***Ćwiczenie 15***

***Reakcje charakterystyczne aldehydów i ketonów***

Organiczna analiza jakościowa opiera się na szybkich i wydajnych reakcjach charakterystycznych, związków posiadających określoną grupę funkcyjną (poznanym już wcześniej przykładem jest test Lucasa na odróżnianie alkoholi I, II i III rzędowych). Przez wiele dekad, przed wynalezieniem bardziej uniwersalnych metod spektroskopowych i chromatograficznych, była niezastąpionym narzędziem w rękach chemików organików.

Przykładami reakcji stosowanych w organicznej analizie jakościowej są charakterystyczne testy dla związków z grupą karbonylową: próba Tollensa, próba Tromera i reakcja haloformowa.

Sposób wykonania ćwiczenia.

UWAGA

🡪 Odczynniki używane do testów są szkodliwe. Ćwiczenie należy wykonywać pod działającym wyciągiem.

**Próba Tollensa**

1. Przygotowujemy łaźnię wodną o temperaturze ~90°C (Rysunek 1).



statyw

probówka

łapa

łaźnia wodna

mieszadło magnetyczne z płytą grzewczą

podnośnik

Rysunek 1. Łaźnia grzewcza do probówek.

1. W probówce A umieszczamy ~5ml 0,2M roztworu azotanu srebra. Mieszając zawartość dodajemy kroplami do probówki 6M roztwór amoniaku w takiej ilości, aby wytrącający się przejściowo, brązowy osad roztworzył się w nadmiarze NH3aq.
2. Do probówki B dodajemy około 1ml formaliny (lub innego aldehydu, w tym roztworu zawierającego np. cukier prosty) oraz około 2ml amoniakalnego roztworu azotanu srebra z probówki A. Mieszamy dokładnie zawartość.
3. Umieszczamy probówkę B w gorącej łaźni wodnej.
4. Po kilku minutach na ściankach probówki pojawia się lustro srebrne (Rysunek 2), oznaczające pozytywny wynik próby, czyli wskazujące, że badany związek zawierał grupę formylową (CHO).
5. Usuwamy pozostałość po próbie do odpadów (R – roztwory soli) i myjemy probówkę.



Rysunek 2. Pozytywny wynik próby Tollensa – lustro srebrne na ściankach probówki.

**Próba Trommera**

1. Przygotowujemy łaźnię wodną o temperaturze ~90°C (patrz Rysunek 1).
2. W probówce umieszczamy 1 ml 0,4M roztworu siarczanu (VI) miedzi (II), do którego dodajemy kroplami 2M roztwór wodorotlenku sodu (~0,5 ml). Natychmiast wytrąca się niebieski, galaretowaty osad wodorotlenku miedzi (II) (Rysunek 3A).
3. Do zawiesiny Cu(OH)2 dodajemy aldehyd (np. roztwór formaliny, lub cukru redukującego), lub inny badany związek i umieszczamy probówkę w gorącej łaźni wodnej (czasem konieczne jest ogrzanie do wrzenia).

 

**B**

**A**

Rysunek 3. Wyjściowy roztwór CuSO4 (A - po lewej), zawiesina Cu(OH)2 (A - po prawej) oraz negatywny (B - po lewej) i pozytywny (B - po prawej) wynik próby Trommera.

1. Pojawienie się czerwonego osadu tlenku miedzi (I) oznacza pozytywny wynik próby na obecność aldehydów (czasem, przy cukrach pojawia się zielone zabarwienie, będące efektem nakładania barw niebieskiej i pomarańczowożółtej). W przypadku, gdy dodany związek nie jest aldehydem z roztworu w probówce wytrąca się po ogrzaniu czarny osad tlenku miedzi (II) oznaczający negatywny wynik próby (Rysunek 3B).
2. Usuwamy pozostałość po próbie do odpadów (R – roztwory soli) i myjemy probówkę.

**Próba jodoformowa**

1. Przygotowujemy łaźnię wodną o temperaturze ~90°C (patrz Rysunek 1).
2. Do probówki zawierającej 2ml 2M roztworu NaOH dodajemy pipetką Pasteura 1 – 2 krople metyloketonu, np. propanonu (acetonu).
3. Następnie, mieszając zawartość próbówki, dodajemy porcjami 4 – 5 ml wodnego roztworu J2/KI (płynu Lugola).
4. W razie potrzeby wkładamy probówkę do łaźni wodnej.
5. Obserwujemy, często już przed ogrzaniem, wytrącanie żółtego osadu jodoformu (Rysunek 4).
6. Gdyby osad nie pojawiał się, nawet po podgrzaniu, co może zdarzyć się w przypadku dodania zbyt dużej ilości metyloketonu, dodajemy więcej roztworu J2/KI.



Rysunek 4. Pozytywny wynik próby jodoformowej (z prawej strony, widoczny osad CHI3) oraz próba kontrolna zawierająca zalkalizowany roztwór J2/KI (z lewej).

**Test sprawdzający**

Posługując się opisanymi powyżej próbami identyfikujemy, w której z probówek ①, ②, ③ znajduje się:

– aldehyd glutarowy,

– keton etylowo-fenylowy

– keton fenylowo-metylowy