

Adriana-Luminița FÎNARU

Elena-Mirela SUCEVEANU

Oana-Irina PATRICIU

TEHNICI EXPERIMENTALE ÎN CHIMIA ORGANICĂ

Editura ALMA MATER BACĂU

CUPRINS

Capitolul I	
ASPECTE PRIVIND SĂNĂTATEA ȘI SECURITATEA MUNCII	
ÎN LABORATOARELE DE CHIMIE ORGANICĂ	11
Capitolul II	
MATERIALE ȘI METODE UTILIZATE ÎN LABORATORUL DE	
CHIMIE ORGANICĂ	15
II.1. Sticlăria și aparatura uzuală	15
II.2. Solvenți	16
II.3. Amestecarea și agitarea	19
II.4. Încălzirea și răcirea	20
II.4.1. Încălzirea în laborator. Băi de încălzire	20
II.4.2. Răcirea în laborator. Agenți de răcire	25
II.4.3. Măsurarea temperaturii	28
II.5. Lucrul sub vid	29
II.6. Mărunțirea și cernerea	31
II.6.1. Mărunțirea	31
II.6.2. Cernerea	31
II.7. Filtrarea și decantarea	32
II.7.1. Generalități	32
II.7.2. Materiale filtrante	33
II.7.3. Dispozitive pentru filtrare	34
II.7.4. Filtrarea la presiune normală	35
II.7.5. Filtrarea în vid	36
II.7.6. Filtrarea sub presiune	38
II.7.7. Decantarea	38
II.8. Uscarea preparatelor organice	40
II.8.1. Generalități	40
II.8.2. Uscarea substanțelor solide	43
II.8.2.1. Uscarea cu aer	44
II.8.2.2. Uscarea la presiune joasă	46
II.8.2.3. Uscarea în vid la temperatură joasă	47
II.8.2.4. Distilarea azeotropă	47
II.8.2.5. Extracția	47
II.8.2.6. Alte metode de uscare	48
II.8.3. Uscarea vaselor de laborator	48
Capitolul III	
PROCEDEE DE SEPARARE ȘI PURIFICARE A	
COMPUȘILOR ORGANICI	49
III.1. Cristalizarea și recristalizarea	49
III.1.1. Generalități	49
III.1.2. Solvenții și alegerea lor	50

III.1.3. Etapele recristalizării	53
III.1.4. Factorii care influențează cristalizarea	55
III.1.5. Principalele metode de stimulare a cristalizării	57
III.1.6. Cristalizarea substanțelor pentru analiză	57
III.1.7. Recristalizarea fracționată	58
III.2. Sublimarea	59
III.2.1. Generalități	59
III.2.2. Sublimarea la presiune obișnuită	60
III.2.3. Sublimarea în vid	60
III.2.4. Alte variante de sublimare	61
III.3. Distilarea	62
III.3.1. Generalități	62
III.3.2. Distilarea simplă	63
III.3.2.1. Aparatura pentru distilarea simplă	63
III.3.2.2. Efectuarea distilării simple	64
III.3.3. Distilarea fracționată. Rectificarea	65
III.3.3.1. Generalități	65
III.3.3.2. Factorii care influențează eficacitatea rectificării	66
III.3.3.3. Descrierea instalației de rectificare	67
III.3.3.4. Efectuarea rectificării	68
III.3.4. Distilarea în vid	70
III.3.4.1. Aparatura pentru distilarea simplă în vid	70
III.3.4.2. Efectuarea distilării în vid	71
III.3.5. Distilarea azeotropă	71
III.3.5.1. Generalități	71
III.3.5.2. Instalații pentru distilarea azeotropă și efectuarea acesteia	72
III.3.6. Antrenarea cu vapori	73
III.4. Extracția	74
III.4.1. Generalități	74
III.4.2. Extracția lichid-lichid	75
III.4.3. Extracția solid-lichid	77
III.4.4. Extracția cu fluide supercritice	78
III.4.5. Extracția cu ajutorul microundelor	80
III.4.6. Alte procedee de extracție	81
III.5. Cromatografia	83
III.5.1. Generalități	83
III.5.2. Cromatografia pe hârtie și pe strat subțire	84
III.5.3. Cromatografia pe coloană	90

Capitolul IV

DETERMINAREA PROPRIETĂȚILOR FIZICE ALE SUBSTANȚELOR ORGANICE

IV.1. Determinarea punctului de topire	93
IV.1.1. Metoda capilarului	93
IV.1.2. Determinarea punctului de topire cu ajutorul aparatului Boetius	95

IV.2. Determinarea punctului de fierbere	95
IV.2.1. Determinarea punctului de fierbere cu ajutorul ebulliometrului	96
IV.2.2. Metoda Siwoloboff	96
IV.2.3. Metoda Emich	96
IV.3. Determinarea densității	96
IV.3.1. Metoda picnometrului	97
IV.3.2. Determinarea densității cu areometre	98
IV.4. Determinarea indicelui de refracție	99
IV.5. Determinarea activității optice	100
IV.6. Spectroscopia de absorbție în ultraviolet și vizibil (UV-VIS)	102
IV.6.1. Generalități. Principiu	102
IV.6.2. Noțiuni specifice spectroscopiei în UV-VIS	104
IV.6.3. Aparatura utilizată în spectroscopia UV-VIS	107
IV.6.4. Utilizarea spectrelor UV-VIS în analiza compușilor organici	108
IV.7. Spectroscopia în infraroșu (IR)	109
IV.7.1. Generalități. Principiu	109
IV.7.2. Noțiuni specifice spectroscopiei în infraroșu	109
IV.7.3. Aparatura și tehnicile de lucru	111
IV.7.4. Utilizarea spectrelor IR în analiza compușilor organici	112
IV.8. Spectroscopia de rezonanță magnetică nucleară (RMN)	113
IV.8.1. Generalități. Principiu	113
IV.8.2. Noțiuni specifice spectroscopiei RMN	113
IV.8.3. Aparatura utilizată	115
IV.8.4. Utilizarea spectrelor RMN ¹ H și RMN ¹³ C în analiza compușilor organici	116
IV.9. Identificarea structurii compușilor organici – aplicații	117

Capitolul V

METODE DE ANALIZĂ ELEMENTALĂ ȘI FUNCȚIONALĂ 124

V.1. Identificarea carbonului și hidrogenului	124
V.2. Identificarea azotului	125
V.3. Identificarea sulfului	126
V.4. Identificarea halogenilor	126
V.4.1. În absența azotului și sulfului	126
V.4.2. În prezența azotului sau/și sulfului	127
V.4.3. Identificarea halogenilor prin proba Beilstein	128
V.5. Identificarea azotului, sulfului și halogenurilor	128
V.5.1. Identificarea azotului, sulfului și halogenurilor prin degradarea substanței în prezența sodiului	128
V.5.2. Metoda cu zinc și carbonat de sodiu pentru identificarea azotului, sulfului și halogenilor	130
V.6. Identificarea funcției hidroxil din alcooli, fenoli și enoli	131
V.6.1. Alcooli mono- și polihidroxilici	131
V.6.2. Identificarea și dozarea fenolilor	133
V.6.3. Identificarea enolilor	137
V.7. Identificarea compușilor halogenați	138
V.7.1. Compuși halogenați alifatici	138

V.7.2. Compuși halogenați aromatici	140
V.8. Identificarea eterilor	140
V.8.1. Eteri alifatici	140
V.8.2. Eteri aromatici	141
V.9. Identificarea alchidelor și cetonelor	142
V.10. Identificarea acizilor carboxilici și derivaților	146
V.10.1. Identificarea acizilor carboxilici	146
V.10.2. Identificarea clorurilor acide și anhidridelor acizilor carboxilici	149
V.10.3. Caracterizarea esterilor	149
V.11. Identificarea nitroderivaților	152
V.12. Analiza aminelor	153
V.13. Analiza aminoacizilor	157
V.14. Analiza proteinelor	160
V.14.1. Reacții de precipitare	160
V.14.2. Reacții de culoare	161
V.15. Analiza zaharurilor	163

Capitolul VI

SINTEZE ORGANICE	170
VI.1. Sinteza alcoolului benzilic și a acidului benzoic	170
VI.2. Sinteza β , β' -bisnaftolului	171
VI.3. Sinteza eterului etilic	171
VI.4. Sinteza dioxanului	172
VI.5. Sinteza acidului β -cloropropionic	173
VI.6. Sinteza acidului benzoic	173
VI.7. Sinteza acidului cinamic	174
VI.8. Sinteza acidului acetilsalicilic	175
VI.9. Sinteza acetatului de etil	175
VI.10. Sinteza acetatului de fenil	176
VI.11. Sinteza benzoatului de metil	177
VI.12. Sinteza benzoatului de etil	177
VI.13. Sinteza săpunului din grăsimi	178
VI.14. Sinteza 1,2,3,4,6-penta- <i>O</i> -acetil- α ,D-glucopiranozei	179
VI.15. Sinteza 1,2,3,4,6-penta- <i>O</i> -acetil- β ,D-glucopiranozei	180
VI.16. Sinteza acetamidei	181
VI.17. Sinteza acetanilidei	182
VI.18. Sinteza nitrobenzenului	184
VI.19. Sinteza <i>m</i> -dinitrobenzenului	185
VI.20. Sinteza α -nitronaftalinei	186
VI.21. Sinteza <i>m</i> -nitrobenzaldehydei	187
VI.22. Sinteza <i>p</i> -nitroacetanilidei	187
VI.23. Sinteza <i>p</i> -nitroanilinei	189
VI.24. Sinteza <i>orto</i> - și <i>para</i> -nitrofenolului	189
VI.25. Sinteza azoxibenzenului	191
VI.26. Sinteza azobenzenului	192
VI.27. Sinteza benzensulfonatului de sodiu	193

VI.28. Sinteza acidului sulfanilic	193
VI.29. Sinteza acidului β -naftalinsulfonic	194
VI.30. Sinteza acidului 2,5-dimetilbensensulfonic	195
VI.31. Sinteza clorurii de terțbutil	196
VI.32. Sinteza clorurii de benzil	196
VI.33. Sinteza clorbenzenului	197
VI.34. Sinteza brombenzenului	198
VI.35. Sinteza bromurii de etil	200
VI.36. Sinteza iodurii de metil	201
VI.37. Sinteza iodbenzenului	202
VI.38. Sinteza de β -naftol orange (portocaliu acid orange)	203
Capitolul VII	
REAȚII CHIMICE ACTIVATE CU AJUTORUL MICROUNDELOR	205
VII.1. Ameliorarea reacțiilor	205
VII.2. Reactoare de laborator cu microunde	208
VII.3. Aplicații ale microundelor în sinteza organică	210
VII.3.1. Acilarea acidului salicilic activată de microunde	212
VII.3.2. Reducerea ciclohexanonei la ciclohexanol activată de microunde	212
VII.3.3. Reacția benzoinei cu ureea sub microunde	213
ANEXE	214
BIBLIOGRAFIE	221