

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ВАСИЛЯ СТУСА
НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ ХІМІЇ
КАФЕДРА НЕОРГАНІЧНОЇ, ОРГАНІЧНОЇ ТА АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

О. М. Швед, Н. С. Ситник, Є. А. Бахалова

ПРАКТИКУМ З ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ
(видання 2-е, доповнене)

Вінниця
ДонНУ імені Василя Стуса
2018

УДК 547(076)

Ш 34

*Рекомендовано до друку Вченою радою ДонНУ імені Василя Стуса
(протокол № 3 від 29.10.2018 р.)*

Укладачі:

О. М. Швед, д-р хім. наук, доц.

Н. С. Ситник, зав. навчальної лабораторії.

Є. А. Бахалова, аспірант.

Рецензенти:

А. П. Ранський, д-р хім. наук, проф., зав. кафедри хімії та хімічної технології Вінницького національного технічного університету.

Г. М. Розанцев, д-р хім. наук, проф., зав. кафедри неорганічної, органічної та аналітичної хімії ДонНУ імені Василя Стуса.

Швед О. М., Ситник Н. С., Бахалова Є. А.

Ш 34 Практикум з органічної хімії : навчальний посібник (видання 2-е, доповнене) / уклад. О. М. Швед, Н. С. Ситник, Є. А. Бахалова. Вінниця : ДонНУ імені Василя Стуса, 2018. 68 с.

Наведено основні методи очистки органічних сполук, ідентифікації синтезованих речовин, атлас хімічного посуду, техніку безпеки, лабораторні роботи з методів очистки та синтезу органічних сполук.

Посібник призначений для студентів спеціальності «Хімія». Може бути корисним студентам під час виконання експериментальної наукової роботи, курсових та магістерських робіт.

УДК 547(076)

© Швед О. М., Ситник Н. С., Бахалова Є. А., 2018

© ДонНУ імені Василя Стуса, 2018

ЗМІСТ

1	Техніка безпеки в лабораторії органічного синтезу	6
1.1	Правила роботи з кислотами та лугами	8
1.2	Робота з бромом	9
1.3	Робота з металічним натрієм.....	10
1.4	Робота з токсичними речовинами	10
1.5	Правила роботи з вогне- та вибухонебезпечними речовинами	11
1.6	Правила роботи під зменшеним тиском	12
1.7	Домедична допомога у разі нещасних випадків	12
1.8	Гасіння місцевої пожежі і одягу, що горить.....	13
2	Основні методи роботи, виділення та очистки речовин	14
2.1	Лабораторне обладнання.....	14
2.2	Кристалізація	15
2.2.1	Перекристалізація речовин з органічного розчинника	16
2.2.2	Перекристалізація напівмікророзчинності речовини	17
2.3	Возгонка (сублімація)	17
2.4	Перегонка	18
2.4.1	Перегонка за атмосферного тиску. Проста перегонка	18
2.4.2	Дробна (фракційна) перегонка	20
2.4.3	Перегонка з водяною парою	20
2.5	Хроматографія.....	22
2.5.1	Адсорбційна хроматографія.....	23
2.5.2	Розподільна хроматографія.....	24
2.5.3	Паперова радикальна хроматографія.....	24
2.5.4	Тонкошарова хроматографія.....	25
3	Визначення основних фізичних констант органічних речовин	27
3.1	Визначення температури топлення(плавлення).....	27
3.2	Визначення температури кипіння.....	28
4	Атлас хімічного посуду	29
5	Методики очистки органічних сполук	35
5.1	ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1 Очистка органічної сполуки перекристалізацією з розчинника.....	35
5.2	ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2 Очистка органічної сполуки перекристалізацією з органічного розчинника	36
5.3	ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3 Очистка бензойної кислоти методом сублімації (возгонки)	37
5.4	ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4 Хроматографічне розділення суміші ізомерних нітроанілінів методом тонкошарової хроматографії	38
5.5	ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5 Перегонка органічного розчинника за атмосферного тиску	39

5.6 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6 Перегонка органічних сумішей з водяною парою.....	40
6 Якісні реакції («Малий практикум»).....	42
6.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1 Вуглеводні.....	42
6.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2 Спирти та карбонільні сполуки	44
6.3 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3 Карбонові кислоти та їх функціональні похідні.....	46
6.4 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4 Вуглеводи.....	48
7 Методики синтезу органічних речовин	51
7.1 Зразок оформлення лабораторної роботи.....	51
7.2 Методики синтезу органічних речовин	56
7.2.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1 п-Нітроаніліновий червоний	56
7.2.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2 Синтез йодоформу	57
7.2.3 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3 Дибензальацетон	57
7.2.4 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4 Синтез азобарвника 4-аміно-4'-сульфоазобензола.....	59
7.2.5 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5 Синтез барвника β-нафтолоранж	60
7.2.6 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6 Бензімідазол.....	62
7.2.7 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7 Аддукт антрацену з малеїновим ангідридом.....	63
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	64
Додаток 1	65

ВСТУП

Метою навчального посібника з курсу «Органічна хімія» є систематичне формування у студентів експериментальних навичок, що базуються на теоретичних знаннях.

Перед виконанням лабораторної роботи студент повинен повторити теоретичний матеріал відповідного розділу, ознайомитися з основними методами, що використовуються для отримання органічних речовин вказаного типу, навчитися виділяти, очищати отримані продукти та ідентифікувати їх. Студент повинен свідомо виконувати роботу: обґрунтувати вибір тих або інших умов реакції та використаної установки, чітко описувати проведені досліди, усі записи вести в лабораторному журналі.

Посібник містить правила техніки безпеки, які треба виконувати в лабораторії органічного синтезу, опис основних методів роботи, виділення та очистки речовин, визначення основних фізичних констант органічних сполук, атлас хімічного посуду для виконання робіт в органічному практикумі. У посібнику наведені методики якісного визначення органічних речовин («Малий практикум») та типові методики синтезу певних органічних сполук.

Для успішного проходження лабораторного практикуму, а також оптимальної організації самостійної роботи та розподілу аудиторного часу кожний студент повинен планувати свою роботу відповідно до вимог, що наведені у цьому посібнику.

Друге видання посібника включає більшу кількість лабораторних робіт з методів очистки, якісного визначення речовин, доопрацьовано матеріал з лабораторного обладнання.

1 ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ ОРГАНІЧНОГО СИНТЕЗУ

Органічні речовини та реактиви для їх отримання тією чи іншою мірою є токсичними, вогне- та вибухонебезпечними. Працюючи в лабораторії, необхідно чітко дотримуватися правил техніки безпеки й охорони праці.

1. Працювати одному в лабораторії категорично заборонено, оскільки в разі нещасного випадку нікому буде надати допомогу та ліквідувати наслідки аварійної ситуації. Починати роботу слід тільки в присутності викладача або лаборанта, після отримання від них дозволу. На заняттях обов'язково використовувати спецодяг (халат), а в разі необхідності – гумові рукавички, захисні окуляри або щитки.

2. Під час роботи в лабораторії потрібно дотримуватися чистоти, порядку та тиші на своєму робочому місці та в лабораторії. Виконання експериментальної частини можна починати лише після ретельного ознайомлення з приладами (хімічним посудом) та устаткуванням (електро- і газонагрівальними приладами тощо), що використовують у цій лабораторній роботі, технікою виконання дослідів, хімічними, фізичними та токсикологічними властивостями реагентів і розчинників, отримавши дозвіл викладача. На робочому місці повинні бути тільки необхідні реагенти, прилади, устаткування і лабораторні журнали. Заборонено відволікатися від роботи та відволікати інших. Поспішність і неохайність часто призводять до аварійних ситуацій та нещасних випадків з важкими наслідками.

3. Кожний, хто працює, повинен знати, де в лабораторії знаходяться засоби пожежного захисту (покривало або грубововняна ковдра чи азбестове полотно, пісок, вогнегасники й інше), аптечка першої допомоги та уміти ними користуватися.

4. Категорично заборонено в лабораторії пити воду або напої, їсти, палити та жувати гумку.

5. Готуючись до виконання роботи, студент під час самопідготовки повинен попередньо ознайомитися з фізичними та хімічними властивостями речовин, що використовують у синтезі, звернувши особливу увагу на їхню токсичність, леткість, горючість й інші властивості.

6. Заборонено куштувати хімічні речовини на смак, затягувати ротом у піпетку будь-які рідкі органічні речовини.

Досліджуючи запах рідин, необхідно обережно направляти до себе її пари легким рухом руки.

7. Зі скляними приладами, пробірками й іншим посудом потрібно працювати обережно, уникаючи надмірних зусиль, які можуть викликати їх руйнування. Перед використанням скляного та фарфорового посуду необхідно перевірити

його цілість і чистоту. Категорично заборонено працювати з хімічним посудом, що має тріщини, глибокі подряпини.

8. Працюючи в лабораторії, потрібно особливо оберегати очі. Обов'язково потрібно одягати захисні окуляри або щитки у таких випадках:

- а) під час визначення температури топлення в приладі Сиволобова із сульфатною кислотою;
- б) під час робіт, коли є небезпека розбризкування та розсипання лугів і кислот, при цьому кислоти слід розводити доливанням кислоти у воду, а не навпаки;
- в) під час роботи з металевим натрієм;
- г) під час виготовлення і використання скляних капілярів;
- д) під час проведення вакуумної перегонки або фільтрування з використанням вакууму.

9. Працювати з отруйними речовинами, концентрованими кислотами й лугами, речовинами, що подразнюють органи дихання або мають різкий запах, проводити досліди з використанням металевого натрію та операції, під час яких відбувається виділення небезпечних газоподібних продуктів, необхідно тільки у витяжній шафі, використовуючи засоби захисту (маски, окуляри, рукавички та інше), а іноді – і в протигазі. Не можна брати хімічні речовини незахищеними руками. Сипучі реактиви потрібно відбирати тільки чистим сухим шпателем або спеціальною ложкою. Склянки з речовинами або розчинами необхідно брати однією рукою за шийку, а іншою – знизу, підтримуючи за дно.

10. Категорично заборонено щільно закривати скляні прилади для проведення реакцій або перегонки, створюючи таким чином внутрішній тиск, який не обмінюється з атмосферою, оскільки це може призвести до вибуху або несправності приладу під час досліду. Досліди та синтези з використанням автоклавів необхідно проводити в спеціально призначених для цього приміщеннях.

11. Заборонено нагрівати пробірки або колби, якщо їх отвір спрямований на людину, що перебуває поряд, а також речовини, що мають низькі температури спалахування (петролейний та етиловий ефіри, бензин, метиловий та етиловий спирти, ацетон та інші) на відкритому полум'ї. Для цього потрібно користуватися водяною банею або електричною плиткою із закритим нагрівальним елементом. Під час перегонки таких речовин необхідно обов'язково використовувати холодильники з ефективним водяним охолодженням. При цьому перегаляти рідини до сухого залишку категорично заборонено – це може призвести до вибуху, пожежі або руйнування приладу. Необхідно охайно та дбайливо поводитися з лабораторним посудом та обладнанням. Стежити, щоб вода (особливо холодна) не потрапляла на розігріту зовнішню поверхню скляного посуду, оскільки це може спричинити розтріскування скла.

Щоб уникнути викиду киплячої реакційної суміші або розчинників із приладів, нагрівання в пробірках треба проводити рівномірно, часто перемішуючи, а в колбах – заздалегідь поклавши на дно 1–2 шматочки пористого неорганічного матеріалу (неглазурованої лицювальної плитки, тарілок або інших кип'ятильних камінців).

12. Категорично заборонено залишати діючий прилад без нагляду.

13. Заборонено нахилитися близько до приладу, у якому нагрівають або перемішують хімічні речовини. За необхідності використовувати захисні окуляри або щитки.

14. Заборонено виливати в раковини каналізації залишки кислот і лугів, вогнебезпечних та отруйних речовин, таких, що мають сильний запах і погано змиваються водою. Для таких речовин у витяжній шафі або біля раковини розташовано спеціальний посуд, який добре закривається та стійкий до агресивних речовин і ударів (наприклад, пластмасовий). Зливати концентровані кислоти та луги тільки в спеціальні склянки з написом «Зливи неорганічних кислот» і «Зливи лугів».

Не дозволено викидати в раковини, каналізації папір, вату, скло від розбитого хімічного посуду.

15. Якщо в лабораторії виникла пожежонебезпечна ситуація, потрібно негайно закрити загальні газові крани, вимкнути рубильники електромережі, закрити витяжні шафи, одразу звернутися за допомогою до викладача та вжити заходи з ліквідації вогню.

Якщо виникла пожежонебезпечна ситуація, яку неможливо ліквідувати самостійно, швидко й організовано залишити лабораторію, викликати пожежну охорону, вивести потерпілих і надати їм домедичну допомогу, а в разі необхідності викликати швидку медичну допомогу; до прибуття пожежної охорони сприяти боротьбі з вогнем наявними засобами пожежогасіння.

16. З закінченням роботи потрібно ретельно прибрати робоче місце та вимити руки. Залишаючи робоче місце після виконання роботи, необхідно перевірити чи вимкнений газ, вода й електричний струм (на робочому місці та централізовано), автономні прилади.

1.1 Правила роботи з кислотами та лугами

Мінеральні кислоти (соляна, азотна, сірчана, фтороводнева), а також сильні органічні кислоти (полі- і моногалогенкарбонові) під час попадання на шкіру та слизову оболонку викликають хімічні опіки. Потрапляння кислот, лугів і їх розчинів в очі може призвести до ураження рогівки, що веде до втрати зору.

Під час роботи з кислотами та лугами необхідно пам'ятати такі правила: всі роботи з кислотами і лугами потрібно проводити у захисних окулярах і гумових рукавичках. Під час переливання кислот і лугів через сифон й воронку з великих посудин до менших необхідно користуватися захисними окулярами, гумовими рукавичками, фартухом. Категорично забороняється кислоти і луги зтягувати ротом у піпетки та сифон.

Розводити сірчану кислоту можна лише в жаростійкому посуді, підливаючи кислоту до води, а не навпаки, оскільки відбувається значне виділення теплоти та розбризкування. Під час роботи необхідно одягнути захисні окуляри. Розчиняти гідроксиди натрію і калію слід повільно, додаючи їх до води невеликими порціями. Твердий луг потрібно брати лише щипцями, а не руками.

Не слід застосовувати сірчану кислоту у вакуум-ексикаторах у якості водоосушувача, оскільки такі дії можуть призвести до вибуху ексикатора та потрапляння речовини на шкіру того, хто працює. Експеримент із плавиковою кислотою вимагає особливої обережності: обов'язково надіти гумові рукавички, захисні окуляри або маску, усі роботи проводити під тягою у спеціальному посуді.

Не можна виливати у раковини залишки кислот, лугів. Їх зливають у спеціальні склянки.

1.2 Робота з бромом

Зберігати бром можна лише в товстостінних склянках із притертими пробками. Склянки потрібно ставити у витяжну шафу в металеві ящики або фарфорові чашки з піском. Бром діє на слизові оболонки та у разі потрапляння на шкіру дає опіки, що важко загоюються. Усі роботи з бромом можна проводити лише у витяжній шафі з напівопущеними стулками, обов'язково в гумових рукавичках, захисних окулярах або масці. Переносити склянки з бромом можна лише в банях або чашах з піском.

Перед проведенням роботи з додаванням бром у крапельної воронки необхідно заздалегідь перевірити кран воронки на герметичність. Видалити звичайне мастило з крана та змастити його фосфорною кислотою. Потім налити ефір і перевірити його герметичність. На виступаючий кінець крана необхідно надіти гумове кільце або прив'язати кран, щоб перешкоджати випадковому висмикуванню його з корпусу воронки. У крапельну воронку можна наливати відразу не більше 10 мл бром.

1.3 Робота з металічним натрієм

Під час роботи з металевим натрієм і калієм необхідно дотримуватися особливої обережності: не допускати їх контакту з водою та галогенвмісними сполуками. Зберігати металевий натрій можна у товстостінній скляній або металевій тарі під шаром зневодненого гасу, висококиплячого інертного вуглеводню або трансформаторного мастила. Банки з натрієм мають бути поміщені у металеву баню або ящик з піском. Зверху банки закривають кришкою і накривають її фарфоровою чашкою, опуклою поверхнею догори.

Беруть металевий натрій лише пінцетом, щипцями, скальпелем або ножом і відразу ж переносять в стакан, наповнений гасом або безводним вуглеводнем. Відрізають металевий натрій на сухому білому фільтрувальному папері, притримуючи його пінцетом. Поміщають в стакан, наповнений гасом або толуолом, ксилолом. Із поверхні шматочка натрію зрізають оксидну плівку, віджимають у фільтрувальному папері від гасу і негайно вводять до реакції. Обрізки натрію поміщають в окрему банку з гасом і закривають пробкою. Всі роботи з натрієм проводять в захисних окулярах далеко від відкритих водопровідних кранів, водоструминних насосів та інших джерел води. Залишки натрію після закінчення експерименту необхідно ретельно зібрати в банку з гасом. Фільтрувальний папір, на якому різали натрій, посуд, в якому проводилися досліди з натрієм, заливають технічним етиловим або метиловим спиртом.

Абсолютно неприпустимо викидати залишки натрію у раковини та сміттєві ящики. Не рекомендується працювати з натрієм у приладах із вертикальними водяними холодильниками. Зворотні холодильники за допомогою форштоса треба ставити похило, щоб у разі недостатньої герметичності пробки в колбу не потрапляла вода, що конденсується на зовнішній поверхні холодильника.

Не можна нагрівати реакційні колби з натрієм на водяних банях. Для нагрівання користуються повітряними та пісочними банями або плитками із закритою спіраллю. Не можна використовувати натрій для осушування моно- та полігалогеналканів, карбонільних сполук, кислот, спиртів, нітросполук.

Не можна залишати шматочки натрію в порожніх колбах і склянках. Натрій, покритий білим нальотом гідроксиду та карбонату натрію, можна легко сплутати з хлоридом кальцію. Додавання води у склянку може призвести до вибуху.

1.4 Робота з токсичними речовинами

Слід бути обережним під час роботи, наприклад, з диметилсульфатом, хлорангідрідами нижчих карбонових кислот. Працювати з цими сполуками можна лише в рукавичках і у витяжній шафі. Перед роботою необхідно проконсультуватися з керівником.

Робота з ціанідами натрію і калію потребує спеціального інструктажу у керівника і експеримент необхідно проводити лише у витяжній шафі за присутності викладача.

Під час роботи з фенолами, галоген-, нітросполуками, карбонільними сполуками, неорганічними кислотами, аліфатичними галоген карбоновими кислотами треба дотримуватися усіх правил безпеки, оскільки більшість з цих речовин спричиняє подразнення шкіри та слизових оболонок. Роботу слід проводити у витяжній шафі.

1.5 Правила роботи з вогне- та вибухонебезпечними речовинами

Велика кількість реактивів, що використовують в лабораторії, проміжні продукти реакцій часто є горючими та легкозаймистими речовинами. Деякі речовини – вибухонебезпечні або разом із повітрям утворюють вибухонебезпечні суміші, здатні в певних умовах спалахувати та вибухати.

Працювати з легкозаймистими речовинами, наприклад, з ефіром, петролейним ефіром, ацетоном, сірковуглецем, бензолом та ін., не можна поряд з вогнем і увімкненими електроплитками. Не можна нагрівати легкозаймісті речовини на відкритому вогні, електроплитках, необхідно робити це в колбах, забезпечених зворотними холодильниками, на заздальгідь нагрітих водяних банях.

Легкозаймісті речовини відганяють в приладі з холодильником на водяній бані, нагрітій на віддалі від місця перегонки. Можна також відгін розчинника проводити в роторних випарниках. Не можна випарювати легкозаймісті та горючі рідини у відкритих посудинах на пальниках і плитах. Перед розбиранням приладів, у яких містяться легкозаймісті речовини, слід загасити пальники, що знаходяться поблизу.

Забороняється викидати легкозаймісті речовини в раковини, відра і ящики для сміття, адже це може стати причиною пожежі. Не можна проводити перегонку насухо, оскільки багато речовин (діетиловий ефір, діоксан) утворюють вибухонебезпечні пероксиди.

Переганяючи ефір та інші легкозаймісті речовини над металевим натрієм можна нагрівати перегінну колбу лише на піщаній бані, яка має необхідну температуру. Перед використанням у роботі потрібно перевірити наявність пероксидів в органічних розчинниках (діоксан, ефір, тетрагідрофуран та ін.).

Під час роботи з воднем необхідно пам'ятати, що суміш водню з киснем повітря є вибухонебезпечною. Тому варто пам'ятати а) необхідно перевіряти герметичність приладів, у яких проходить робота з воднем; б) після витіснення повітря з приладу за допомогою струму водню, необхідно перевірити чистоту водню. Водень, зібраний у пробірку, під час підпалювання має згоряти без вибуху.

1.6 Правила роботи під зменшеним тиском

Під час роботи з будь-якими скляними приладами, що знаходяться під вакуумом, обов'язково потрібно надягати захисні окуляри або маску. Це стосується перегонки у вакуумі, відкачування повітря з вакуум-ексикаторів, фільтрування з відсмоктуванням. У разі відкачування повітря з вакуум-ексикатора, а також під час відсмоктування осадів із застосуванням водоструминного насоса, колбу Бунзена необхідно поставити в спеціальний ящик або загорнути у рушник. Після перегонки у вакуумі не можна знімати окуляри до моменту, поки прилад не охолоне і не буде розібраний. Лише через 3–5 хв після вирівнювання тиску можна знімати окуляри.

1.7 Домедична допомога у разі нещасних випадків

Кожен, хто працює в лабораторії, повинен уміти надавати домедичну допомогу у разі нещасного випадку.

1. У разі хімічних опіків кислотами – необхідно швидко видалити кислоту з ураженого місця, промити великою кількістю проточної води, а потім – слабким розчином нейтралізуючої речовини (наприклад, 2–5 % розчином соди).

2. У разі потрапляння кислот в очі – негайно промити проточною водою, а потім – 1–3 % розчином гідрокарбонату натрію.

3. У разі хімічних опіків лугами – швидко промити місце опіку великою кількістю води, а потім слабким нейтралізуючим розчином (наприклад, 1–2 % розчином оцтової або 2 % розчином борної кислоти).

4. У разі потрапляння лугів в очі – негайно промити їх проточною водою, а потім нейтралізуючим розчином (наприклад, 1–2 % розчином борної кислоти).

5. У разі теплових опіків шкіри – очистити місце опіку від обгорілого одягу, обробити опечене місце спиртом або 5 % розчином таніну в 40 % спирті, змазати засобами від опіків або відповідним аерозолем, за їх відсутності – змочити опік розведеним розчином KMnO_4 та накласти стерильний тампон.

6. У разі потрапляння бромної води на тіло потерпілого – з метою нейтралізації використовувати 5 % розчин тіосульфату натрію.

7. У разі опіків фенолом – уражену ділянку шкіри протерти гліцерином до відновлення її природного кольору, нейтралізувати залишки слабким розчином соди та промити водою, накласти тампон, змочений гліцерином.

8. У разі отруєння газоподібними речовинами – забезпечити потерпілому свіже повітря і діяти у відповідності до правил детоксикації цих речовин.

9. У разі ураження електричним струмом – вимкнути силову електромережу або за необхідності звільнити потерпілого від дії електропроводки чи

електричних приладів, забезпечити йому цілковитий спокій та доступ свіжого повітря, а у важких випадках (припинення дихання або серцевої діяльності) – застосувати штучне дихання або непрямий масаж серця.

10. У разі порізів склом – видалити пінцетом відламки скла, промити рану 3 % розчином пероксиду водню, змазати навколо порізу 5 % розчином йоду, накласти стерильну пов'язку. Якщо кровотеча сильна – необхідно накласти джгут, прикріпивши записку із зазначенням часу його накладання.

1.8 Гасіння місцевої пожежі і одягу, що горить

У разі виникнення пожежі негайно відключити газ і електроприлади по всій лабораторії. Швидко прибрати усі горючі речовини далі від зони вогню, гасити полум'я за допомогою вуглекислотного вогнегасника, піску або протипожежної ковдри. Не слід заливати водою, бо у багатьох випадках це призводить до розтікання полум'я і розширення зони пожежі.

У випадку загоряння одягу потрібно швидко накрити його повстяною ковдрою. У жодному разі потерпілому не можна бігти, оскільки це лише підсилить процес горіння. Можна загасити одяг на собі обливанням водою або швидким перекочуванням по підлозі.

2 Основні методи роботи, виділення та очистки речовин

2.1 Лабораторне обладнання

У лабораторних умовах зазвичай використовують скляний посуд. Конструкція приладу визначається умовами здійснення процесу. Для робіт, пов'язаних із нагріванням, і робіт під вакуумом застосовують круглодонні колби. Частина приладу щільно сполучають за допомогою пробок або скляних стандартних шліфів, оскільки під час реакції не має бути витоку компонентів.

У багатьох випадках необхідне поступове додавання одного з компонентів реакційної суміші по краплях. Часто необхідно відразу ж рівномірно розподілити речовину за всім обсягом реакційної маси, що досягається перемішуванням. Прикапування проводять за допомогою крапельних воронок, вставлених на пробках або шліфах у колбу. Перемішування здійснюють механічними скляними мішалками, або мішалками з насадкою з тефлону. Якщо перемішування проводять у відкритій посудині, то мішалку пропускають через пробку з отвором, яку закріплюють в лапці штатива. Якщо перемішування здійснюється в закритій посудині, то мішалку пропускають через спеціальні затвори, які є замикаючим пристроєм. Найчастіше для мішалок використовують рідинні затвори, нижня частина яких складається з чашки для рідини з припаяною трубкою, що проходить через неї, а верхня зі скляного ковпака, сполученого пробкою з мішалкою і вставленого у нижню чашку. Як ізолюючу рідину використовують гліцерин, силіконове масло або ртуть. Мішалку сполучають за допомогою гумової трубки з валом або шківом мотора. Нагрівання реакційної суміші, як правило, проводять на банях, на електроплитах або газових горілках. Для отримання температури не вище 100 °С застосовують водяні бані. Відгін і нагрівання легкогорючих рідин, що киплять до 100 °С, також проводять на водяних банях. Якщо потрібна температура вища 100 °С, використовують масляні бані; до більш високих температур нагрівають на піщаних банях. Нагрівання і кип'ятіння розчинів проводять в круглодонних колбах, забезпечених зворотними холодильниками різних конструкцій, які служать для конденсації рідин, що випаровуються. Найбільш ефективними для таких цілей є кульковий холодильник і холодильник Діброта. Також можна користуватися холодильником Лібіха, але ефективність його у багатьох випадках недостатня. Для перегонки рідин використовують прилади з низхідним холодильником, у якому відбувається конденсація пари, що відходить. Найчастіше для цих цілей використовується холодильник Лібіха. Під час перегонки речовин, що киплять за температури вище за 150 °С, використовують повітряний холодильник, що складається з внутрішньої трубки. Щоб запобігти перегріванню рідини, в неї поміщають «кипілки». Для цієї мети використовують шматочки

битої цеглини, пористої глини, пемзи або довгі скляні капіляри, запаяні з одного кінця. Капіляр відкритим кінцем занурюється у рідину, а закритим має виступати над рідиною. Для кращого розділення речовин під час проведення перегонки використовують дефлегматори, що мають велику площу зіткнення з парами, що відходять. У дефлегматорах відбувається збагачення пари більш летким компонентом. Застосовують ялинкові дефлегматори, але значно ефективнішими є дефлегматори з насадкою з кілець Рашига, скляних намист.

2.2 Кристалізація

Кристалізацію використовують для розділення суміші твердих речовин, а також очищення їх від домішок. Для успішного очищення речовини таким способом потрібно, щоб її розчинність різко залежала від температури; розчинність речовини, що очищується у цьому розчиннику, значно відрізнялася від розчинності домішок; розчинник був індиферентний щодо очищуваної речовини.

Перед кристалізацією речовини потрібно дослідним шляхом обрати відповідний розчинник (або їх суміш) у пробірках з малою кількістю проби.

Температура кипіння розчинника повинна бути нижчою за температуру плавлення очищуваної речовини щонайменше на 10–15 °С, у іншому випадку речовина під час охолодження може виділитися у вигляді масла.

Якщо очищувана речовина під час нагрівання добре розчиняється в одному розчиннику та не кристалізується, або погано кристалізується з нього під час охолодження, а у другому не розчиняється, а самі розчинники добре змішуються, то кристалізують її із суміші цих розчинників. Рекомендується використовувати такі суміші: етилового спирту та води, етилового спирту й бензолу, бензолу та петролейного ефіру, крижаної оцтової кислоти й води, етилового спирту та діетилового ефіру, ацетону й води та ін. У цьому випадку можна використовувати завчасно підготовлену суміш розчинників, але на практиці роблять інакше – речовину розчиняють у невеликій кількості першого розчинника під час нагрівання, а потім до гарячого розчину додають інший розчинник доти, доки не з'явиться слабке помутніння. Потім суміш нагрівають до зникнення помутніння і охолоджують. Кристали чистої речовини, що випали в результаті повільної кристалізації, фільтрують та сушать до повного випарування розчинника.

Часто внаслідок адсорбції забарвлених або смолоподібних домішок під час кристалізації утворюються забарвлені речовини. Ці домішки можна видалити з розчину до кристалізації за допомогою різних адсорбентів. Так, деякі з них можна видалити з полярних розчинів активованим вугіллям, яке додають до розчину в подрібненому вигляді у кількості 3–5 % від маси речовини. Суміш з адсорбентом

кип'ятять 5–10 хвилин до знебарвлення і відразу ж фільтрують. Якщо розчин повністю не знебарвився, то оброблення повторюють ще раз або збільшують час кип'ятіння до 30–60 хвилин. Не можна додавати порошок активованого вугілля до нагрітого розчину, оскільки це призводить до бурхливого кипіння рідини, що може спричинити її викид.

Розчини речовин у неполярних розчинниках (бензол, гексан, чотирихлористий вуглець, хлороформ) очищують від забарвлених домішок за допомогою фільтрування через шар безводного оксиду алюмінію, який поміщають у воронку Бюхнера або скляний фільтр. Для зменшення втрат речовини адсорбент перед фільтруванням слід промити невеликою кількістю нагрітого чистого розчинника.

2.2.1 Перекристалізація речовин з органічного розчинника

У колбу, обладнану зворотнім холодильником та крапельною воронкою, поміщають речовину, що очищається, кипілки і розчинник в такій кількості, щоб він лише покривав речовину. Суміш нагрівають до кипіння на електроплитах із закритою спіраллю або на водяній бані.

Під час роботи з висококиплячими розчинниками колбу можна нагрівати на плиті з азбестовою сіткою. Якщо під час кип'ятіння розчину речовина повністю не розчинюється, то через крапельну воронку доливають розчинник. Якщо все ж залишається осад або нерозчинена суспензія, то отриманий киплячий розчин потрібно швидко профільтрувати через складчастий фільтр, поміщений у воронку для гарячого фільтрування. Кристали, що виділяються, знов переносять разом з фільтром у колбу, розчиняють у мінімальній кількості киплячого чистого розчинника та фільтрують, як зазначено вище. Фільтрат охолоджують холодною водою або льодом. Осад, що випав, відсмоктують за допомогою водоструминного насоса на воронці Бюхнера, яку вставляють на гумовій пробці або шліфі у склянку Бунзена або колбу Вюрца. На дно воронки Бюхнера кладуть паперовий фільтр, діаметр якого є дещо меншим, і змочують розчинником. Потім підключають водоструминний насос і присмоктують фільтр до дна воронки. Далі поступово виливають суміш у воронку, відсмоктують осад від маточного розчину.

Відключивши насос (зняттям шланга з відведення колби Бунзена або поворотом крана на запобіжній склянці), осад змочують мінімальною кількістю холодного розчинника. Обережно перемішують скляною паличкою і, підключивши насос, повторно відсмоктують розчинник.

У тих випадках, коли паперовий фільтр розчинюється у суміші, що фільтрується, замість воронки Бюхнера застосовують воронки з впаяною пористою пластинкою з грубозернистого скла (фільтр Шотта). Впаяна пластинка у воронці розрізняється за номерами залежно від міри пористості (№ 1 великопориста; № 2

середньопориста; № 3 дрібнопориста). Під час фільтрування колбу для фільтрування (склянку Бунзена або колбу Вюрца) необхідно помістити до спеціального захисного ящика або обмотати рушником. Усі горілки, що знаходяться поблизу, слід загасити, плитки з відкритим підігріванням вимкнути. Про чистоту перекристалізованої речовини судять за її температурою плавлення. У випадку заниженої температури плавлення кристалізацію повторюють ще раз за допомогою того ж або іншого розчинника.

2.2.2 Перекристалізація напівмікрокількості речовини

У плоскодонну конічну колбу на 50–100 мл вставляють без пробки невелику конічну воронку так, щоб її краї виступали над горлом колби, і наливають 3–5 мл вибраного для кристалізації розчинника. У воронку кладуть складчастий фільтр. Колбу закріплюють у лапці штатива, нагрівають над гарячою водяною або піщаною банею, при цьому воронка знизу обігрівается парами киплячого розчинника. У іншій колбі, оснащній зворотним холодильником, під час кипіння розчиняють речовину у вибраному розчиннику. Гарячий розчин речовини, яку очищують, виливають по паличці на фільтр. Воронка омивается парами киплячого розчинника, що знаходиться в ній. Як правило, за такого способу фільтрування не відбувається осадження речовини на фільтрі. Якщо на фільтрі випадає осад речовини, то його змивають невеликою кількістю киплячого розчинника. Колбу охолоджують, а осад, що випав, фільтрують з відсмоктуванням.

2.3 Возгонка (сублімація)

Деякі тверді органічні речовини під час нагрівання минають рідкий стан, переходять у пароподібний, а під час охолодження пари утворюють тверду речовину. Сублімації піддаються лише ті речовини, у яких пружність парів у твердому стані достатньо висока за температури, що нижча за їх температуру плавлення. Речовини малолеткі (що не сублімуються за атмосферного тиску або сублімуються дуже повільно) часто сублімуються під зменшеним тиском. Речовини під час сублімації слід нагрівати дуже обережно, оскільки навіть невеликий перегрів може зумовити швидке обвуглювання речовини. Сублімація не є універсальним методом очищення для всіх речовин, але для очищення хінонів, багатоядерних вуглеводнів, органічних кислот і деяких інших сполук цей метод дає чудові результати.

2.4 Перегонка

Перегонка широко застосовується для очищення та виділення органічних сполук. Цей метод використовується не лише для рідких, але і для твердих (термічно стійкі). При розгоні суміші рідин, що відрізняються температурою кипіння, парова фаза, що утворюється, містить більшу кількість низькокиплячого компонента, ніж рідка фаза. При конденсації цієї пари у приймачі збирається рідина, збагачена низькокиплячою фракцією. Деякі сполуки в певних співвідношеннях утворюють азеотропні суміші, при перегонці яких склад пари не відрізняється від складу рідини. Такі суміші переганяються при однаковій температурі, як індивідуальна речовина. Можна проводити просту і фракційну перегонку. За умови простої перегонки дистилат розділяють на фракції, що відрізняються за температурами кипіння.

Виділяють три основні види перегонки: а) за атмосферного тиску; б) за зменшеного тиску, тобто у вакуумі; в) з водяною парою.

2.4.1 Перегонка за атмосферного тиску. Проста перегонка

Просту перегонку застосовують для перегонки індивідуальної рідини, для відгонки речовини від нелетких компонентів, під час розгону тих рідин, що значно відрізняються одна від одної за температурами кипіння. Температури кипіння речовини залежить від атмосферного тиску. Зниження тиску на 10 мм рт. ст. призводить до зменшення температури кипіння приблизно на 0,5 °С (порівняно з температурою кипіння за 760 мм рт. ст.).

Прилад для простої перегонки складається з круглодонної колби, холодильника, алонжа, приймача, переходу Вюрца та термометра (рис. 2.1)

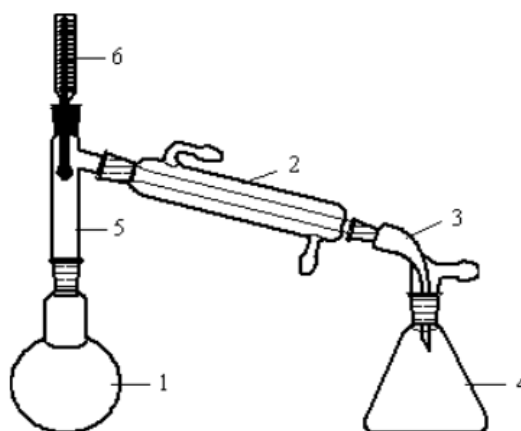


Рис. 2.1 – Прилад для простої перегонки рідких речовин: 1 – колба для перегонки, 2 – холодильник, 3 – алонж, 4 – приймач, 5 – перехід Вюрца, 6 – термометр.

Термометр, який показує температуру пари рідини, вставляють у перехід так, щоб кулька з ртуттю була на 0,5 см нижче отвору відвідної трубки та щоб її повністю омивали відхідні пари.

До переходу Вюрца приєднують холодильник, який служить для конденсації пари рідини та відведення її в приймач. Такий холодильник називається низхідним. Найчастіше застосовують холодильник Лібіха. Водяне охолодження в ньому застосовують під час перегонки рідин, що киплять до температури 120–130 °С, а під час перегонки речовин з температурою кипіння 120–160 °С охолодження проводять непроточною водою або холодильником без води. Для перегонки речовин з температурою кипіння 160 °С і вище використовують повітряний холодильник.

У якості приймача може бути використана будь-яка плоскодонна колба.

Колбу заповнюють перегінною рідиною не більше ніж на $\frac{3}{5}$ її об'єму. Розганяючи розчин, що містить великий об'єм розчинника, у колбу вставляють крапельну лійку, через яку доливають розчин.

Перед початком перегонки в колбі розміщують декілька «кипілок» (шматки битої цегли, пемзи, відходи від виробництва фаянсу – неглазуровані обпалені тарілки та ін.). Під час нагрівання рідини з «кипілками» рівномірно дрібними бульбашками виділяється повітря і це забезпечує рівномірне кипіння. Використовувати «кипілки» можна тільки один раз, оскільки під час охолодження вони заповнюються рідиною.

Перш ніж розпочати перегонку, треба перевірити, чи сполучається внутрішній об'єм приладу з атмосферою, інакше відбудеться вибух.

Речовину не можна відганяти насухо. Перегонку припиняють, коли в перегінній колбі залишиться близько 3–4 мл рідини.

Чиста речовина зазвичай переганяється у вузькому температурному інтервалі 1–2 °С, тоді як забруднена летючими домішками переганяється у широкому, нечітко вираженому інтервалі.

Потрібно мати на увазі, що майже усі органічні речовини горючі. Особливої уваги та обережності вимагає робота з легкозаймистими рідинами (ЛЗР). Відповідно до міжнародних рекомендацій до них належать горючі рідини з температурою займання, що не перевищує 61 °С у закритому тиглі або 66 °С у відкритому. Температурою займання називають мінімальну температуру, за якої в умовах визначення в спеціальному приладі над поверхнею горючої рідини утворюються пари, які можуть зайнятися в повітрі від стороннього джерела запалювання (іскра, відкрите полум'я, нагрітий предмет тощо). Знання цього параметра дозволяє орієнтуватися, за яких температурних умов горюча рідина у відкритому посуді стає вогненебезпечною.

Легкозаймісті рідини поділяють на три групи:

Перша група – особливо небезпечні ЛЗР з температурою займання від $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ і нижче у закритому тиглі або від $13\text{ }^{\circ}\text{C}$ і нижче у відкритому тиглі. Серед таких речовин – діетиловий ефір, тетрагідрофуран, ацетон та інші.

Друга група – стало небезпечні ЛЗР з температурою займання в інтервалі $-18\text{ }^{\circ}\text{C} \div 23\text{ }^{\circ}\text{C}$ у закритому тиглі або в інтервалі $-13\text{ }^{\circ}\text{C} \div 27\text{ }^{\circ}\text{C}$ у відкритому. До цієї групи належить більшість органічних розчинників (бензол, етилацетат, спирт тощо), що широко використовуються.

Третя група – небезпечні за підвищеної температури повітря ЛЗР з температурою займання від $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $61\text{ }^{\circ}\text{C}$ у закритому тиглі або в інтервалі $27 \div 66\text{ }^{\circ}\text{C}$ у відкритому.

Окрім температури займання для характеристики пожежонебезпечності органічної речовини використовують також значення температури самозаймання – мінімальної температури, за якої виникає горіння речовини без участі стороннього джерела займання.

2.4.2 Дробна (фракційна) перегонка

Дробну (або фракційну) перегонку застосовують для виділення в чистому вигляді компонентів суміші рідин, що відрізняються за температурами кипіння і не створюють один з одним азеотропних сумішей.

Під час дистиляції суміші двох речовин для одержання більш-менш чистої речовини, необхідно дистилює, який відганяють, розділити за температурами кипіння на декілька фракцій, а для одержаних фракцій використати дробну перегонку. Зазвичай збирають три фракції. Залежно від природи компонентів та їх властивостей прилад нагрівають на водяній бані, електроплитці або за допомогою газової горілки на азбестовій сітці.

2.4.3 Перегонка з водяною парою

Якщо висококипляча речовина розкладається за температури кипіння або забруднена смолянистими домішками, то гарні результати дає очищення органічної речовини перегонкою з водяною парою.

Перегонку з водяною парою застосовують для рідких і твердих речовин, малорозчинних і зі значною пружністю пари за температури кипіння води. При цьому в умовах атмосферного тиску та температури приблизно $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ перегається разом з водою висококиплячий компонент, оскільки суміш води й речовини, що не змішується з нею, закипає, коли сума величин парціального тиску

пари води та речовини дорівнюватиме атмосферному тиску. Перегонку з водяною парою можна проводити тільки для розділення сумішей речовин, з яких тільки одна – летюча з парою.

Зазвичай пароутворювачі виготовляють із металу («паровики»), вони мають водомірне скло і запобіжну трубку. Але як пароутворювач можна використати колбу Вюрца, круглодонну, або плоскодонну колбу великої місткості, забезпечену запобіжною трубкою, що доходить майже до дна, та трубкою для відводу пари, які проходять через гумову пробку. Через запобіжну трубку (висотою близько 0,7 м) під час охолодження може поступати повітря, а також може відходити вода, якщо у системі збільшився тиск (закупорка системи та ін.). Перегінну колбу слід закріплювати похило (рис. 2.2), щоб бризки рідини не потрапляли через паровідвідну трубку в холодильник. Речовину, яку очищують, поміщають з невеликою кількістю води у перегінну колбу, яку щільно закривають гумовою пробкою з двома сполученими трубками, одна через трійник з пароутворювачем, а друга, та що доходить майже до дна колби, з холодильником. Коли вода у пароутворювачі закипить, трійник закривають за допомогою гвинтового затискача і пара надходить через паровідвідну трубку до перегінної колби, що містить перегінну речовину. Щоб пари води не конденсувалися у колбі, її слід злегка нагрівати (на водяній бані, на електроплитці із закритою спіраллю або за допомогою газового пальника на азбестовій сітці – залежно від властивостей суміші, що перебуває у перегінній колбі). Під час перегонки твердих речовин часто спостерігають твердіння конденсату в холодильнику, при цьому виникає загроза закупорки системи й виникнення аварійної ситуації.

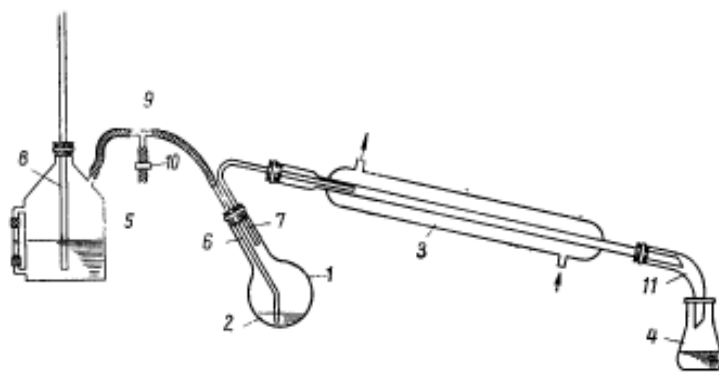


Рис. 2.2 – Прилад для перегонки з водяною парою: 1 – круглодонна колба с витягнутим горлом; 2 – речовина та вода; 3 – холодильник; 4 – приймач; 5 – пароутворювач; 6 – трубка, по якій йде пара; 7 – паровідвідна трубка; 8 – запобіжна трубка; 9 – трійник; 10 – затискач; 11 – алонж.

У цьому випадку припиняють подавати воду в холодильник. Пара, що надходить через холодильник, нагріває його, при цьому розплавляється затверділа речовина. Після цього подачу води до холодильника відновлюють, але цю операцію необхідно проводити дуже обережно, оскільки від різкого перепаду температур холодильник може тріснути.

Перегонку проводять доти, поки проба дистиляту під час охолодження не почне розділятися на дві фази. Щойно почне переганятися чиста вода, відкривають затиск на трійнику та припиняють нагрівання пароутворювача.

2.5 Хроматографія

Хроматографія – один із методів розділення, аналізу та фізико-хімічного дослідження речовин, зокрема органічних. Метод широко використовують, тому що він дозволяє досить легко й економно ідентифікувати органічні речовини і перевірити їх на чистоту. Хроматографія ґрунтується на відмінності швидкостей та характеру руху концентраційних зон різних органічних речовин, що перебувають у рухомій фазі (елюенті) по шару нерухомої фази, яка виявляє щодо елюенту й органічних речовин сорбційні властивості (сорбент).

Рухома фаза залежно від агрегатного стану може бути газова (використовують інертні гази) або рідинна (використовують майже усі органічні розчинники, що хімічно не взаємодіють з поверхнею сорбенту), а тому розрізняють газову та рідинну хроматографію. Нерухома фаза може бути в тонкому плоскому шарі (хроматографія на папері; тонкошарова хроматографія – в незакріпленому шарі сорбенту, в закріпленому шарі сорбенту або за типом підкладки – на склі, на алюмінієвій фользі та ін.), а також у колонці (скляній або з іншого матеріалу).

Для органічної речовини або групи досліджуваних компонентів суміші (в разі розділення) ліпше підходить своя комбінація рухомої та нерухомої фази. Як сорбент використовують неорганічні матеріали (силікагель, оксид алюмінію, активоване вугілля та ін.), органічні полімерні матеріали природного (целюлоза та її модифікати) або синтетичного (поліаміди, лавсан та інші полімерні смоли) походження. Сорбент повинен мати на своїй поверхні рівномірний та однорідний розподіл активних центрів, за рахунок яких і відбувається сорбція. Поверхня сорбенту може бути модифікованою шляхом нанесення добре сорбованої речовини або шляхом хімічної взаємодії різних реагентів із його поверхнею, що дозволяє значно розширити діапазон можливостей хроматографії.

У лабораторіях органічного синтезу найчастіше використовують рідинну хроматографію (на папері, у закріпленому або незакріпленому тонкому шарі або колонкову). Хроматографія на папері належить до мікрометодів, її здебільшого

використовують для аналітичних цілей. Як нерухому фазу використовують спеціальний фільтрувальний папір, що має рівномірну структуру та високу чистоту – чисту целюлозу. Хроматографію на папері здійснюють у закритій посудині (ексикаторі, кристалізаторі, в закритих склянках із зашліфованими вінцями та ін.). Хроматографію в тонкому шарі використовують для аналізу й ідентифікації, іноді й для напівмікрокількісного виділення. Її виконують на спеціальних пластинках (скляних, алюмінієвих та ін.) з незакріпленим шаром сорбенту (найчастіше використовують для виділення невеликих кількостей органічної речовини, при цьому нерухомою фазою є оксид алюмінію або силікагель) чи із закріпленим шаром сорбенту на алюмінієвій підкладці (наприклад, «Silufol» – силікагель, закріплений крохмалем на алюмінієвій підкладці).

2.5.1 Адсорбційна хроматографія

Для адсорбційної хроматографії застосовують як полярні, так і неполярні тверді адсорбенти. Неполярними адсорбентами є активоване вугілля, деякі смоли, а полярними – оксид заліза(III) Fe_2O_3 , оксид магнію, сульфат магнію, карбонат магнію, гідроксид і оксид кальцію. Більш використовуваними є активований оксид алюмінію, який застосовують для розділення нейтральних і основних розчинів, і силікагель для хроматографії кислих розчинів.

Оксид алюмінію залежно від кількості адсорбованої води володіє різною адсорбційною здатністю: чим більше води міститься в оксиді алюмінію, тим менша його активність, що визначається за шкалою Брокмана. Збільшення полярності органічної сполуки сприяє адсорбуванню її на полярному сорбенті: галогенпохідні вуглеводів < прості ефіри < третинні аміни, нітросполуки, складні ефіри < кетони, альдегіди < первинні аміни < амідні кислот < спирти < карбонові кислоти. Чим більш полярною є адсорбована речовина (порівняно з використовуваною речовиною), тим міцніше вона пов'язана з адсорбентом. Органічні сполуки, адсорбовані на сорбенті, витісняються лише таким розчинником, у якого спорідненість до сорбенту більша, ніж в адсорбованої речовини. Розчинники можна розмістити в ряд з урахуванням здатності витіснити речовину з адсорбенту: петролейний ефір < циклогексан < чотирихлористий вуглець < бензол < хлороформ < діетиловий ефір, ацетат < ацетон < етанол < вода < оцтова кислота < піридин. Найчастіше застосовують методи колонкової адсорбційно-елюційної хроматографії і хроматографії у тонкому шарі.

2.5.2 Розподільна хроматографія

Розділення компонентів суміші за умови розподільної хроматографії проводиться з використанням двох рідин, що не змішуються, в яких компонент суміші розчиняється і розподіляється між ними відповідно до коефіцієнтів розподілу. Одна з фаз є нерухомою і знаходиться в порах твердого носія. Рухлива фаза просуває компоненти суміші по твердій фазі. Нерухомою фазою має бути речовина більш полярна, ніж розчинник, що є рухливою фазою. Інакше під час хроматографування станеться витіснення ним нерухомої фази з пор носія. Твердим носієм є папір і силікагель, а полярною нерухомою фазою є вода, сорбована на папері або додана до силікагелю. Найчастіше використовують розподільну колонкову хроматографію, хроматографію на папері та тонкошарову хроматографію.

2.5.3 Паперова радикальна хроматографія

Хроматографію на папері проводять на спеціальному фільтрувальному папері високої чистоти та дуже рівномірної щільності. У деяких випадках папір заздалегідь обробляють оцтовим ангідридом. Тоді відбувається ацилювання глюкози та утворюються складноєфірні групи, що веде до зміни адсорбційних властивостей паперу і поліпшення хроматографічного розділення для деяких класів сполук. Вода, що постійно присутня у папері, є нерухомою фазою, а рухомою фазою частіше слугують різні розчинники або їх суміші, іноді насичені парами води.

Простий прилад для отримання радикальних хроматограм складається з двох складених разом чашок Петрі однакового діаметра. У одну з них наливають розчинник, на чашку кладуть хроматограму та зверху накривають другою чашкою. Хроматографія здійснюється на круглому хроматографічному папері діаметром 8–15 см. З центра круга проводять коло радіусом 1,5–2 см, на яке наносять окремими капілярами краплі розчинів «свідків» і краплю досліджуваної рідини. Краплі наносять на відстань 1–1,5 см одна від одної. У центрі круга роблять невеликий отвір, у який вставляють фільтр з фільтрувального паперу дещо менший, ніж висота чашки. Діаметр хроматограм має бути на 0,5–1 см більше діаметра чашок. У чашку наливають розчинник (елюент) на 1/5 її висоти. Потім на цю чашку кладуть хроматограму, стежачи за тим, щоб вона була в розчиннику, і зверху накривають іншою чашкою. Розчинник радіально просувається по хроматограмі. Коли розчинник дійде майже до кінця диска, її виймають. Якщо речовини забарвлені, то зони окремих компонентів спостерігаються у вигляді плям. Якщо речовини безбарвні, то хроматограму висушують, оброблюють розчином, що дає кольорову реакцію з досліджуваною речовиною. Після висушування визначають функцію R_f (чинник уповільнення) компонентів суміші та «свідків».

2.5.4 Тонкошарова хроматографія

Тонкошарова хроматографія є ефективним методом для розділення малих кількостей речовин на невеликому шарі адсорбенту та за короткий час. Хроматографію можна проводити у закріпленому та незакріпленому шарі адсорбенту. Як адсорбент для приготування закріплених шарів застосовують оксиди магнію, алюмінію, кальцію, карбонат магнію, силікагель в суміші зі зв'язуючими компонентами, такими як сульфат кальцію, рисовий крохмаль і вода. Для приготування хроматографічної пластинки із закріпленим шаром адсорбенту на скляну пластинку (9 × 12 см, 13 × 7 см) наносять суміш адсорбенту із зв'язуючою речовиною (5 % від маси адсорбенту) і водою у вигляді кашки. Спеціальним валиком суміш рівномірно розкочують шаром завтовшки 2 мм. Потім пластинку висушують за 110–120 °С. Після висушування на пластинці не повинно бути тріщин. Під час роботи у тонкому незакріпленому шарі як адсорбенти здебільшого використовують головним чином оксид алюмінію і силікагель. Для приготування тонкого, незакріпленого шару застосовують такі ж скляні пластинки. На пластинку насилають шар адсорбенту та рівномірно розрівнюють його валиком, злегка притискаючи до скла і знімаючи при цьому надлишок адсорбенту. Валик можна зробити зі скляної палички діаметром 8–10 мм і з довжиною дещо більшою за ширину пластинки. На кінці палички надівають кухлі (завдовжки до 1 см) з каучукової трубки або полівінілхлориду такої товщини, щоб після накопчення адсорбенту утворився шар до 1 мм. Кухлі повинні знаходитися на такій відстані від кінця трубки, щоб після проведення валиком по пластинці, з обох її сторін залишалися вільні від адсорбенту смуги. Можна зробити валик металевий з потовщеними кінцями, причому він повинен накладатися на пластинку. Для закріплення пластинки під час нанесення адсорбенту зручно мати спеціальний станок.

На пластинці з адсорбентом на відстані 1,5–2 см від її краю натягнутою ниткою або дротом проводять поперечну лінію (лінія старту) паралельно нижньому краю пластинки. На неї капіляром наносять краплі розчинів досліджуваних речовин на відстані 1,5–2 см один від одного. На одну краплю можна наносити до 50 мкг речовини. Після нанесення зразка на сорбент розчинники дають випаруватися і пластинку встановлюють в похилому положенні в кюветі, на дно якої налитий елюент шаром 1–1,5 см. Кут нахилу може бути не більш 20–30°, інакше сорбент обсипається з пластинки. Рівень елюенту в кюветі повинен бути нижче за стартову лінію. Потім кювету щільно закривають кришкою, щоб не порушилося співвідношення розчинників (за умови використання суміші) за рахунок випару.



Тонкошарова хроматографія чорних

Коли розчинник піднімається майже до верху пластинки, її виймають і відзначають положення фронту розчинника. У разі хроматографування безбарвних речовин, після закінчення процесу, пластинку висушують в атмосфері речовини, що легко адсорбується. При цьому чистий сорбент на пластинці забарвлюється, а плями речовини залишаються безбарвними. Інколи за такого прояві хроматограми забарвлюються як сорбент, так і речовини, але інтенсивність забарвлення різна. Проявником можуть бути пари йоду. Перш ніж поміщати пластинку в посуд з проявником, необхідно, щоб розчинник на пластинці випарувався. Інакше йод розчинюється на пластинці і порушується відмінність в адсорбції. Пластинку поміщають у посуд з кристалічним йодом на 5–10 хв. Потім пластинку виймають і залишають на повітрі для випарювання надлишку йоду. Поступово з'являються контури плям речовин.

3 Визначення основних фізичних констант органічних речовин

Для кожної органічної речовини характерні певні фізичні властивості. Найлегше визначається температура кипіння і плавлення, показник променезаломлення, густина. Усі ці властивості можуть бути критерієм чистої речовини. Перераховані властивості речовини є її константами. Речовину можна вважати чистою, якщо її константи не змінюються у разі повторної очистки.

3.1 Визначення температури топлення (плавлення)

Для твердої речовини температура плавлення є її характерною константою. Чиста речовина плавиться у дуже вузькому температурному інтервалі – від десятих градуса до одного градуса. Присутність у речовині домішок знижує температуру плавлення. Крім того збільшується і температурний інтервал плавлення. Цими властивостями користуються для встановлення ідентичності двох речовин (якщо одна з речовин відома). Змішують рівні кількості двох речовин (змішана проба) і визначають температуру плавлення суміші. Якщо температура плавлення суміші не зміниться порівняно з температурою плавлення кожного компонента, то роблять висновок про ідентичність двох речовин. Якщо температура плавлення змішаної проби нижча за температуру плавлення вихідних компонентів (депресія температури плавлення), то в суміші присутні дві різні речовини. Проте треба мати на увазі, що ізоморфні сполуки навіть відмінні за своєю хімічною будовою не виявляють депресії температури плавлення.

Визначають температуру плавлення в скляному капілярі з внутрішнім діаметром 1 мм і висотою 40–50 мм. На годинниковому склі подрібнюють перекристалізовану речовину за допомогою цвяха або скляної палички. Відкритий кінець капіляра опускають у речовину. Щоб перемістити речовину на дно капіляра та щільно утрамбувати його, капіляр з речовиною кілька разів кидають запаяним кінцем вниз через скляну трубку завдовжки 50–70 см, що поставлена вертикально на скло. Таким чином щільно набивають речовину стовпчиком заввишки 0,3–0,5 см.

Визначають температуру плавлення у приладі з подвійними стінками. Прилад складається з довгогорлої круглodonної колби та вставленої в неї широкої пробірки, куди поміщається термометр з капіляром. У довгогорлу круглodonну колбу наливають сірчану кислоту, силіконове масло, дибутилфталат або гліцерин. Прилади, що містять вищезгадані рідини можна нагрівати до температури 250 °С.

Капіляр закріплюють на термометрі гумовим кільцем або проволокою. Кінець капіляра має бути на рівні або трохи вище за кульку термометра. Потім закріплюють термометр з капіляром у горлі пробірки з вирізом. Внутрішній простір колби повинен сполучатися з атмосферою. Під час визначення температури плавлення у приладах, що містять рідини, обов'язково надівати захисні окуляри або маску.

3.2 Визначення температури кипіння

Температура кипіння є найважливішою константою рідкої речовини. Для визначення температури кипіння рідину переганяють у відповідному приладі. Чим речовина чистіша, тим вужчий інтервал температур початку та кінця перегонки. Індивідуальна речовина википає у вузькому температурному інтервалі 0,5–1 °С. Температура кипіння є функцією тиску, тобто відхилення від нормального тиску впливає на величину температури кипіння, тому необхідно враховувати тиск.

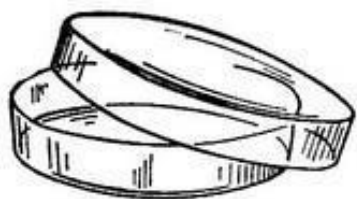
Під час перегонки висококиплячих речовин інколи потрібно вводити поправку до знайденої величини температури кипіння. Якщо під час перегонки не весь ртутний стовпчик термометра знаходиться у парах рідини, а виступає назовні, постійно охолоджується зовнішнім повітрям, то це призводить до заниження результатів. Помилка може складати 6–10 °С за 250 °С. Цю похибку можна ліквідувати «поправкою на виступаючий стовпчик ртуті». Поправка до знайденої у досліді температури кипіння обчислюється за формулою

$$\Delta t = kn(t_1 - t_2),$$

де k – коефіцієнт лінійного розширення ртуті у склі (0,000158 від 0 до 150 °С);
 n – довжина виступаючого стовпчика ртуті, що не нагрівається парами рідини; t_1 – температура, що показує термометр, t_2 – середня температура виступаючого стовпчика.

Температура t_2 визначається допоміжним термометром, кулька якого щільно прилягає до основного термометра, посередині виступаючого стовпчика.

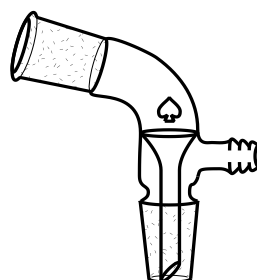
4 Атлас хімічного посуду



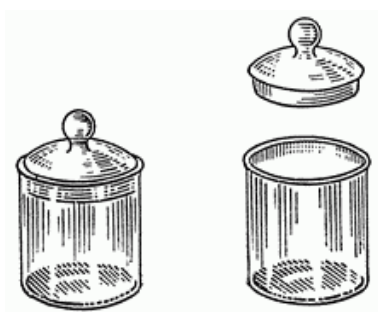
Чашка Петрі

Якір для магнітної мішалки
(перемішуючий елемент)

Крапельниця



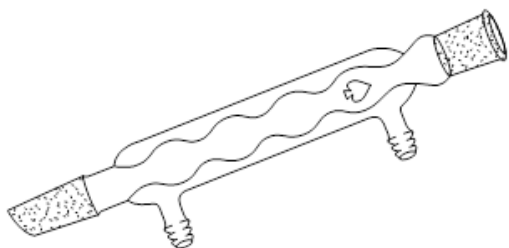
Алонж



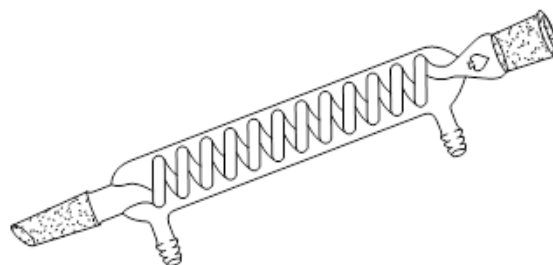
Бюкси

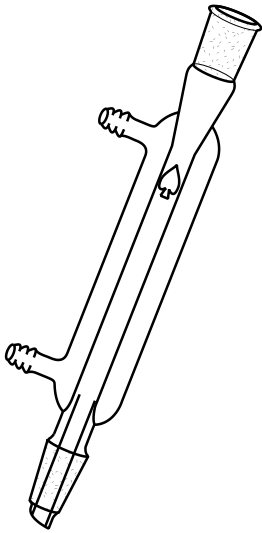


Воронка

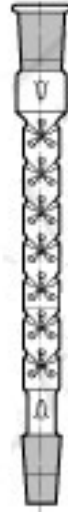


Кульковий зворотний холодильник

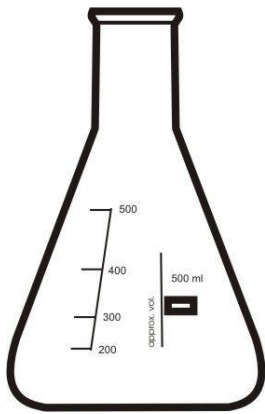
Змієвиковий зворотний
холодильник



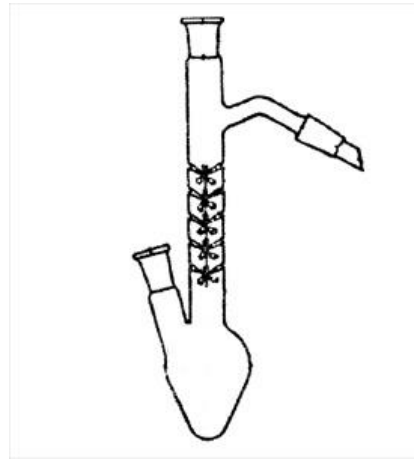
Холодильник Лібіха



Дефлегматор



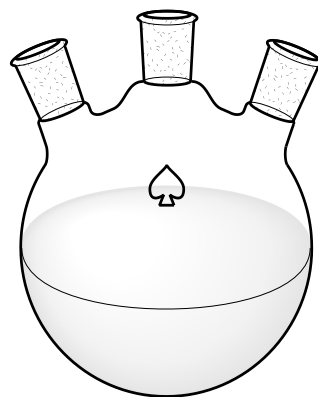
Колба конічна (колба Ерленмейера)



Колба Фаворського



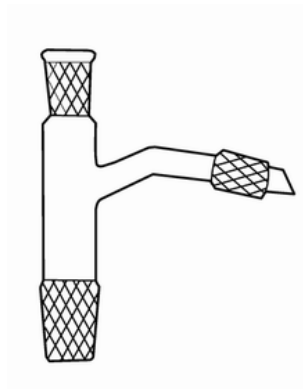
Круглодонна колба



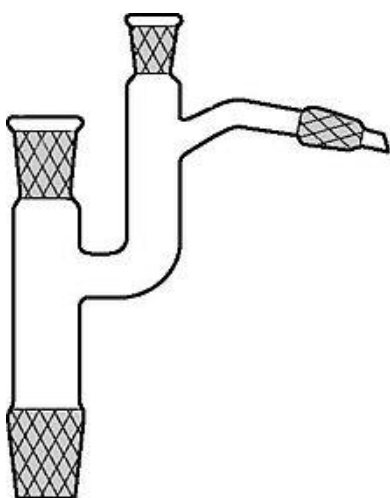
Круглодонна трьохгорла колба



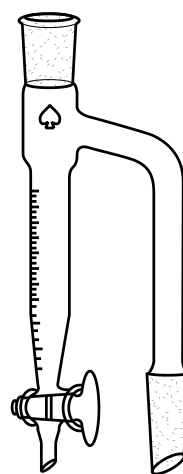
Мірна пробірка



Насадка Вюрца



Насадка Кляйзена

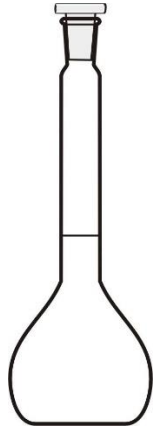


Насадка Діна-Старка



Хімічний стакан

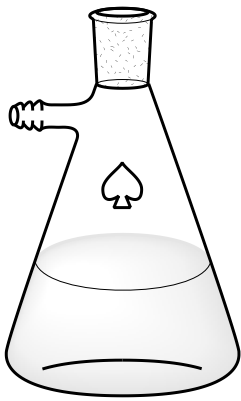
Прилад Ландольта
(«реакційна пробірка Оствальда»)



Мірна колба



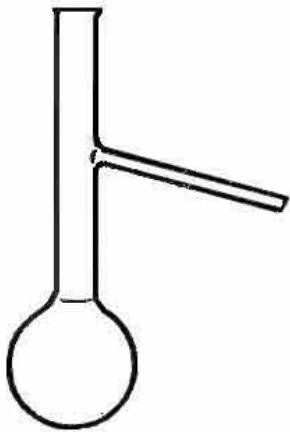
Воронка Бюхнера



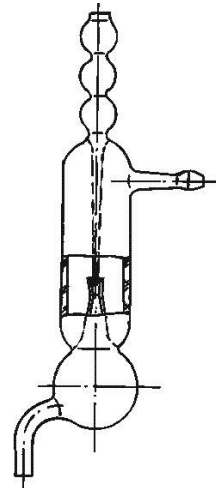
Колба Бунзена



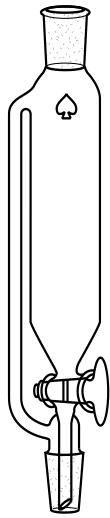
Фільтр Шотта



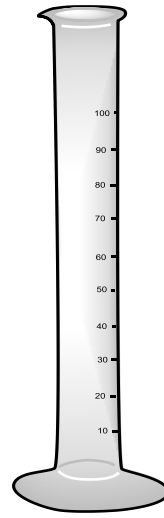
Колба Вюрца



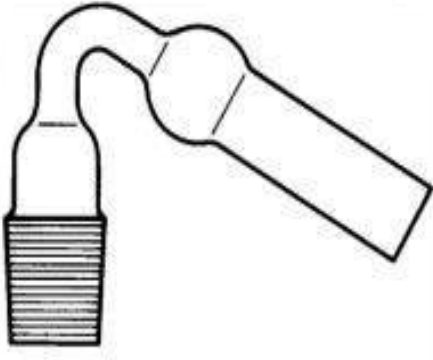
Водоструминна помпа



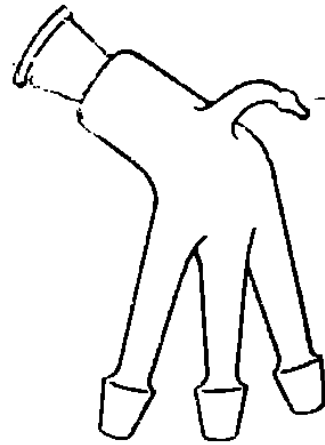
Крапельна воронка



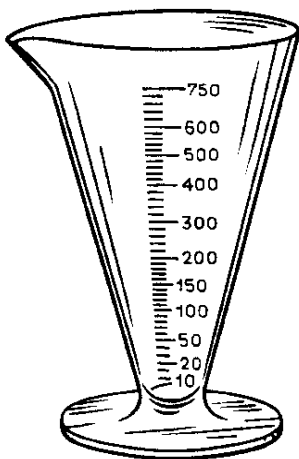
Мірний циліндр



Хлоркальцева трубка



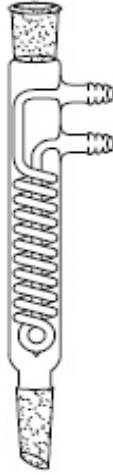
Насадка «павук»



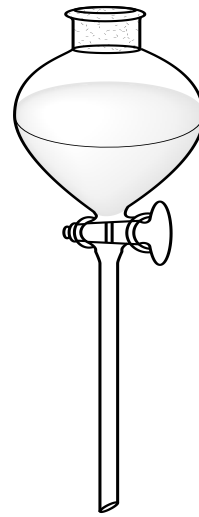
Мензурка



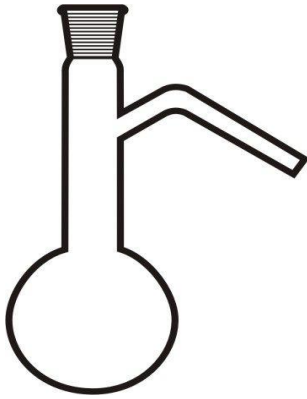
Колба Кьельдаля



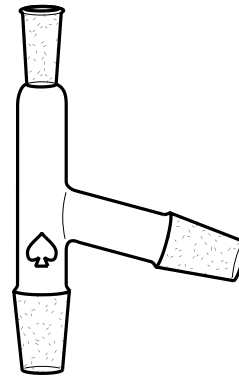
Холодильник Дімрота



Ділильна воронка конічна



Колба Вюрца



Форштос

Виготовлення фільтра



Виготовлення складчастого фільтра



5 Методики очистки органічних сполук

5.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

Очистка органічної сполуки перекристалізацією з розчинника

Реактиви: аскорбінова кислота – 3 г (сульфанілова кислота 2 г, або саліцилова кислота 2 г, або п-нітроанілін 2 г), дистильована вода.

Посуд: хімічний стакан на 100 мл – 2, воронка – 1 шт, кристалізатор – 1 шт., скляна паличка – 1 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт., чашка Петрі – 1 шт.

Обладнання: електроплитка – 1 шт., водоструминний насос – 1 шт., лабораторний штатив – 1 шт., затискач – 1 шт., кільце – 1 шт., шпатель – 1 шт., кип'ятильні камінці, фільтрувальний папір.

Хід роботи

1. Зважують необхідну кількість речовини та переносять її до стакана для кристалізації.



Рис. 5.1 – Прилад для перекристалізації органічної речовини з неорганічного розчинника

2. Розчиняють її у мінімальній кількості киплячого розчинника (води). Якщо речовина повністю не розчиняється, то кип'ятять з активованим вугіллям протягом 5–7 хвилин, та фільтруємо гарячий розчин.
3. Охолоджують отриману суміш спочатку на повітрі, а потім у крижаній воді.
4. Розчин фільтрують крізь складчастий фільтр у чистий стакан.
5. Висушують отриману речовину до постійної ваги.
6. Зважують, визначають температуру топлення та порівнюють з літературними даними.

7. Розраховують вихід (у відсотках):

$$\frac{m \text{ (г)} - 100 \%}{A - x}$$

8. Речовину переносять до пробірки, підписують та здають, отримавши підпис лаборанта в журналі про виконану лабораторну роботу. [1]

5.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

Очистка органічної сполуки перекристалізацією з органічного розчинника

Реактиви: органічна речовина – 2 г, дистильована вода.

Посуд: круглодонна колба – 1 шт., кульковий холодильник – 1 шт., форштос – 1 шт., крапельна воронка – 1 шт., хімічний стакан – 1 шт., воронка – 1 шт., кристалізатор – 1 шт., скляна паличка – 1 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт., чашка Петрі – 1 шт.

Обладнання: електроплитка – 1 шт., водострумний насос – 1 шт., лабораторний штатив – 1 шт., затискач – 1 шт., кільце – 1 шт., шпатель – 1 шт., кип'ятильні камінці, фільтрувальний папір.

Хід роботи

1. Зважують 2 г речовини, переносять її до колби для кристалізації.



Рис. 5.2 – Прилад для перекристалізації органічної речовини з органічного розчинника

2. Розчиняють речовину у мінімальній кількості киплячого розчинника в колбі зі зворотним холодильником, якщо речовина повністю не розчиняється, то кип'ять з активованим вугіллям протягом 5–7 хвилин, та фільтрують гарячий розчин.
3. Гарячий розчин фільтрують крізь складчастий фільтр у чистий стакан.
4. Охолоджують вміст спочатку на повітрі, а потім у крижаній воді.
5. Відфільтровують на воронці Бюхнера кристали, що утворилися.
6. Висушують отриману речовину до постійної ваги.
7. Зважують, визначаємо температуру топлення та порівнюємо з літературними даними.
8. Розраховують вихід (у відсотках):

$$\frac{m}{A - x} \cdot 100 \%$$

9. Речовину переносять до пробірки, підписують та здають, отримавши підпис лаборанта в журналі про виконану лабораторну роботу. [2]

5.3 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

Очистка бензойної кислоти методом сублімації (возгонки)

Реактиви: бензойна кислота – 1 г

Посуд: хімічний стакан на 100 мл, воронка – 1 шт., скляна паличка – 1 шт., фарфорова чашка – 1 шт.

Обладнання: електроплитка – 1 шт.

Хід роботи

1. Зважують 1 г неочищеної речовини та вносять її у порцелянову чашку, яка накрита конічною воронкою дещо меншого діаметра, ніж чашка.
2. Між воронкою та фарфоровою чашкою поміщають паперовий фільтр з великою кількістю отворів, щоб сублімат не потрапив знову до чашки.
3. Носик воронки закривають ватою, закріплюють у лапці штатива.
4. Нагрівальний прилад не повинен торкатись дна чашки з речовиною, яка розташовується на відстані 3–4 см від нього.
5. Сублімація повинна проходити повільно, тому наліт речовини на стінках воронки з'являється тільки через 15–20 хв.
6. Із закінченням сублімації вимикають нагрівальний прилад та охолоджують установку до кімнатної температури.



Рис. 5.3 – Прилад для сублимації (возгонки) органічної речовини

7. Отриманий продукт зважують, визначають температуру топлення та порівнюють її з літературною.
8. Розраховують вихід (у відсотках)

$$\frac{m}{A - x} \cdot 100 \%$$

9. Речовину переносять до банки, підписують та здають, отримавши підпис лаборанта в журналі про виконану лабораторну роботу. [3]

5.4 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Хроматографічне розділення суміші ізомерних нітроанілінів методом тонкошарової хроматографії

Реактиви: 1 % бензольні розчини: *o*-нітроаніліну, *m*-нітроаніліну та *n*-нітроаніліну, а також контрольний розчин – невідома речовина, яку потрібно визначити.

Хід роботи

Роботу проводити на шарі силікагелю. Елюентом для розділення ізомерних нітроанілінів на силікагелі є суміш бензолу з етилацетатом.

На пластинці з адсорбентом на відстані 1–1,5 см від її краю проводять олівцем поперечну лінію (лінія старту) паралельно нижньому краю пластинки. На неї капілярами наносять краплі розчинів досліджуваних речовин на відстані 0,5–1 см

один від одного. На одну краплю можна наносити до 50 мкг речовини. Після нанесення зразка на сорбент розчинника дають випаруватися і пластинку установлюють в похилому положенні в банці, на дно якої налитий елюент шаром 1–1,5 см. Кут нахилу може бути не більше 20–30°, інакше сорбент обсипається з пластинки. Рівень елюенту в банці повинен бути нижче за стартову лінію. Потім банку щільно закривають кришкою, щоб не порушувалося співвідношення розчинників (за умови використання суміші) за рахунок випару. Коли розчинник піднімається майже до верху пластинки, її виймають і зазначають положення фронту розчинника. Потім пластинку виймають і залишають на повітрі для випарювання розчинника. Поступово з'являються контури плям речовин.

Розрахунки:

Сорбційні властивості хроматографії характеризуються рухливістю, тобто величиною R_f , яка розраховується з експериментальних даних за рівнянням для кожної сполуки:

$$R_f = X_i / X_f$$

де X_i – відстань від стартової лінії до центру зони i -го компонента; X_f – відстань, яку пройшов за цей час розчинник.

5.5 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

Перегонка органічного розчинника за атмосферного тиску

Реактиви: органічний розчинник – 50 мл

Посуд: круглодонна колба – 2 шт., холодильник Лібіха – 1 шт., насадка Вюрца – 1 шт., алонж – 1 шт., термометр.

Обладнання: колбонагрівач – 1 шт., лабораторний штатив – 2 шт., кільце – 1 шт., затискач – 2 шт., кипілки.

Хід роботи

1. Збирають установку, що складається з колби для перегонки, насадки Вюрца, алонжа, холодильника Лібіха, приймача та термометра.
2. У колбу для перегонки влити 50 мл суміші з сухого циліндра, додають кипілки.
3. Підключають холодильник, нагрівальний прилад та починають перегонку.
4. Відбирають «передгон» до встановлення постійної температури перегонки, потім збирають фракцію після встановлення постійної температури.
5. Вимірюють об'єми фракції та визначають густину розчину.

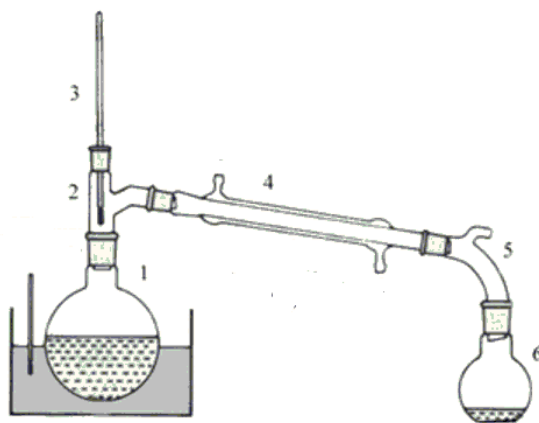


Рис. 5.4 – Прилад для перегонки рідких речовин: 1 – колба для перегонки, 2 – насадка Вюрца, 3 – термометр, 4 – холодильник, 5 – алонж, 6 – колба-приймач.

6. Розраховують вихід (у відсотках), вказують температуру кипіння та густину суміші.

$$V \text{ (мл)} - 100 \%$$

$$A - x$$

7. Речовину переносять до банки, підписують та здають, отримавши підпис лаборанта в журналі про виконану лабораторну роботу.

5.6 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

Перегонка органічних сумішей з водяною парою

Реактиви: органічний розчинник – 50 мл

Посуд: круглодонна колба – 1 шт., трійник – 1 шт., скляна трубка – 1 шт., холодильник Лібіха, скляна трубка – 1 шт., термометр, пароутворювач – 1 шт., насадка Вюрца – 1 шт., алонж – 1 шт., колба перегінна – 1 шт.

Обладнання: колбонагрівач – 1 шт., кільце – 1 шт., затискач – 2 шт., лабораторний штатив – 2 шт., кипілки.

Хід роботи

Перегонку з водяною парою можна проводити лише для розділення сумішей речовин, із яких лише одна летюча з парою.

У якості пароутворювача можуть бути використані круглодонні та плоскодонні колби великої ємкості.

1. Речовину, що очищають, поміщають з невеликою кількістю води у перегінну колбу, закривають гумовою пробкою з двома трубками, що з'єднані одна через трійник з пароутворювачем, а друга з холодильником. Коли вода в пароутворювачі закипить, трійник закривають за допомогою гвинтового затискача і пара надходить в перегінну колбу, що містить перегінну речовину.

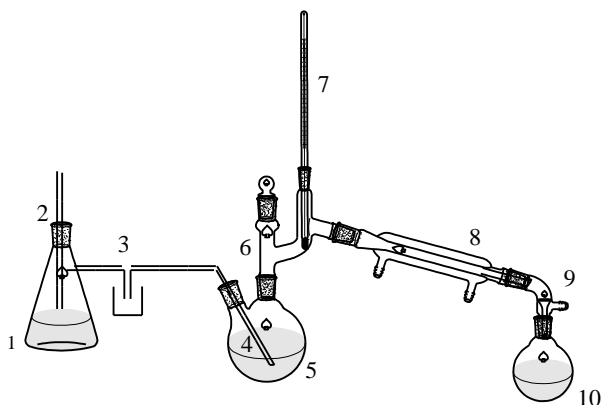


Рис. 5.5 – Прилад для перегонки з водяною парою: 1 – пароутворювач, 2 – скляна трубка, 3 – трійник, 4 – скляна трубка, якою надходить пара, 5 – колба перегінна, 6 – насадка Вюрца, 7 – термометр, 8 – холодильник Лібиха, 9 – алонж, 10 – приймач.

2. Під час перегонки твердих речовин часто спостерігається затвердіння конденсату в холодильнику. Тоді припиняють подачу води в холодильник. Пара, що надходить через холодильник, нагріває його, при цьому розтоплюється речовина, що стала твердою. Після цього обережно вмикають воду в холодильник, тому що від різкого перепаду температур холодильник може тріснути.
3. Перегонку ведуть доти, доки проба дистиляту під час охолодження буде розділятися на дві фази. Потім відкривають затискач і лише після цього закінчують нагрівання пароутворювача.
4. Дистилят розділяють на ділильній воронці. Рідку органічну речовину сушать від залишків води.
5. Тверду речовину відфільтровують та сушать між листками фільтрувального паперу.

6 Якісні реакції («Малий практикум»)

6.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

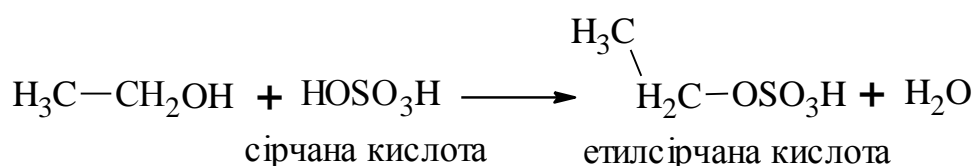
Вуглеводні

Дослід № 1. Добування етилену

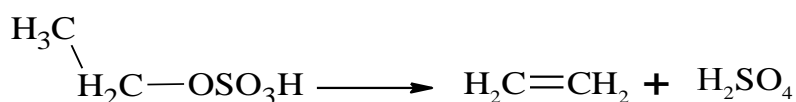
Реактиви та обладнання: етиловий спирт, сірчана кислота (концентрована), газовідвідна трубка, пісок (кипілки).

У пробірку вміщують кілька крупинок піску, 6 крапель етилового спирту та 8 крапель концентрованої сірчаної кислоти. Далі закривають пробірку пробкою з газовідвідною трубкою і нагрівають суміш над полум'ям горілки. Газ, що виділився, підпалюють у кінці газовідвідної трубки. Він горить яскравим полум'ям. [4]

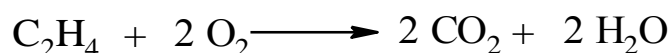
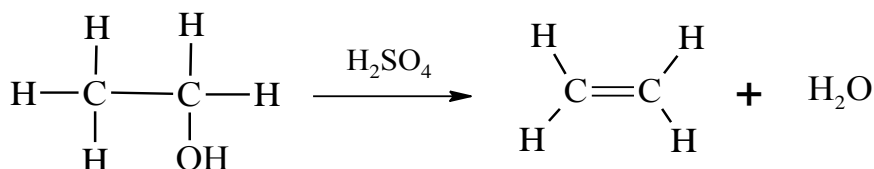
Рівняння реакції:



Етилсірчана кислота під час нагрівання розкладається:

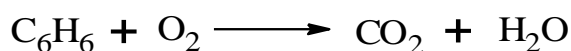
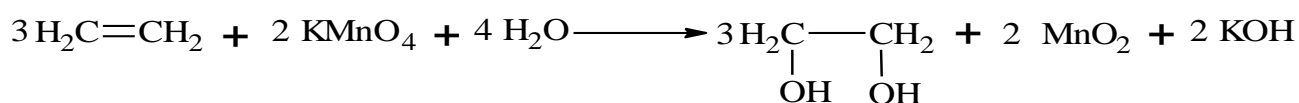


Отже, у процесі взаємодії етилового спирту з сірчаною кислотою відбувається дегідратація спирту:



Дослід № 2. Відношення етилену до перманганату калію

Не припиняючи нагрівання пробірки з сумішшю спирту і сірчаної кислоти, опускають кінець газовідвідної трубки у пробірку з 1 краплею розчину перманганату калію і 4 краплями води. Розчин перманганату калію швидко знебарвлюється. При цьому етилен окислюється у двохатомний спирт:



Дослід № 3. Властивості бензолу

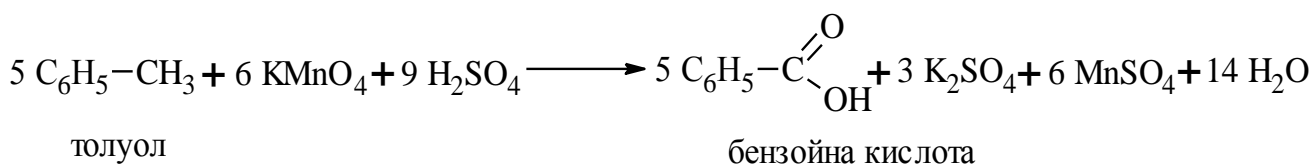
А) Реактиви: перманганат калію, 0.1 н розчин, сірчана кислота, 2 н розчин, бензол.

У пробірку вміщують 3 краплі води, краплю розчину перманганату калію і краплю розчину сірчаної кислоти. До отриманого розчину додають краплю бензолу і струшують вміст пробірки. Однією з важливих властивостей бензолу є його стійкість до дії окисників.

Б) Реактиви: толуол, перманганат калію, 0.1 н розчин, сірчана кислота, 2 н розчин.

У пробірку вміщують 3 краплі води, краплю розчину перманганату калію і краплю розчину сірчаної кислоти. Потім додають краплю толуолу і енергійно струшують протягом 1–2 хв. Рожеве забарвлення поступово зникає, і розчин знебарвлюється.

Рівняння реакції:



Гомологи бензолу окислюються значно легше бензолу. Але в них ароматичне ядро більш стійке до дії окисників, ніж з'єднані з ядром вуглецеві радикали. Боковий ланцюг у ароматичному ядрі, незалежно від його довжини, під дією сильних окисників руйнується, за винятком атома вуглецю, який знаходиться ближче до ядра.

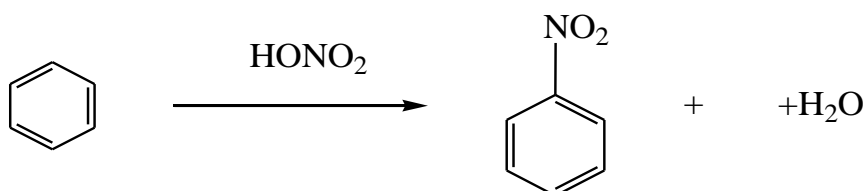
Атом вуглецю, який з'єднаний з ароматичним ядром, окислюється у карбоксильну групу. Будь-який гомолог бензолу з одним боковим ланцюгом окислюється у бензойну кислоту.

Дослід № 4. Добування нітробензолу

Реактиви: бензол, нітруюча суміш (конц. HNO_3 і конц. H_2SO_4).

У пробірку вміщують 2 краплі концентрованої азотної кислоти і 3 краплі концентрованої сірчаної кислоти. Отриману нітруючу суміш охолоджують і додають 2 краплі бензолу. Пробірку ставлять на водяну баню, яка нагріта до 50–55 °С на 2–3 хвилини, постійно струшуючи вміст пробірки. Після чого виливають реакційну суміш у пробірку з водою. З'являється крапля важкого, трохи жовтуватого нітробензолу, мутного від присутності вологи. [5]

Рівняння реакції:



6.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

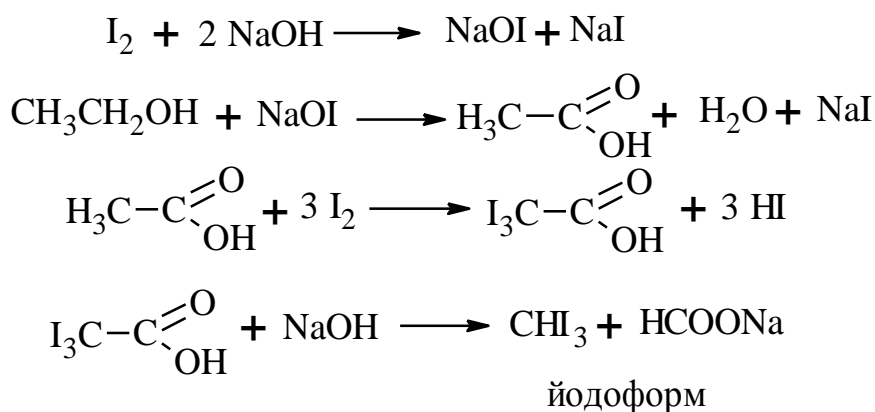
Спирти та карбонільні сполуки

Дослід № 1. Синтез йодоформу

Реактиви: етиловий спирт; NaOH, 2 н розчин; розчин йоду у йодистому калії.

У пробірку вміщують 1 краплю етилового спирту, 3 краплі розчину йоду у йодистому калії і 3 краплі NaOH. Вміст нагрівають до помутніння, не допускаючи кипіння розчину, бо у киплячому розчині йодоформ руйнується лугом. При охолодженні утворюються кристали йодоформу. Якщо кристали йодоформу розчиняються, то додають ще 3–4 краплі йоду до теплої реакційної суміші і ретельно перемішують вміст пробірки, поки не почнеться випадіння осаду.

Рівняння реакцій:

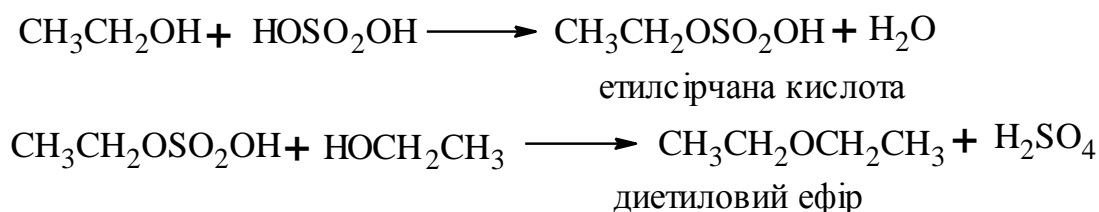


Дослід № 2. Синтез диетилового ефіру

Реактиви: етиловий спирт, 95 % розчин, сірчана кислота.

У суху пробірку вносять 2 краплі етилового спирту і 2 краплі сірчаної кислоти. Суміш обережно нагрівають до побуріння розчину. До гарячої суміші обережно додають ще 2 краплі етилового спирту, відчувається запах диетилового ефіру. Реакція проходить у дві стадії. Спочатку спирт реагує з сірчаною кислотою, утворюючи кислий складний ефір сірчаної кислоти етилсульфат або етилсірчану кислоту.

Рівняння реакції:

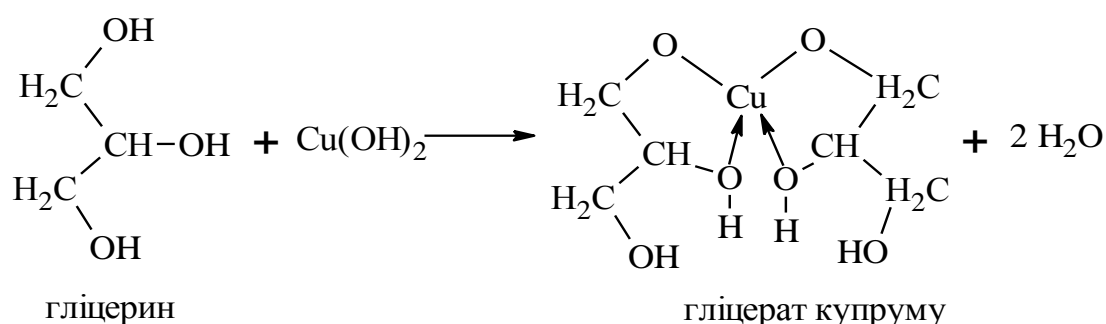


Дослід № 3. Взаємодія гліцерину з гідроксидом купруму(II)

Реактиви та обладнання: гліцерин; гідроксид натрію, 2 н розчин; сульфат купруму(II), 0.2 н розчин.

Вміщують у пробірку 2 краплі розчину сульфату купруму(II), 2 краплі розчину гідроксиду натрію і перемішують – утворюється блакитний осад гідрооксиду купруму(II). У пробірку додають 1 краплю гліцерину і перемішують. Осад розчиняється, з'являється темно-синє забарвлення внаслідок утворення гліцерату купруму.

Рівняння реакції.

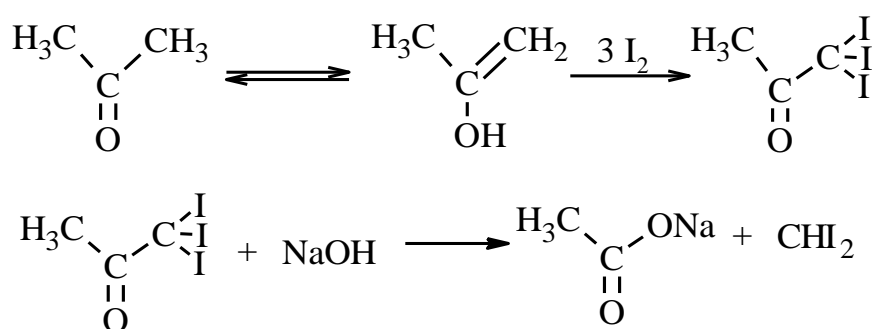


Дослід № 4. Синтез йодоформу з ацетону

Реактиви: ацетон, розчин йоду у йодиді калію, гідроксид натрію, 2 н розчин.

Вміщують у пробірку 3 краплі розчину йоду у йодистому калії і 5 крапель їдкою натру. Розчин знебарвлюється. До знебарвленого розчину йодисто-кислого натрію додають 1 краплю ацетону. Миттєво, без нагрівання випадає жовтувато-білий осад з характерним запахом йодоформу.

Рівняння реакції:



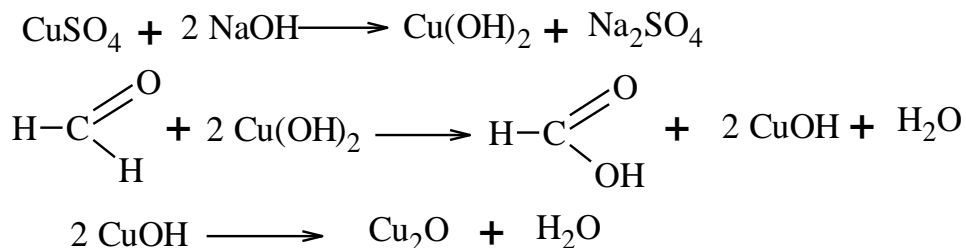
Дослід № 5. Окиснення альдегідів гідроксидом купруму

Реактиви: формальдегід, 40 % розчин (формалін 10 %); сульфат купруму, 0.2 н розчин; гідроксид натрію, 2 н розчин.

У пробірку вміщують 4 краплі розчину їдкою натру, розчиняють його 4 краплями води і додають 2 краплі розчину сульфату купруму. До осаду гідроксиду купруму(II), який випав, додають 1 краплю розчину формальдегіду і збовтують

вміст пробірки. Нагрівають над полум'ям горілки до кипіння тільки верхню частину розчину таким чином, щоб нижній шар залишався для контролю холодним. У нагрітому шарі на стінках пробірки виділяється металічний купрум. [6]

Рівняння реакції:



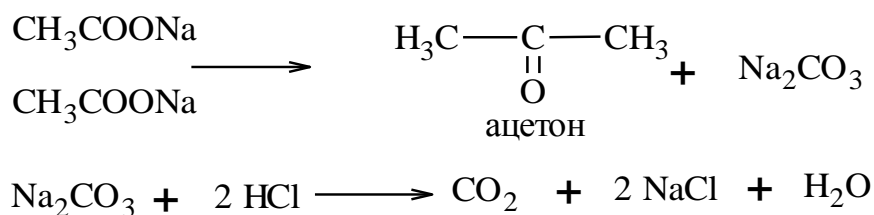
Ця реакція також є якісною реакцією на альдегіди.

Дослід № 6. Синтез ацетону з ацетату натрію

Реактиви: ацетат натрію (неводний); соляна кислота, конц.

У суху пробірку вміщують 0.1 г неводного ацетату натрію (висота шару близько 3 мм). Закривають пробірку пробкою з газовідвідною трубкою, нижній кінець якої опускається у пробірку з 6–8 краплями води. Тримаючи пробірку з оцтовокислим натрієм у горизонтальному положенні, нагрівають її у полум'ї горілки. Пари ацетону конденсуються у воді. Відчувається характерний запах ацетону. Після охолодження пробірки додають у неї концентровану соляну кислоту. Відбувається виділення оксиду вуглецю(IV). [7]

Рівняння реакції:



6.3 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

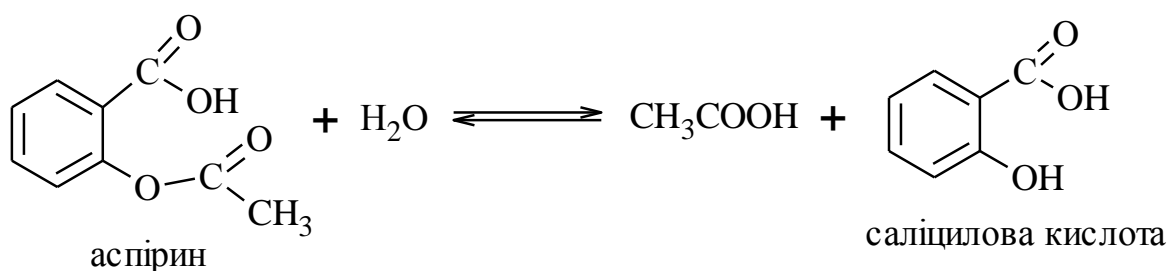
Карбонові кислоти та їх функціональні похідні

Дослід № 1. Гідроліз аспірину

Реактиви: аспірин, хлорид феруму(III).

Вміщують у пробірку кристалик аспірину і розчиняють його у 2–3 краплях води, потім додають 2 краплі розчину хлорного заліза. Пробірку з аспірином кип'ятять 2–3 хвилини і після охолодження додають 2 краплі хлорного заліза. З'являється фіолетове забарвлення, утворюється саліцилова кислота.

Рівняння реакції:

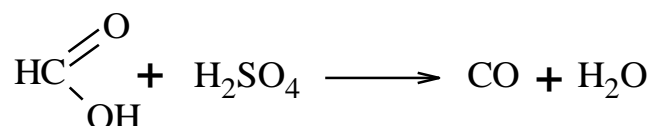


Дослід № 2. Розклад мурашиної кислоти під час нагрівання з концентрованою сірчаною кислотою

Реактиви: мурашина кислота; сірчана кислота, конц.

У пробірку наливають 3 краплі мурашиної кислоти і 3 краплі концентрованої сірчаної кислоти, нагрівають. Бурхливо виділяється газ, який у разі підпалювання горить блакитними спалахами.

Рівняння реакції:



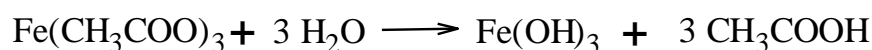
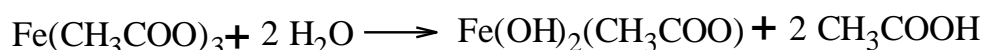
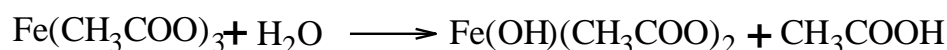
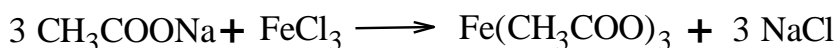
Мурашина кислота під дією концентрованої сірчаної кислоти розкладається з утворенням оксиду вуглецю. Ця властивість відрізняє мурашину кислоту від інших карбонових кислот.

Дослід № 3. Реакція оцтової кислоти з хлорним залізом

Реактиви: ацетат натрію; хлорид феруму (III), 0.1 н розчин.

У пробірку наливають 3 краплі води, додають кілька кристаликів ацетату натрію, 3 краплі розчину хлориду феруму(III). Розчин забарвлюється у жовтувато-червоний колір у результаті утворення ацетату феруму(III). Розчин нагрівають до кипіння. Відразу випадає осад основних солей червоно-бурого кольору.

Рівняння реакції:



Оцтова кислота є слабкою. Тому її солі легко гідролізуються з утворенням основних солей і продуктів повного гідролізу.

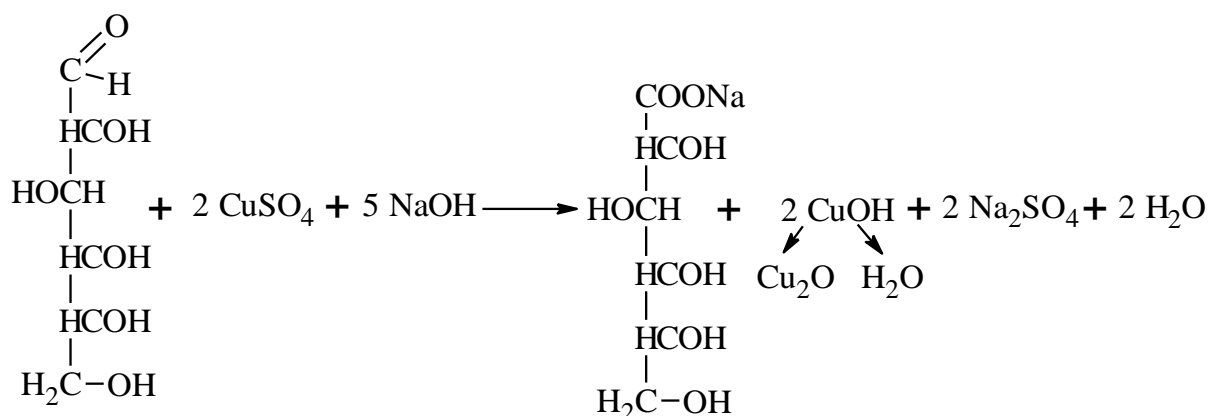
6.4 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Вуглеводи

Дослід № 1. Моносахариди. Реакція Троммера

Реактиви та обладнання: глюкоза 1 % розчин; гідроксид натрію, 2 н розчин; сульфат купруму(II), 5 % розчин.

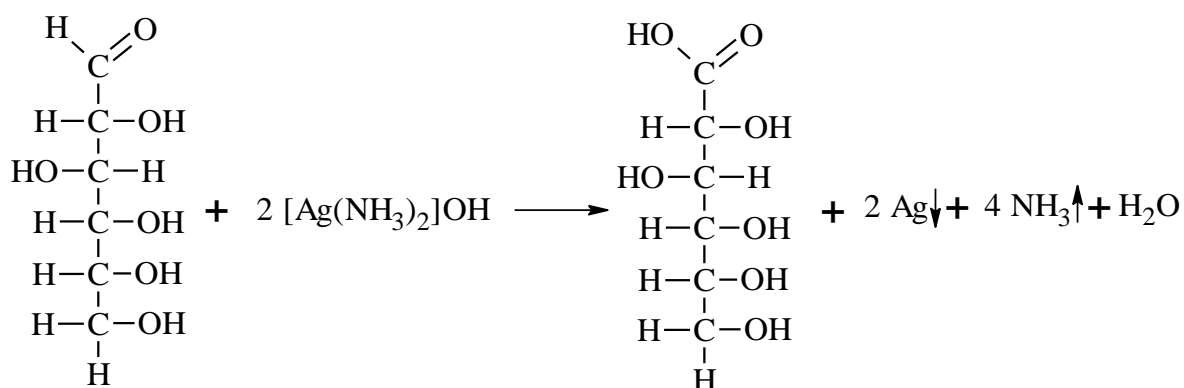
До 3–4 мл розчину глюкози додають 1–2 мл 5 % розчину гідроксиду натрію і по краплям 5 % розчин сульфат купруму(II). Розчин має синє забарвлення. Пробірку обережно нагрівають до кипіння. Спочатку випадає жовтий осад гідроксиду купруму(I), який розкладається з виділенням червоного осаду Cu_2O . Глюкоза окиснюється до глюконової кислоти за рівнянням:



Дослід № 2. Моносахариди. Реакція «срібного дзеркала»

Реактиви та обладнання: нітрат аргентуму, 5 % розчин; аміак, 10 % розчин; глюкоза, 1 % розчин.

У пробірку налити 1 мл 5 % розчину нітрату аргентуму, додати по краплям розчин аміаку, додати 2–3 мл розчину глюкози. Пробірку поставити в гарячу воду на 5–10 хв. На стінках пробірки утворюється дзеркальний наліт металічного срібла завдяки окисненню карбонільної групи глюкози за реакцією:



Дослід № 3. Властивості сахарози. Доказ наявності гідроксильних груп

Реактиви та обладнання: сахароза, 1 % розчин; гідроксид натрію, 2 н розчин; сульфат купруму(II), 0.2 н розчин.

У пробірку вміщують 1 краплю розчину сахарози і 6 крапель гідроксиду натрію. Додають для розчинення 5–6 крапель води так, щоб висота шару рідини була 18–20 мм. Додають 1 краплю розчину сульфату купруму(II). Утворюється яскраво-синій розчин сахарату купруму. Розчин зберігають для наступного дослід.

Дослід № 4. Відсутність відновлюючих властивостей у сахарози

Розчин сахарату купруму, отриманий у досліді 3, обережно нагрівають, тримаючи пробірку так, щоб нагрівалась тільки верхня частина розчину. Сахароза у цих умовах не окислюється, що вказує на відсутність в її молекулі вільної альдегідної групи.

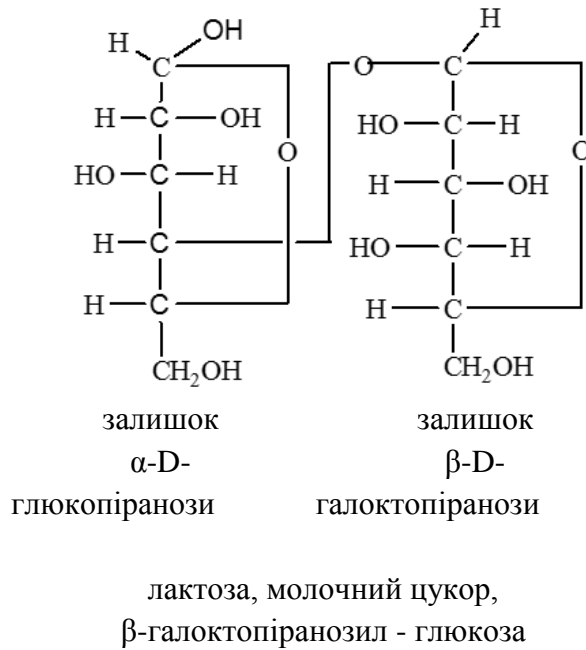
Дослід № 5. Властивості лактози.

Наявність відновлюючих властивостей у лактози (молочного цукру)

Реактиви та обладнання: лактоза, 1 % розчин; гідроксид натрію, 2 н розчин; сульфат купруму(II), 0.2 н розчин.

У пробірку вміщують 1 краплю розчину лактози і 4 краплі розчину лугу. Додають 1 краплю сульфату купруму(II). Блакитний осад гідроксиду купруму(II), який з'являється зверху, після струшування розчиняється, утворюючи синій розчин (доказ наявності гідроксильних груп). Додають для розведення 5–6 крапель води, намагаючись змити залишки сульфату купруму(II), якщо вони потрапили на стінки пробірки. Для проведення реакції слід, щоб висота шару рідини була 18–20 мм (за необхідності додають ще 2–3 краплі води). Потім нагрівають верхній шар розчину до кипіння. Через декілька секунд у нагрітій частині з'являється жовтувато-помаранчеве забарвлення і осад, що є доказом наявності альдегідної групи в лактозі.

Лактоза є дисахаридом, який під час гідролізу дає глюкозу і галактозу. На відміну від сахарози лактоза має у залишку глюкози вільний півацетальний гідроксил, який може утворювати вільну альдегідну групу. Завдяки цьому лактоза належить до групи дисахаридів, які мають відновлюючі властивості (дають пробу Троммера).



Дослід № 6. Полісахариди. Реакція крохмалю з йодом

Реактиви та обладнання: крохмаль, 0,5 % розчин; розчин Люголя (у декількох мл холодної води розчинити 2 г KI + 1 г йоду і довести до 100 мл).

У пробірку налити 1–2 мл розчину крохмалю, додати 1–2 краплі розчину Люголя. З'являється яскраве синє забарвлення, що під час нагрівання зникає, а у разі охолодження відновлюється. [8]

Дослід № 7. Полісахариди.

Відсутність відновлюючих властивостей у крохмалю

Реактиви та обладнання: крохмаль, 0,5 % розчин; соляна кислота HCl конц.; гідроксид натрію, 2 н розчин; сульфат купрум(II), 5 % розчин.

У дві пробірки наливають по 4–5 мл розчину крохмалю. В одну пробірку додають 3 краплі HCl конц., у другу – стільки ж дистильованої води (контрольний дослід). Обидві пробірки ставлять на 10–15 хв на киплячу водяну баню. Після охолодження проводять реакцію Троммера (див. Дослід № 1. Моносахариди. Реакція Троммера).

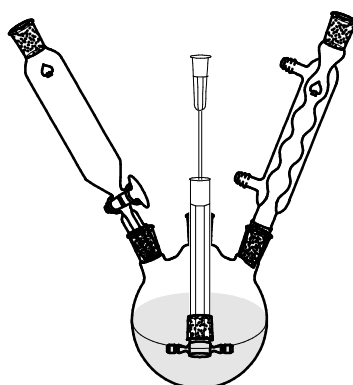
Характеристика вихідних речовин

Назва реактивів та формули	M _R (віднос. мол. мас.)	Константи літ. (T _{топл.} , °C, T _{кип.} , °C)	Концентрація (%) та густина (г/мл) розчину	Кількість речовин, які потрібні за методикою				Надлишок	
				моль	100 % конц., г	даної конц., г	за рівнянням реакції, моль	моль	%
Фенол C ₆ H ₅ OH	94,1	T _{топл.} 41	100 % 1,07	0,30	28,2	28,2	1	–	–
Азотна кислота HNO ₃	3,1		20 % 1,12	0,66	41,3	206, (185 мл)	1	0,36	120

ПЛАН ЕКСПЕРИМЕНТУ

- Зібрати прилад, який складається з трьохгорлої колби, крапельної воронки та зворотного холодильника:

Схема приладу



- Приготувати розчини вихідних сполук:
 - 20 % HNO₃ – 92,5 мл
 - розчин 14,1 г фенолу в 17,5 мл води
 - 10 % NaOH – 85 мл
 - 40 % NaOH – 15 мл
 - 10 % HCl – 40 мл
- Налити до колби 92,5 мл 20 % HNO₃ та, охолоджуючи її водою, під час перемішування ввести краплинами протягом 2 год розчин 14,1 г фенолу в 17,5 мл води. Під час прикапування фенолу реакційна маса набуває темно-бурого кольору (виділяється двооксид азоту).
- Реакційну масу перемішують ще 1,5 год.

5. Зливають водний розчин кислоти, 2–3 рази водою промивають масло, що залишилось (декантація). Одержують в'язке темно-коричневе масло.
6. Збирають прилад для перегонки з водяною парою і відганяють о-нітрофенол. о-Нітрофенол, що відганяється, кристалізується у форшотсі холодильника, звідкіля він виводиться при відключенні охолодження проточною водою.

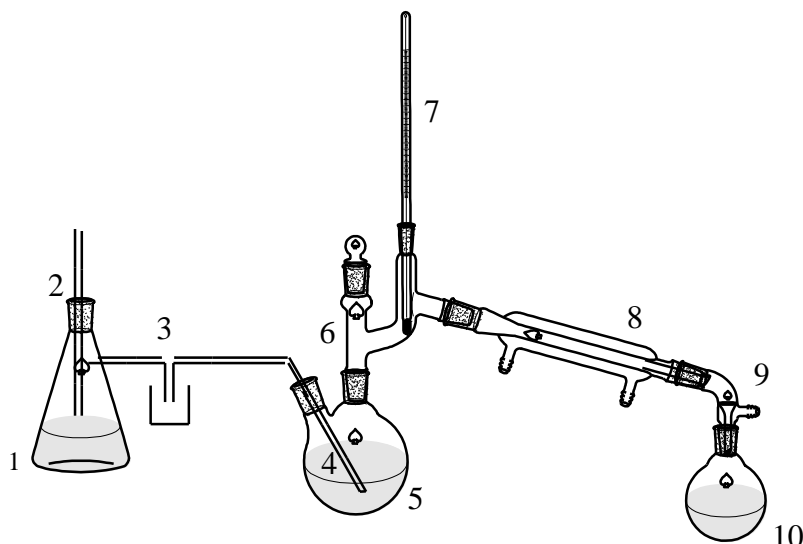


Рис. 7.1 – Прилад для перегонки з водяною парою: 1 – паротворювач; 2 – скляна трубка; 3 – трійник; 4 – скляна трубка, якою надходить пара; 5 – колба перегінна; 6 – насадка Вюрца; 7 – термометр; 8 – холодильник Лібиха; 9 – алонж; 10 – приймач.

7. Відфільтровують о-нітрофенол на воронці Бюхнера, висушують на повітрі та визначають вихід речовини, її температуру топлення.
о-Нітрофенол має $T_{\text{топл}} 44\text{--}45\text{ }^{\circ}\text{C}$.
8. До кубового залишку в перегонній колбі додають 85 мл 10 % розчину NaOH, переносять цю масу в порцелянову чашку та упарюють доти, поки крапля розчину на годинниковому склі не буде закристалізовуватись. Розчин має темно-коричневий колір.
9. Розчин охолоджують, п-фенолят натрію, що виділився, відфільтровують на воронці Бюхнера та 2 рази промивають порціями по 7,5 мл 40 % розчином NaOH. Під час приливання промивають розчином NaOH, кристалічна маса світлішає.
10. Кристалічну масу розчиняють під час нагрівання в 40 мл 10 % HCl, додають 0,25 г активованого вугілля і кип'ять 2–3 хвилини з подальшою фільтрацією.
11. З охолодженого розчину відфільтровують п-нітрофенол, який випав у осад, висушують та визначають вихід речовини, її температуру топлення.
п-Нітрофенол має $T_{\text{топл}} 113\text{--}114\text{ }^{\circ}\text{C}$.

12. Розрахунок теоретичного виходу продукту:

З 0,30 моль фенолу утворюється 0,30 моль о- чи п-нітрофенолу (табл. 1)

$$m_{\text{теор}} = 0,30 \cdot 139 = 41,7 \text{ г.}$$

Маса о-нітрофенолу дорівнює 10,0 г.

$$\eta_{(o-)} = \frac{10,0 \times 100}{41,7} = 24,0 \%$$

Маса п-нітрофенолу дорівнює 2,5 г.

$$\eta_{(п-)} = \frac{2,5 \times 100}{41,7}.$$

ЗВІТ ПРО ВИКОНАННЯ СИНТЕЗУ

Таблиця 7.2

Характеристика отриманих сполук

Назва і формула отриманої речовини	M _R	Константи речовини		Вихід			Зовнішній вигляд речовини
		літерат. (T _{топл} , °C)	експер. (T _{топл} , °C)	г	% від теоретично	% від зазначеного	
п-нітрофенол 	139	114	113–114	2,5	6,0	100	Безбарвні голки
о-нітрофенол 	139	45	44–45	10,0	24,0	100	Світло-жовті голки

ВИСНОВКИ

Проведено ідентифікацію синтезованих сполук за зовнішніми ознаками: форма кристалів, їх колір, а також визначено температуру топлення. Результати наведено в табл. 7.2.

З отриманими сполуками проведено якісну реакцію з хлорним залізом, у результаті якої можна спостерігати червоно-фіолетове забарвлення.

Примітка

Розрахунок виходу речовини від встановленої у методиці кількості (вихід від зазначеного), проводиться так:

1) за методикою має бути отримано 10,0 г о-нітрофенолу, в роботі отримано 10,0 г о-нітрофенолу, тому вихід о-нітрофенолу за методикою:

$$\eta_{\text{мет}} = \frac{10,0 \times 100}{10,0} = 100 \%$$

2) за методикою має бути отримано 2,5 г п-нітрофенолу, в роботі отримано 2,5 г п-нітрофенолу, тому:

$$\eta_{\text{мет}} = \frac{2,5 \times 100}{2,5} = 100 \%$$

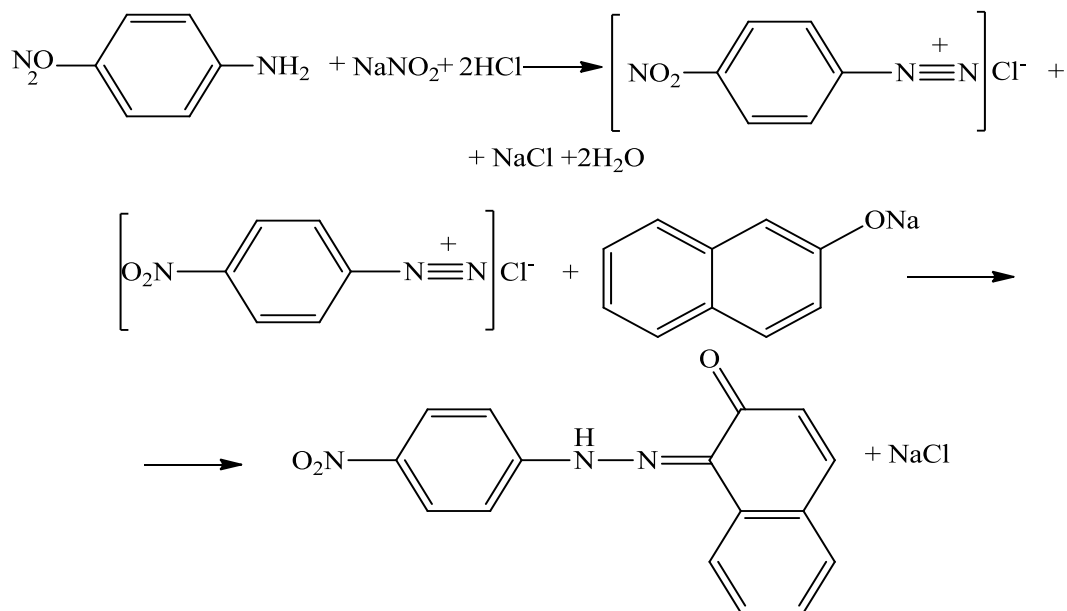
Вихід речовини від кількості, позначеної в методиці, може бути вищим або нижчим залежно від точності й охайності експериментатора.

7.2 Методики синтезу органічних речовин

7.2.1 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

п-Нітроаніліновий червоний

Синтез п-нітроанілінового червоного [10] здійснюють за методикою.



Реактиви: п-нітроанілін – 1 г; β-нафтол – 1 г; нітрит натрію – 0,6 г; ацетат натрію – 2 г; соляна кислота, 6 М р-н; гідроксид натрію, 8 М р-н; хлорид натрію, 20 % р-н.

Хід роботи

У склянці місткістю 100 мл розчиняють 1 г п-нітроаніліну в 9 мл гарячої води, що містить 1,6 мл 6 М розчину соляної кислоти. Розчин охолоджують і додають ще 1,4 мл 6 М розчину соляної кислоти і 5–10 мл води. Стакан поміщають у баню з льодом і за 0 °С проводять діазотування, додаючи краплями і перемішуючи розчин 0,6 г нітрату натрію в 4 мл води. Якщо випаде осад, то слід додати 6 М соляної кислоти до повного його розчинення. Закінчення реакції діазотування встановлюють за допомогою йодкрохмального паперу.

У реакційну суміш через 30 хв додають розчин 2 г ацетату натрію в 7 мл води. Якщо необхідно, розчин фільтрують.

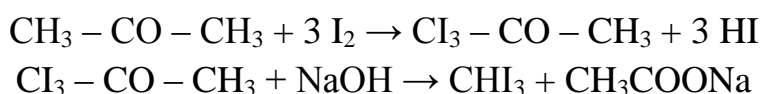
У склянці місткістю 100 мл готують розчин 1 г β-нафтолу в 4 мл 8 М розчину гідроксиду натрію. Потім додають 60 мл гарячої води. Отриманий розчин охолоджують і під час перемішування вносять у приготований раніше розчин солі фенілдіазонію. Отриману суміш витримують 30 хв. Осад відфільтровують, промивають 20 % розчином хлориду натрію, холодною водою і сушать на повітрі.

Вихід – 2 г.

7.2.2 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

Синтез йодоформу

Синтез йодоформу [11, 12] здійснюють за методикою.



Реактиви: ацетон – 4 г (5 мл), йод – 2 г, йодид калію – 4 г, розчин гідроксид натрію 10 %.

Посуд: хімічний стакан на 150 мл – 2 шт.

Обладнання: магнітна мішалка – 1 шт.

Хід роботи

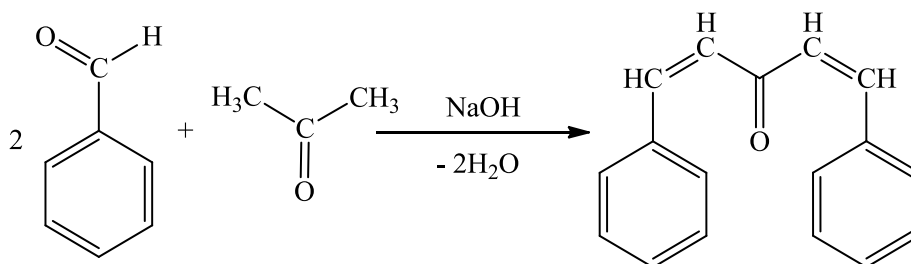
У стакан поміщають 4 г йодиду калію, доливають 7,5 мл дистильованої води і після розчинення солі додають 2 г йоду. До отриманого розчину доливають 17,5 мл води. Потім у реакційну масу вводять 5 мл ацетону і під час перемішування по краплях додають 10 % розчин гідроксиду натрію до зникнення червоного забарвлення розчину (приблизно 4,5 мл). Йодоформ, який при цьому випадає у вигляді жовтого кристалічного осаду, через 30 хв відфільтровують через складчастий фільтр, промивають невеликою кількістю води і висушують на повітрі. Якщо розглянути суспензію кристалів йодоформу під мікроскопом, вони маю форму правильних шестикутників або зірочок.

Вихід 0,93 г (90 % від теоретичного). Температура топлення – 190 °С.

7.2.3 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

Дибензальацетон

Синтез дибензальацетону [13] здійснюють за методикою.



Реактиви: бензальдегід – 1,9 мл, ацетон – 0,7 мл, NaOH – 1,9 г, етиловий спирт – 15 мл.

- Посуд:* хімічний стакан на 100 мл – 2 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт.
- Обладнання:* магнітна мішалка – 1 шт., термометр – 1 шт.

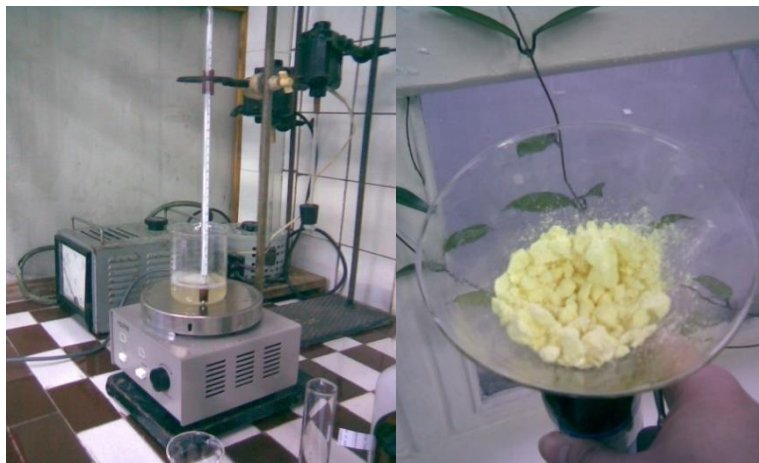


Рис. 7.2 – Прилад для синтезу дибензальацетону

Хід роботи

У стакан на 100 мл, який обладнаний магнітною мішалкою і термометром, наливають охолоджений до кімнатної температури розчин 1,9 г гідроксиду натрію у 18,75 мл води та 15 мл етилового спирту. Реакцію проводять за 20–25 °С. Якщо температура буде нижче, утворюється продукт у вигляді масла.

При постійному перемішуванні додають половину об'єму суміші, яка складається з 1,9 мл бензальдегіду та 0,7 мл ацетону. Через 12–15 хвилин, коли реакційна маса починає мутніти, приливають залишок розчину. Температура не повинна підійматися вище 30 °С.

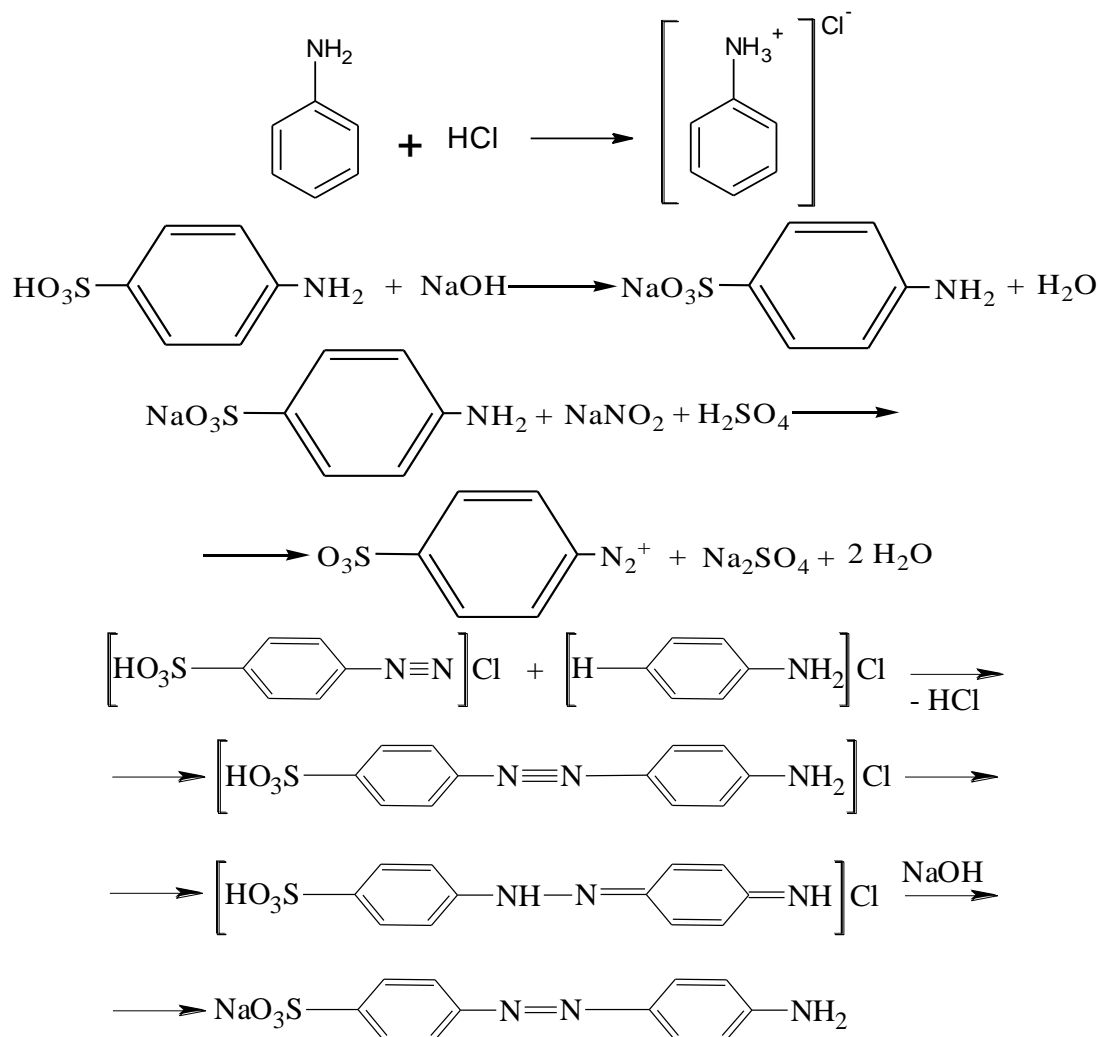
Стакан, у якому була суміш, промивають етиловим спиртом і виливають вміст у реакційну масу. Суміш перемішують 30 хвилин.

Кашоподібний осад відфільтровують на воронці Бюхнера, промивають водою та сушать.

Вихід 1,75 г. Температура топлення – 112 °С.

7.2.4 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

Синтез азобарвника 4-аміно-4'-сульфоазобензола



Реактиви: сульфанілова кислота – 5,25 г, анілін – 3 г, нітрит натрію – 2 г, гідроксид натрію, сірчана кислота, соляна кислота.

Посуд: хімічний стакан на 100 мл – 2 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт.

Обладнання: магнітна мішалка – 1 шт., термометр – 1 шт., кристалізатор – 1 шт., електроплитка – 1 шт.

Хід роботи

Розчиняють 1 г гідроксиду натрію в 12,5 мл води і під час нагрівання в отриманий розчин вносять сульфанілову кислоту. Після розчинення всієї кислоти рідина повинна мати лужну реакцію (за лакмусом).

До отриманого розчину додають натрій нітрит, охолоджують до 10 °С і доливають його під час перемішування до суміші 3 мл концентрованої сірчаної кислоти, 20 мл води і 25 г дрібного льоду.

Отриману діазобензолсульфо кислоту поєднують з диметиланіліном таким чином: розчиняють свіжоперегнаний диметиланілін у 5 мл 1 н. соляної кислоти (2,25 2 н кислоти + 2,25 води), охолоджують льодом і до отриманого розчину доливають розчин діазобензолсульфо кислоти.

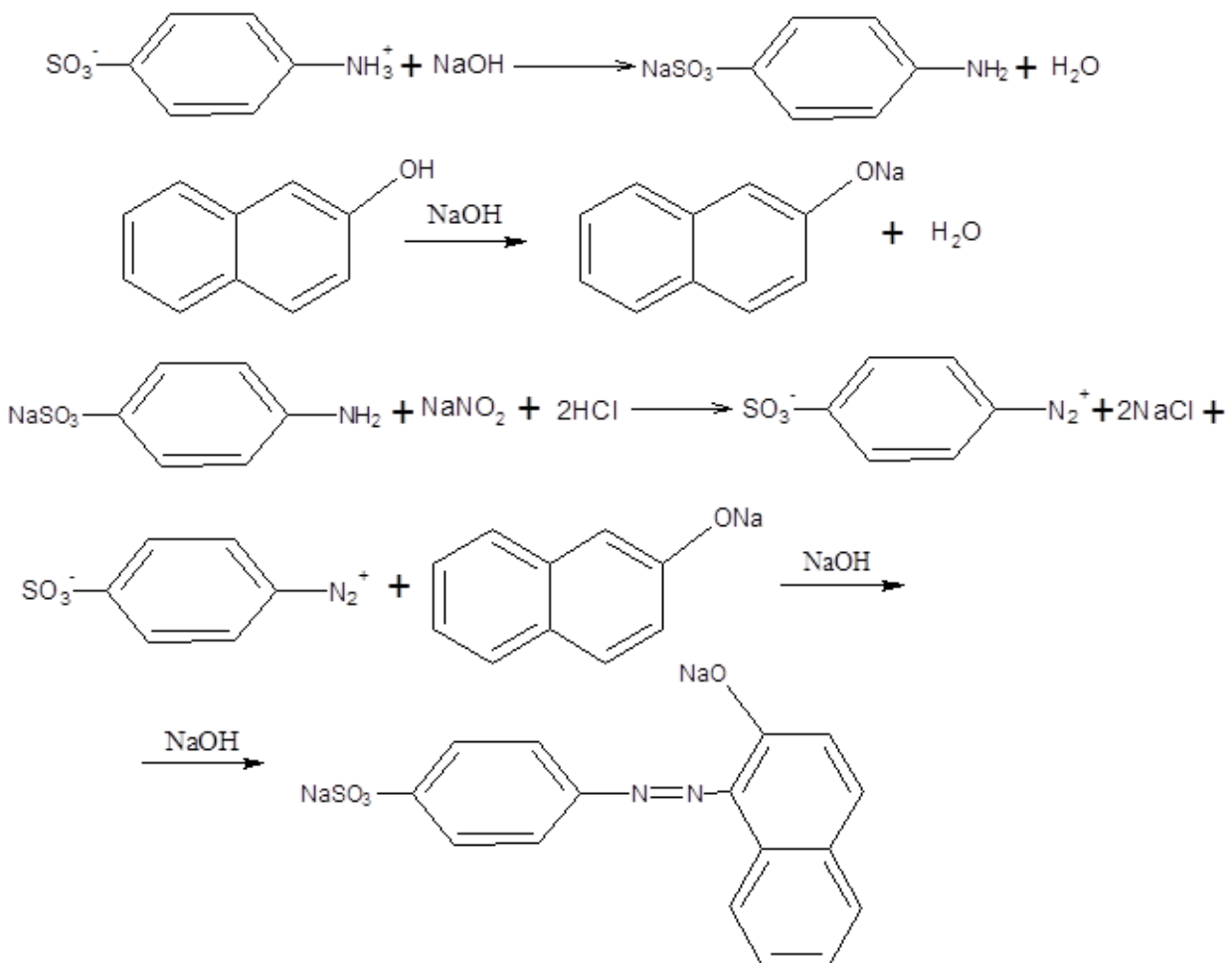
До суміші додають розчин 2 г їдкого натру в 20 мл води до ясно лужної реакції. Через кілька годин у вигляді оранжево-червоних листочків виділяється натрієва сіль барвника. Її відфільтровують на воронці Бюхнера і перекристалізують з невеликої кількості води.

Вихід близько 7 г.

7.2.5 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

Синтез азобарвника β -нафтолоранж

Синтез азобарвника [14] здійснюють за методикою.



- Реактиви:* сульфанілова кислота – 0,5 г, нітрит натрію – 0,25 г, кислота хлороводнева – 5 мл, β -нафтол – 0,4 г, гідроксид натрію – 9 мл.
- Посуд:* хімічний стакан на 100 мл – 2 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт.
- Обладнання:* магнітна мішалка – 1 шт., термометр – 1 шт., кристалізатор – 1 шт., електроплитка – 1 шт.

Хід роботи

У низькому стакані на 100 мл під час перемішування без нагрівання розчиняють 0,5 г сульфанілової кислоти у 2,5 мл 2 н розчину гідроксиду натрію та 5 мл дистильованої води.

Отримують розчин сульфанілату натрію, який повинен мати лужну реакцію за лакмусом. Стакан з розчином розміщують у крижаній бані. Також готують розчин 0,25 г нітриту натрію у 5 мл води та приливають його до реакційної склянки. Готують розчин 5 мл 2 н соляної кислоти, охолодженої у крижаній бані. Обидва розчини охолоджують до 10 °С та додають розчин кислоти у реакційну склянку, при цьому суміш набуває світло-жовтого, блілого кольору. Отримують розчин п-сульфо-бензолдіазоній хлориду.

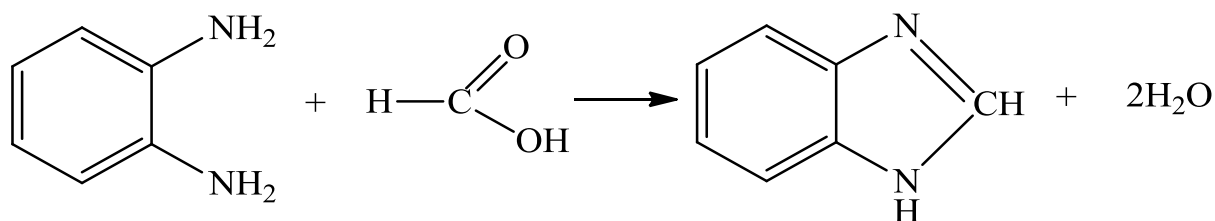
Готують розчин 0,4 г β -нафтолу у 6,5 мл 2 н розчину гідроксиду натрію, охолоджують у крижаній бані до 10 °С та додають до реакційної склянки. Суміш одразу набуває темного, червоно-жовтого кольору. Далі охолоджують 30 хв, перемішують на магнітній мішалці і засипають 6 г хлориду натрію.

Суміш залишають на ніч для висалювання барвника. Суміш відфільтровують на воронці Бюхнера під вакуумом, промивають розчином хлориду натрію на фільтрі, сушать на повітрі.

Вихід 0,94 г (94 % від теоретичного).

7.2.6 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

Бензімідазол



Реактиви: 40 % мурашина кислота – 3,5 мл, о-фенілендіамін – 1,8 г, 10 % розчин гідроксиду натрію, вугілля активоване.

Посуд: круглодонна колба на 100 мл – 1 шт., штатив і дві лапки, зворотний холодильник – 1 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., водяна баня (з підігрівом) – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт., паперові фільтри, хімічний стакан – 1 шт.

Хід роботи

У круглодонну колбу об'ємом 100 мл, оснащену зворотним холодильником та закріплену у штативі, поміщають 1,8 г о-фенілендіаміну і додають 3,5 мл 40 % мурашиної кислоти.

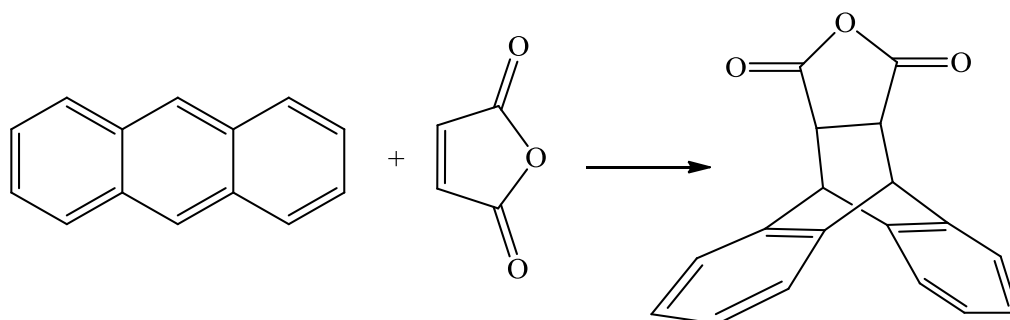
Суміш нагрівають на киплячій водяній бані протягом 30 хв. Вміст колби виливають у стакан на 100 мл для охолодження до кімнатної температури. Потім в охолоджений розчин повільно доливають і постійно перемішують 10 % розчин гідроксиду натрію, поки суміш не стане трохи лужною на лакмус. Отриманий осад відфільтровують на воронці Бюхнера і сушать у сушильній шафі за $T = 70\text{ }^\circ\text{C}$. Для очищення продукт перекристалізують з води з активованим вугіллям. Після очищення фільтрат охолоджують і відфільтровують на воронці Бюхнера кристали продукту. Безбарвний продукт (бензімідазол) сушать за $100\text{ }^\circ\text{C}$.

Вихід – 1,3 г (66 % від теоретичного). Температура топлення – $172\text{--}173\text{ }^\circ\text{C}$.

7.2.7 ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

Аддукт антрацену з малеїновим ангідридом

Синтез аддукту антрацену з малеїновим ангідридом (ангідрид 2,3,5,6-дибензобіцикло-(2,2,2)-октадієн-2,5-дикарбонової-7,8 кислоти) [15] здійснюють за методикою.



Реактиви: антрацен – 1 г, бензол – 10 мл, малеїновий ангідрид – 1 г.

Посуд: круглодонна колба на 50 мл – 1 шт., воронка Бюхнера – 1 шт., зворотний холодильник – 1 шт., колба Бунзена – 1 шт., паперові фільтри, хімічний стакан – 1 шт.

Хід роботи

У круглодонну колбу об'ємом 50 мл, обладнану зворотним холодильником, поміщають 1 г антрацену, 1 г малеїнового ангідриду та 10 мл бензолу. Отриману суміш кип'ятять протягом 3 годин. Після охолодження аддукт, що випав, відфільтровують та перекристалізують із ксилолу.

Вихід – 1,6 г. Температура топлення – 258–259 °С.

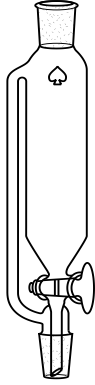
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Механізми органічних реакцій : навч. посібник / уклад. О. М. Швед, М. А. Сінельникова, Ю. М. Беспалько. Вінниця : ДонНУ ім. Василя Стуса, 2016. 60 с.
2. Швед Е. Н., Сінельникова М. А., Беспалько Ю. Н. Кинетические аспекты реакции гомополимеризации эпоксидной смолы ЭД-20 под действием комплексов аминов с трифторидом бора. *Вопросы химии и химической технологии*. 2016. Т. 3 (107). С. 36–39.
3. Теорія електронних зміщень в органічних молекулах : навч. посібник / уклад.: О. М. Швед, Ю. М. Беспалько, М. А. Сінельникова. Вінниця : ДонНУ, 2015. 56 с.
4. Реутов О. А., Курц А. Л., Бутин К. П. Органическая химия. М. : Изд-во МГУ, 1999. Т. 1. 55 с.
5. Петров А. А., Бальян Х. В., Трощенко А. Т. Органическая химия. М. : Высшая школа, 1981. 592 с.
6. Общая органическая химия / под ред. Д. Бартсона, У. Д. Оллиса. М. : Химия, 1981. Т. 1. 735 с.; 1982. Т. 2. 855 с.; Т. 3. 735 с.; 1983. Т. 4. 720 с.; Т. 5. 718 с.; 1984. Т. 6. 544 с.; Т. 7. 471 с.; 1985. Т. 8. 751 с.; Т. 9. 798 с.; 1986. Т. 10. 704 с.; Т. 11. 735 с.; 1988. Т. 12. 912 с.
7. Нейланд О. Я. Органическая химия. М. : Высшая школа, 1990. 592 с.
8. Ластухін Ю. О., Воронов С. А. Органічна хімія. Львів : Центр Європи, 2000. 864 с.
9. Аграномов Е. С., Шабаров Ю. С. Лабораторные работы в органическом практикуме. М. : Химия, 1974. С. 153–154.
10. Аграномов А. Е., Шабаров Ю. С. Лабораторные работы в органическом практикуме. М. : МГУ, 1974. 295 с.
11. Гитис С. С., Глаз А. И., Иванов А. В. «Практикум по органической химии» Органический синтез. М. : Высшая школа, 1991. С. 147.
12. Смолина Т. А., Васильева Н. В., Куплетская Н. Б. «Практические работы по органической химии» : Малый практикум. М. : Просвещение. 1986. 72 с.
13. Васильева Н. В. Органический синтез. М. : Просвещение, 1986. С. 270–271.
14. Органический синтез / Куплетская Н. Б., Птицына О. А. и др. М. : Просвещение, 1986. С. 170–171.
15. Храмкина М. Н. Практикум по органическому синтезу. М. : Изд-во «Химия», 1969. 259 с.

Приклад тестового завдання

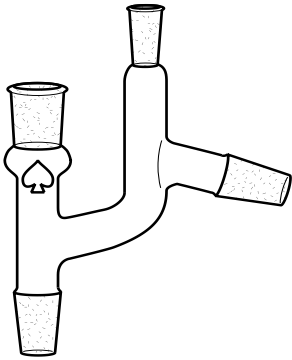
I. Теоретична частина

1. Оберіть правильну назву посуду



- а) насадка Вюрца;
- б) водоструминний насос (скляний);
- в) крапельна воронка;
- г) холодильник повітряний.

2. Оберіть правильну назву посуду



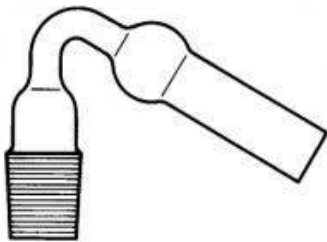
- а) насадка Кляйзена;
- б) насадка Вюрца;
- в) алонж;
- г) форштос.

3. Оберіть правильну назву посуду



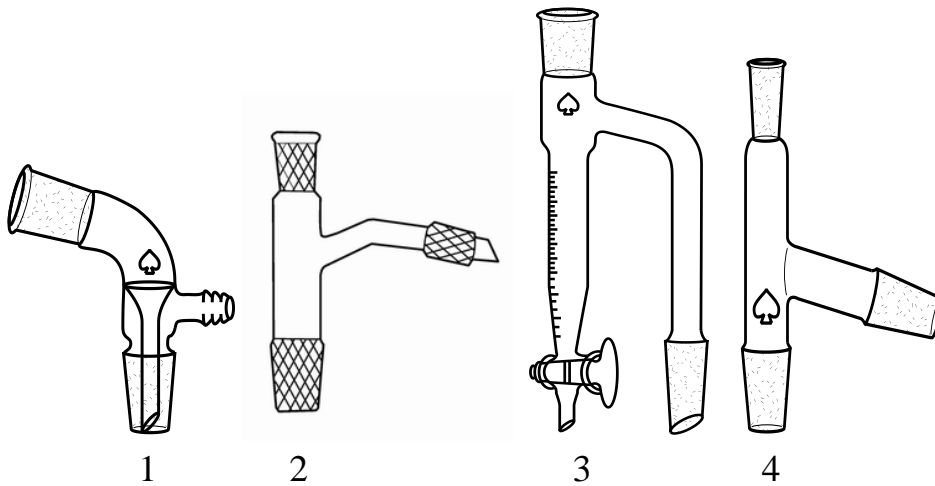
- а) каплевловлювач;
- б) дефлегматор;
- в) колба Вюрца;
- г) колба Фаворського.

4. Оберіть правильну назву посуду



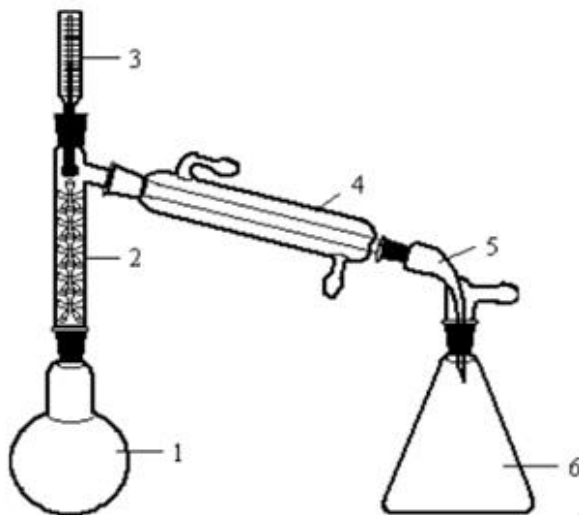
- а) форштос;
- б) керн;
- в) алонж;
- г) хлоркальцієва трубка.

5. Встановіть відповідність



- а) насадка Вюрца;
 б) насадка Діна-Старка;
 в) форштос;
 г) алонж.

б) Дайте назву елементів (складників) посуду, позначених на малюнку цифрами та назвіть установку:



- 1 –
 2 –
 3 –

- 4 –
 5 –
 6 –

Назва установки –

II. Практична частина

- Зробіть складчастий фільтр.
- Зберіть установку для очищення органічної сполуки перекристалізацією з органічного розчинника.

Для нотаток

Навчальне видання

Швед Олена Миколаївна
Ситник Наталія Сергіївна
Бахалова Євгенія Анатоліївна

ПРАКТИКУМ З ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ

(видання 2-е доповнене)

Редактор	Л. О. Серікова
Технічний редактор	Т. О. Важеніна

Підписано до друку 03.12.2018
Формат 60 x 84/16. Папір офсетний.
Друк – цифровий. Умовн. друк. арк. 3,9
Тираж 20 прим. Зам. 77

Донецький національний університет імені Василя Стуса
21021, м. Вінниця, 600-річчя, 21
Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи
до Державного реєстру
серія ДК № 5945 від 15.01.2018