metanolu. Destylat zbiera się tak długo, aż w kolbie zostanie tylko niewielka ilość cieczy destylowanej.

Regularnie sprawdzać temperaturę w trakcie destylacji. Główna frakcja powinna destylować w wąskim zakresie temperatur (2-3°C).

## R-1

## WSPÓŁCZYNNIK PODZIAŁU

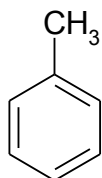
(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

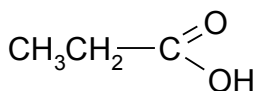
Studenci chemii wielokrotnie podczas zajęć laboratoryjnych spotykają się ze stanami równowagi. Na przykład temperaturę topnienia oznacza się gdy fazy stała i ciekła są w równowadze termodynamicznej. Stan równowagi osiągany jest również gdy jakąś substancję wprowadzimy do układu dwóch niemieszających się cieczy. Substancja ta częściowo rozpuści się w jednym rozpuszczalniku a częściowo w drugim.

*Współczynnik podziału*

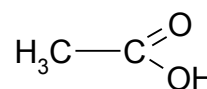
Toluen i woda są rozpuszczalnikami łatwo dostępnymi i często stosowanymi w laboratorium chemii organicznej. Można przyjąć, że praktycznie są w sobie nierozpuszczalne. Jeśli do tego układu dodamy trzeci składnik, który nie rozpuszcza się w żadnym rozpuszczalniku (może to być np. piasek) to utworzy się trzecia faza, natomiast jeśli trzecim składnikiem będzie np. kwas propionowy, rozpuści się on w obu rozpuszczalnikach w określonych proporcjach.



toluen



kwas propionowy



kwas octowy

Kwas propionowy miesza się zarówno z toluenem jak i wodą we wszystkich proporcjach, a w przypadku obecności obu podzieli się pomiędzy oba rozpuszczalniki. W stanie równowagi podział ow można opisać prostym wyrażeniem matematycznym:

$$\frac{[kwas]_{toluen}}{[kwas]_{woda}} = K$$

gdzie:  $K$  – stała nazywana współczynnikiem podziału,  
 $[kwas]_{toluen}$  – stężenie kwasu propionowego w toluenie  
 $[kwas]_{woda}$  – stężenie kwasu propionowego w wodzie

W przypadku związków należących do tego samego szeregu homologicznego, jak np. kwasy karboksylowe, współczynnik podziału jest różny dla związków o różnych masach cząsteczkowych. Im mniejsza masa cząsteczkowa, tym polarność kwasu większa i mniejsza wartość współczynnika podziału. Oznacza to, że w stanie równowagi większość kwasu o małej masie cząsteczkowej będzie rozpuszczona w wodzie. A więc kwas octowy znajdzie się prawie wyłącznie w fazie wodnej, podczas gdy kwas laurynowy  $C_{11}H_{23}COOH$  rozpuści się praktycznie wyłącznie w fazie organicznej.

W bardzo wielu syntezach otrzymany produkt wyodrębnia się ze środowiska reakcji poprzez ekstrakcję w odpowiednio dobranym rozpuszczalniku. Możliwe jest także oczyszczenie produktu reakcji poprzez ekstrakcję zanieczyszczeń odpowiednim rozpuszczalnikiem. Pytania na jakie trzeba odpowiedzieć sobie zanim rozpoczniemy ekstrakcję to: jaki rozpuszczalnik użyć? jaką objętość rozpuszczalnika zastosować do pojedynczej ekstrakcji? oraz ile razy proces ekstrakcji powtórzyć?

Kryteria, którymi należy kierować się przy doborze rozpuszczalnika to:

1. Substancja ekstrahowana musi doskonale rozpuszczać się w rozpuszczalniku,
2. Wartość współczynnika podziału pomiędzy fazy reakcyjną i rozpuszczalnik powinna być odpowiednia.
3. Ekstrahowana substancja powinna możliwie łatwo dać się wyodrębnić z ekstraktu.

Ilość rozpuszczalnika i liczba ekstrakcji potrzebnych do wyodrębnienia interesującej nas substancji są ze sobą ściśle związane. Bardziej efektywne jest użycie większej ilości małych porcji rozpuszczalnika niż odwrotnie. Na przykład jeśli współczynnik podziału substancji X pomiędzy rozpuszczaliki M i N wynosi 1.0, to łatwo możemy wyliczyć stężenie X w obu fazach:

$$\frac{[X]_M}{[X]_N} = 1.0$$

Jeżeli do ekstrakcji użyjemy takich samych ilości M i N, to stężenia X w obu fazach będą identyczne ( $X=0.5$ ).

Jeżeli rozpuszczalnik N podzielimy na dwie równe porcje i wykonamy kolejno dwie ekstrakcje X z roztworu M, ilość wyekstrahowanego X można obliczyć następująco:

Po pierwszej ekstrakcji całkowita ilość X w obu rozpuszczalnikach będzie równa początkowej. Ponieważ użyliśmy dwukrotnie więcej rozpuszczalnika M niż N, a więc podział X pomiędzy oba rozpuszczalniki jest następujący: 2/3 całkowitej ilości X znajdzie się w fazie M, a 1/3 w fazie N. Po drugiej ekstrakcji całkowita ilość X w obu fazach wynosi 2/3 ilości początkowej i podział pomiędzy fazy jest analogiczny jak po pierwszej ekstrakcji: 2/3 w M i 1/3 w N, czyli odpowiednio 4/9 i 2/9 ilości początkowej. Ostatecznie więc, po dwóch ekstrakcjach w rozpuszczalniku N znajduje się 1/3 + 2/9, czyli 5/9 początkowej ilości X. Jasno widać, że wielokrotna ekstrakcja mniejszymi porcjami rozpuszczalnika jest bardziej wydajna.

W większości przypadków, chemik organik nie ma dokładnej informacji o współczynnikach podziału produktów syntezy. Mimo to na podstawie przedstawionych rozważań może wyciągnąć generalne wnioski co do wyboru rozpuszczalnika i przebiegu ekstrakcji na podstawie rozpuszczalności związków w różnych rozpuszczalnikach. Najdogodniejsza jest sytuacja, gdy substancja ekstrahowana jest świetnie rozpuszczalna w jednej fazie i nierozpuszczalna w drugiej. Wówczas wystarczy praktycznie jedna ekstrakcja do jej wyodrębnienia.

### ***Wykonanie ćwiczenia***

Celem ćwiczenia jest:

1. Wstępne zapoznanie się z techniką ekstrakcji
2. wyznaczenie współczynnika podziału kwasu octowego w układzie woda-toluen.

#### Szkło i sprzęt laboratoryjny

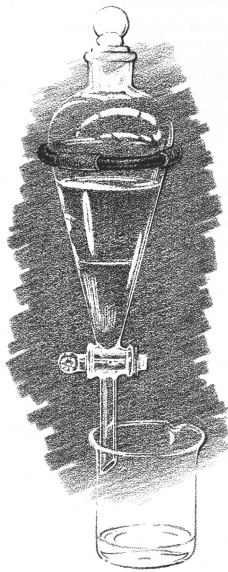
Rozdzielacz 250-ml (1 szt)  
 Kolba stożkowa 125-ml (4 szt)  
 Cylinder miarowy 10-ml (2 szt)  
 Cylinder miarowy 100-ml (1 szt)  
 biureta (1 szt)  
 Lejek szklany (1 szt)

#### Odczynniki

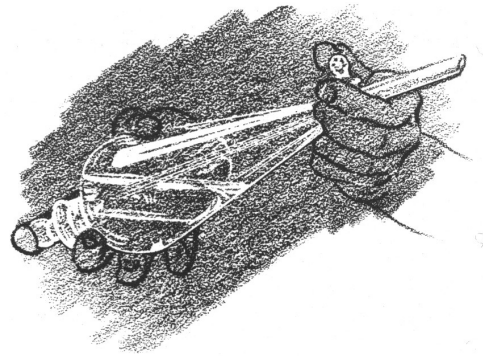
Toluen (50 cm<sup>3</sup>)  
 Woda destylowana (50 cm<sup>3</sup>)  
 Kwas propionowy (5 cm<sup>3</sup>)  
 0.5 M r-r NaOH  
 5% r-r NaOH (50 cm<sup>3</sup>)  
 Fenoloftale

- ❑ Do rozdzielacza o poj. 250 ml wlać po 50 cm<sup>3</sup> wody i toluenu (rys. T-5\_1).
- ❑ Dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu propionowego. *Uwaga: kwas propionowy działa korodująco i ma nieprzyjemny ostry zapach.*
- ❑ Mieszaninę wytrząsać przez ok. 30 s (patrz rys. T-5\_2). *Uwaga: mieszaniny nie należy wytrząsać bardzo intensywnie, gdyż może powstać trudna do rozdzielenia emulsja.*
- ❑ Poszczególne warstwy zebrać w oddzielnych kolbkach stożkowych o poj. 125 ml.

- Odmierzyć cylindrem miarowym  $10\text{ cm}^3$  każdego roztworu i wlać do czystych kolbek stożkowych o poj.  $125\text{ cm}^3$  zawierających po  $50\text{ cm}^3$  wody destylowanej i 2 krople fenoloftaleiny.
- Oba roztwory miareczkować  $0.5\text{M}$  roztworem NaOH do lekko różowego zabarwienia. *Roztwór w toluenie intensywnie mieszać podczas miareczkowania!*
- Obliczyć współczynnik podziału w badanym układzie.
- Pozostałe  $40\text{ cm}^3$  roztworu w toluenie wlać ponownie do rozdzielacza.
- Dodać  $50\text{ ml}$   $5\%$  r-ru NaOH i przez kilka minut wytrząsać.
- Rozdzielić warstwy. Warstwę wodną można wyrzucić.
- Odmierzyć  $10\text{ cm}^3$  roztworu toluenowego i miareczkować analogicznie jak poprzednio.
- Obliczyć jaką ilość roztworu NaOH należałoby zmiareczkować  $10\text{ cm}^3$  warstwy toluenowej, gdyby była powtórnie ekstrahowana wodą a nie roztworem NaOH.
- Zaobserwować różnicę pomiędzy wartością obliczoną i eksperymentalną.



Rys. T-5.1. Rozdzielacz gruszkowy



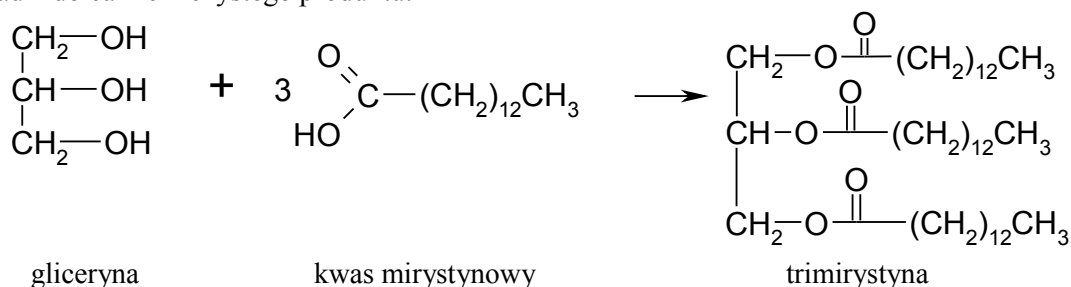
Rys. T-5.2. Sposób w jaki należy wytrząsać mieszaninę w rozdzielaczu.

## WYODRĘBNIANIE CZYSTEGO ZWIĄZKU ORGANICZNEGO Z PRODUKTÓW NATURALNYCH

(opracowała Jadwiga Laska)

### Wprowadzenie

Człowiek od początku swego istnienia interesował się możliwościami wykorzystania roślin jako surowców wielu niezwykle ciekawych i użytecznych związków organicznych. Wydzielenie konkretnej substancji z materiału roślinnego na ogół związane jest z wieloma procesami fizycznymi, szczególnie ekstrakcją, destylacją lub krystalizacją oraz prostymi zabiegami chemicznymi prowadzącymi np. do przekształcenia związku w sól bardzo dobrze rozpuszczalną w wodzie. itp. W tym ćwiczeniu studenci mają okazję zastosowania najprostszych technik laboratoryjnych do wyizolowania estru gliceryny i kwasu mirystynowego z gałki muszkatolowej. Stężenie trimirystyny w gałce muszkatolowej jest stosunkowo duże, jednocześnie inne podobne estry występują w bardzo niewielkie ilościach. Z tego względu prosta ekstrakcja i następnie krystalizacja prowadzi do całkiem czystego produktu.



### Wykonanie ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest:

1. Ekstrakcja naturalnego estru – trimirystyny- z gałki muszkatolowej.
2. Krystalizacja wyizolowanego estru.

### Szkło i sprzęt laboratoryjny

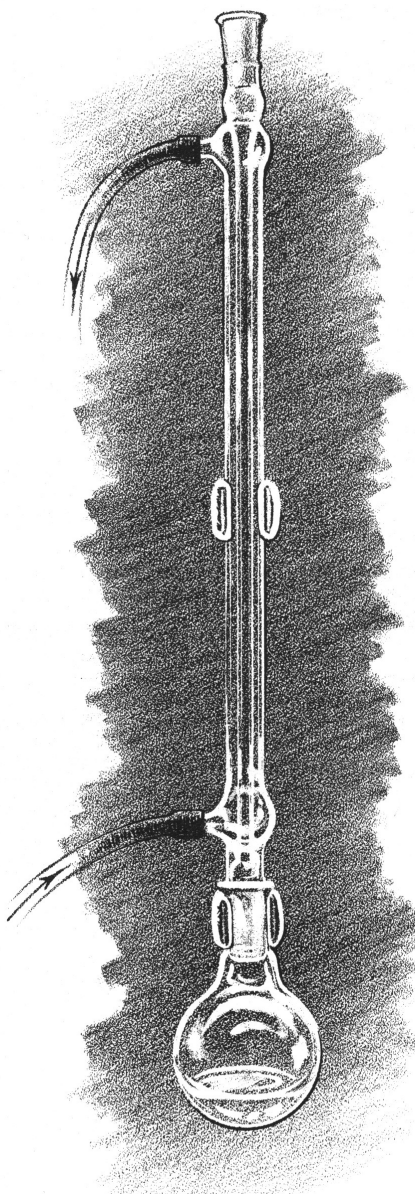
Kolba okrągłodenna 100-ml (1 szt)  
 Chłodnica zwrotna (1 szt)  
 Płaszcz grzejny z termoregulatorem (1 szt)  
 Kolba stożkowa 125-ml (1 szt)  
 Lejek szklany (1 szt)  
 Sączek karbowane  
 Podnośnik (1 szt)  
 Lejek Buchnera + kolba ssawkowa  
 Wyparka próżniowa  
 Aparat Thielego  
 Butelka na produkt

### Odczynniki

Gałka muszkatolowa mielona (5 g)  
 Dichlorometan (100 cm<sup>3</sup>)  
 Aceton (50 cm<sup>3</sup>)

## T-6

- 5 g zmielonej gałki muszkatolowej umieścić w kolbie okrągłodennej o poj. 100 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną (patrz rys.T-6\_1).
- Dodać 25 cm<sup>3</sup> chlorku metylenu i ostrożnie ogrzewać przez 35 min. *Temperatura wrzenia chlorku metylen wynosi 42°C. Zbyt mocne ogrzewanie może powodować intensywne odparowywanie rozpuszczalnika, tak, że nie zdąży się on wykroplić.*
- Po tym czasie zawiesinę schłodzić i odsączyć grawitacyjnie na sączku karbowanym.
- Z przesączu odparować dichlorometan (chlorek metylenu) na wyparce próżniowej.
- Otrzymaną stałą substancję rozpuścić na gorąco w 15 cm<sup>3</sup> acetonu.
- Wlać gorący roztwór do kolby stożkowej o poj. 125 ml i pozostawić do schłodzenia. *Krystalizacja w tym przypadku przebiega powoli (ok. 1 godz.)*
- Na koniec mieszaninę krystalizacyjną można schłodzić w łaźni z lodem przez ok. 15 min..
- Otrzymane kryształy trimirystyny odsączyć na lejku Büchnera, zważyć i oznaczyć temperaturę topnienia.
- Wysuszony związek przełożyć do słoika i odpowiednio opisać.



Rys. T-6.1. Zestaw do ogrzewania pod chłodnicą zwrotną.

## S-1

## SYNTEZA OCTANU n-AMYLU

(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

Większość reakcji wykorzystywanych w syntezie organicznej przebiega bardzo wolno w porównaniu z reakcjami jonowymi typowymi dla chemii nieorganicznej. Wiele reakcji organicznych jest reakcjami równowagowymi, przy czym stan równowagi osiągany jest raczej powoli. Na dodatek bardzo często równowaga reakcji osiągana jest w takim punkcie, że trudno jest otrzymać zadowalającą wydajność reakcji.

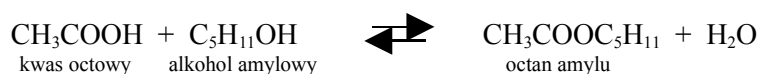
Założmy, że reakcja pomiędzy substratami A i B prowadzi do produktów C i D.



Stałą równowagi można wyrazić wzorem:

$$K = \frac{[C]^x \cdot [D]^y}{[A]^m \cdot [B]^n}$$

W przypadku prostej reakcji, jak na przykład, reakcji estryfikacji wyrażenie na stałą równowagi jest jeszcze bardziej uproszczone:



$$K = \frac{[\text{CH}_3\text{COOC}_5\text{H}_{11}] \cdot [\text{H}_2\text{O}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}] \cdot [\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}]}$$

Marzeniem każdego chemika syntetyka jest uzyskanie jak najlepszej wydajności reakcji. Po osiągnięciu stanu równowagi tyle samo cząsteczek produktu tworzy się i rozpada do substratów (szybkość reakcji w prawo równa jest szybkości reakcji w lewo), a więc 100%-owe przereagowanie substratów jest niemożliwe. Na szczęście możliwe jest przesunięcie równowagi reakcji w kierunku tworzenia produktów. Wystarczy usuwać ze środowiska reakcji jeden z produktów. W przypadku estryfikacji najczęściej podczas trwania reakcji oddestylowuje się wodę. Octan amylu, którego synteza jest celem tego ćwiczenia, tworzy z wodą i alkoholem amylovym azeotrop, który rozdziela się na dwie fazy, wodną i organiczną. Ciągłe odbieranie wody i zwracanie pozostałych składników do środowiska reakcji umożliwia całkowite przereagowanie substratów.

Drugim sposobem na przesunięcie równowagi reakcji estryfikacji w kierunku tworzenia estru jest podwyższenie temperatury reakcji. Zazwyczaj więc w laboratorium estryfikację prowadzi się w temperaturze wrzenia substratów, dodatkowo stosując kwas lub zasadę jako katalizator.

**Wykonanie ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest synteza octanu amylu, przy czym szczególną uwagę zwraca się w tym ćwiczeniu na uzyskanie jak najlepszej wydajności. Student powinien nabyć praktyczną wiedzę o syntezie oraz prowadzeniu notatek laboratoryjnych.



Przed wykonaniem ćwiczenia student powinien przygotować zestawienie właściwości fizycznych poszczególnych reagentów, jak pokazano poniżej.

Reagenty i produkty reakcji	tw. lub tt.	Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ]	Rozpuszczalność (g/100 ml)			Masa cząsteczkowa
			woda	eter	toluen	

Następnie należy zanotować kolejne czynności oraz rezultaty doświadczenia. **Notatki laboratoryjne powinny być prowadzone w taki sposób, by były one zrozumiałe dla osoby nie mającej doświadczenia z takim eksperymentem, oraz by mogła ona w razie potrzeby bez kłopotu powtórzyć opisany eksperyment.**

Otrzymany w reakcji produkt powinien być zidentyfikowany i scharakteryzowany. Opis doświadczenia powinien także zawierać wydajność reakcji.

#### Szkło i sprzęt laboratoryjny

Kolba do destylacji (2-szyjna) + korki

Kolba okrągłodenna 100-ml (1 szt)

Chłodnica zwrotna (1 szt)

Nasadka azeotropowa (1 szt)

Lejek szklany (1 szt)

Rozdzielacz 250 ml (1 szt)

Cylinder miarowy 10-ml (1 szt)

Lejek zwykły

Sączek karbowany

Kolba okrągłodenna 100 lub 150 ml.

Siarczan sodu bezwodny

- W czystej i suchej kolbie okrągłodennej o poj. 250 cm<sup>3</sup> umieścić kamyczki wrzenne, 0.27 mola bezwodnego kwasu octowego lodowatego i 0.25 mola alkoholu amylogowego.
- Dodać 2 krople stężonego kwasu siarkowego.
- Połączyć kolbę z chłodnicą Liebiga i nasadką azeotropową. (rys. T-8\_1), dodać kilka kamyczków wrzennych i ogrzewać w temperaturze wrzenia przez 45 min.
- Obserwować tworzenie warstwy wodnej w bocznej rurce kolby. Nie należy dopuścić do przelewania się wody z powrotem do kolby. W razie konieczności część wody zlać do cylindra miarowego (**nie wylewać!**). Najlepiej, gdy na koniec reakcji tylko niewielka ilość fazy organicznej znajduje się w rurce bocznej. (*Uwaga: warstwa wodna powinna być warstwą dolną, a warstwa organiczna – górną*).
- Po tym czasie kolbę pozostawić do schłodzenia.
- Zlać całą ilość wody z rurki bocznej do cylindra miarowego i zanotować objętość.
- Przełać całą mieszaninę reakcyjną wraz z zawartością cylindra miarowego do rozdzielacza.
- Dodać 25 cm<sup>3</sup> 5% roztworu wodorowęglanu sodu i lekko wstrząsać.
- Oddzielić warstwę wodną od organicznej.
- Sprawdzić odczyn. Jeśli warstwa organiczna ma odczyn kwaśny, należy powtórzyć przemywanie drugą porcją kwaśnego węglanu sodu.
- Na koniec przemyć warstwę organiczną wodą destylowaną do odczynu obojętnego.
- Warstwę organiczną przenieść do kolby stożkowej o poj. 125 cm<sup>3</sup> i dodać ok. 5 g bezwodnego siarczanu sodu.
- Zamknąć kolbę korkiem i odstawić do suszenia na 15 min.

Podnośnik (2 szt)

Płaszcz grzewczy (1 szt)

#### Odczynniki

Kwas octowy lodowaty (bezwodny) (0.25 mola)

Alkohol amylogowy (0.25 mola)

Woda destylowana

Kwas siarkowy stężony

Kamyczki wrzenne

5% roztwór NaHCO<sub>3</sub>

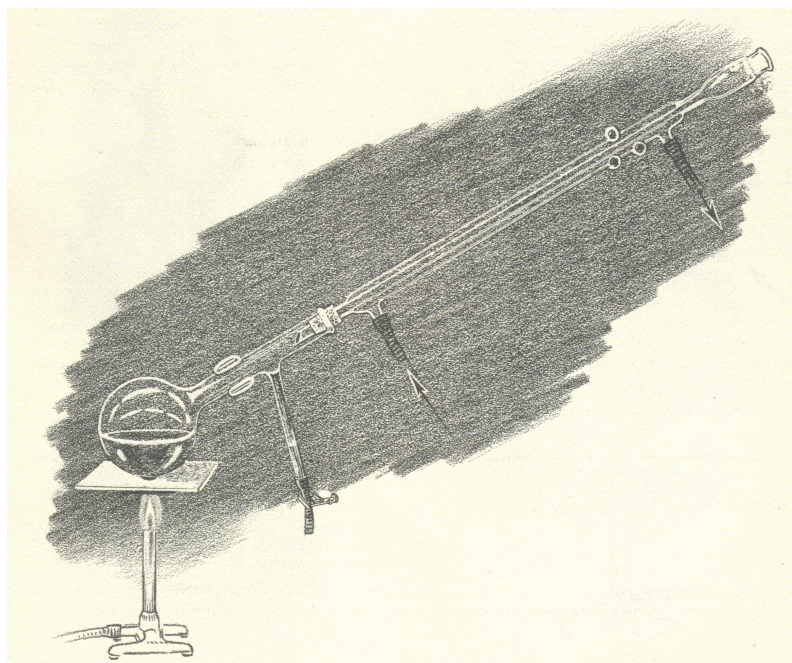
Siarczan sodu bezwodny

- ❑ Roztwór oddzielić od środka suszącego na sączku karbowanym, przelać do kolby okrągłodennej i przedestylować.
- ❑ Otrzymany ester zamknąć w szczelnej butelce i opisać (*nazwa związku, nazwisko, wydajność [g], wydajność [%], temperatura wrzenia*).

*Uwaga: **Wydajność teoretyczna** jest to ilość produktu, jaka otrzymalibyśmy, gdyby reakcja przebiegała stechiometrycznie. Wylicz się ją na podstawie równania reakcji i ilości substratów zastosowanych praktycznie.*

**Wydajność procentową** oblicza się na podstawie wzoru:

$$\text{Wyd. \%} = \frac{\text{Masa otrzymanego produktu [g]}}{\text{Wydajność teoretyczna [g]}} \cdot 100\%$$



## S-3

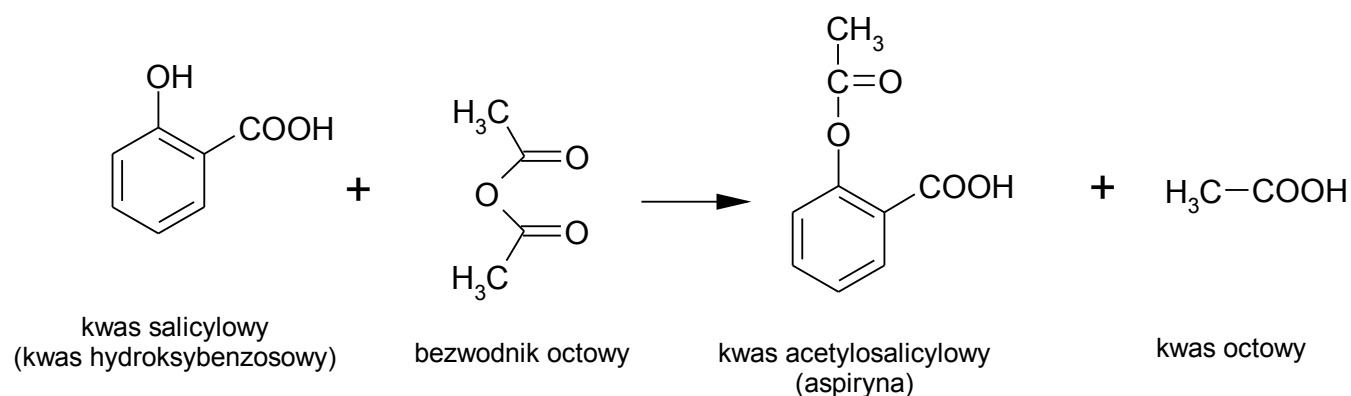
## SYNTEZA KWASU ACETYLOSALICYLOWEGO

(OTRZYMYWANIE ESTRÓW PRZY UŻYCIU BEZWODNIKA KWASU  
KARBOKSYLOWEGO)

(opracowała Jadwiga Laska)

**Wprowadzenie**

Kwas acetylosalicylowy (aspiryna) otrzymuje się w reakcji kwasu salicylowego z bezwodnikiem octowym:



Reakcja ta jest jedną z metod otrzymywania estrów kwasu octowego (patrz również ćwiczenia S-1 i S-2). Zastosowanie bezwodnika octowego zamiast kwasu octowego ułatwia reakcję estryfikacji i umożliwia otrzymanie estrów alkoholi trzeciorzędowych i fenoli. Ponieważ reakcja kwasu salicylowego z bezwodnikiem octowym może być również postrzegana jako reakcja wprowadzenia grupy acetylowej (acylowej)  $\text{CH}_3\text{C}(\text{O})\text{O}-$  w miejsce hydroksylowej, nazywa się ją także reakcją acetylowania lub acylowania.

Kwas acetylosalicylowy jest białym, krystalicznym proszkiem pozbawionym zapachu o lekko kwaśnym smaku. Łatwo rozpuszcza się w etanolu, w wodzie rozpuszcza się trudno, dając roztwór o kwaśnym odczynie. W suchym powietrzu jest trwały, jednak pod wpływem wilgoci rozkłada się na kwas salicylowy i octowy.

Kwas acetylosalicylowy jest powszechnie stosowanym lekiem napotnym, przeciwgorączkowym, przeciwbólowym i przeciwreumatycznym. Sprzedawany jest pod nazwą aspiryna. Wchodzi również w skład takich preparatów jak: Polopiryna, Calcipiryna, Alka-prim, Asprocol.

**Wykonanie ćwiczenia**

Cel ćwiczenia:

1. Synteza kwasu acetylosalicylowego.
2. Przeprowadzenie estryfikacji przy użyciu bezwodnika kwasu karboksylowego
3. Zapoznanie się z syntezą leków.

Szkło i sprzęt laboratoryjny

Kolba stożkowa 100 ml (1 szt)  
 Termometr (1 szt)  
 Lejek Buechnera (1 szt)  
 Kolba ssawkowa  
 Zlewka 250 ml (1 szt)  
 Łażnia wodna (zlewka 800-ml)

Odczynniki

Bezwodny kwas salicylowy (10 g)  
 Bezwodnik octowy (15 g)  
 Kwas siarkowy(VI) stęż.  
 Woda destylowana  
 Etanol

- W małej kolbie stożkowej umieścić 10 g (0.725 mol) bezwodnego kwasu salicylowego, 15 g (14 ml, 0.147 mol) bezwodnika octowego i dodać 5 kropli stęż. kwasu siarkowego(VI), mieszając przy tym zawartość kolby ruchem wirowym.
- Mieszaninę ogrzać na łaźni wodnej w temp. ok. 50-60°C przez 15 min, cały czas mieszając.
- Po tym czasie kolbę pozostawić do schłodzenia, strząsając ją co jakiś czas.
- Dodać 150 ml wody destylowanej, starannie wymieszać i przesączyć pod zmniejszonym ciśnieniem.
- Otrzymany osad rozpuścić w 30 ml. gorącego etanolu i roztwór wylać do 75 ml. gorącej wody. Jeśli osad wytrąci się natychmiast, mieszaninę ogrzać ponownie do uzyskania przezroczystego roztworu.
- Roztwór pozostawić do powolnego schłodzenia. Osad wytrąca się w postaci pięknie wykształconych igieł.
- Osad odsączyć pod zmniejszonym ciśnieniem i wysuszyć.

Przed wykonaniem ćwiczenia student powinien przygotować zestawienie właściwości fizycznych poszczególnych reagentów, jak pokazano poniżej.

Reagenty i produkty reakcji	t.w. (t.t.)	Gęstość [g/cm <sup>3</sup> ]	Rozpuszczalność (g/100 ml)			Masa cząsteczkowa
			woda	eter	toluen	
Bezwodnik octowy						
Kwas salicylowy						
Kwas acetylosalicylowy						
Kwas octowy						

Następnie należy zanotować kolejne czynności oraz rezultaty doświadczenia. **Notatki laboratoryjne powinny być prowadzone w taki sposób, by były one zrozumiałe dla osoby nie mającej doświadczenia z takim eksperymentem, oraz by mogła ona w razie potrzeby bez kłopotu powtórzyć opisany eksperyment.**

Otrzymany w reakcji produkt powinien być zidentyfikowany i scharakteryzowany.

*Opis doświadczenia powinien także zawierać wydajność reakcji.*