

Волинський національний університет імені Лесі Українки  
Факультет хімії, екології та фармації  
Кафедра органічної хімії та фармації

**Салієва Л. М., Сливка Н. Ю.**

# **ОСНОВИ ХІМІЇ ГЕТЕРОЦИКЛІЧНИХ СПОЛУК**

Методичні рекомендації  
до лабораторних робіт

Луцьк – 2021

УДК 547.7(072)

С 16

*Рекомендовано до друку науково-методичною радою  
Волинського національного університету імені Лесі Українки  
(протокол № 2 від 20 жовтня 2021 року)*

Рецензенти:

**Корольчук С. І.** – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії та технологій Волинського національного університету імені Лесі Українки

**Данилюк І. Ю.** – кандидат хімічних наук, молодший науковий співробітник відділу механізмів органічних реакцій Інституту органічної хімії Національної академії наук України

**Салієва Л. М., Сливка Н. Ю. Основи хімії гетероциклічних сполук:**  
методичні рекомендації до лабораторних занять / Л. М. Салієва, Н. Ю. Сливка.  
– Луцьк: П “Зоря-плюс” ВОО ВОІ СОІУ, 2021. – 38 с.

Методичні рекомендації призначені для виконання лабораторних робіт з дисципліни «Основи хімії гетероциклічних сполук» студентами факультету хімії, екології та фармації спеціальності 102 «Хімія» денної форми навчання.

УДК 547.7(072)

© Салієва Л.М., Сливка Н. Ю. 2021

## ЗМІСТ

|  |    |
|--|----|
| <b>ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА</b>  | 4  |
| <b>ОСНОВНІ ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З<br/>ОРГАНІЧНИМИ РЕЧОВИНАМИ</b> | 5  |
| <b>Вступ</b>   | 5  |
| <b>Загальні правила проведення лабораторних робіт</b>                          | 6  |
| <b>Правила техніки безпеки</b>   | 8  |
| <b>Правила протипожежної безпеки</b>   | 11 |
| <b>Заходи першої допомоги при нещасних випадках</b>                            | 12 |
| <b>Перша допомога при опіках</b>   | 12 |
| <b>Перша допомога при пораненні</b>  | 13 |
| <b>Перша допомога при отруєннях</b>  | 14 |
| <b>ПОСУД ДЛЯ СИНТЕЗІВ</b>  | 15 |
| <b>Основні правила збирання приладів для проведення синтезів</b>               | 15 |
| <b>Миття і висушування хімічного посуду</b>                                    | 17 |
| <b>МЕТОДИЧНІ РОЗРОБКИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ</b>                                   | 19 |
| Лабораторна робота № 1   | 19 |
| Лабораторна робота № 2   | 24 |
| Лабораторна робота № 3   | 26 |
| Лабораторна робота № 4   | 28 |
| Лабораторна робота № 5   | 30 |
| Лабораторна робота № 6   | 32 |
| Лабораторна робота № 7   | 34 |
| Лабораторна робота № 8   | 36 |
| <b>СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ</b>  | 38 |

## ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА

Навчальна дисципліна «Основи хімії гетероциклічних сполук» викладається для студентів факультету хімії, екології та фармації спеціальності 102 «Хімія» денної форми навчання на 4-му курсі (7 семестр). Для вивчення дисципліни навчальним планом передбачено 48 аудиторних годин: 16 годин лекційних та 32 години лабораторних занять.

Методичні вказівки ставлять за мету набуття майбутніми спеціалістами знань про методи отримання, будову, фізичні та хімічні властивості, закономірності перетворень гетероциклічних сполук.

Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу «Основи хімії гетероциклічних сполук» містять описи синтезів деяких гетероциклічних сполук, їх хімічних перетворень, а також вивчення їх фізичних та хімічних властивостей. Проведення синтезів дає змогу студентам краще засвоїти теоретичний матеріал, оволодіти практичними навичками роботи з органічними речовинами, формулювати висновки за результатами проведених синтезів, вивчити правила безпечної роботи в лабораторії.

Під час підготовки до виконання лабораторної роботи студенти повинні опрацювати відповідні розділи теоретичного матеріалу, підготувати відповідну лабораторну роботу у лабораторному журналі та виконати всі необхідні розрахунки до неї.

# ОСНОВНІ ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ З ОРГАНІЧНИМИ РЕЧОВИНАМИ

## Вступ

Одним із основних видів навчальної діяльності в курсі вивчення хімії гетероциклічних сполук є проходження лабораторного практикуму. Під час виконання лабораторних робіт використовуються невеликі кількості речовин. Це дозволяє при малих витратах познайомитися з основними методами одержання та властивостями гетероциклічних сполук. Перш ніж приступити до виконання лабораторних робіт, необхідно ознайомитися з лабораторним устаткуванням, з методикою проведення основних лабораторних операцій, з правилами техніки безпеки при цьому.

Хімія, як і будь-яка експериментальна наука, висуває до себе певні вимоги. Оскільки безпечна робота в хімічній лабораторії і для себе, і для оточуючих є основою проведення і успіху експерименту, необхідно суворо дотримуватись правил організації роботи і техніки безпеки.

Найвірогіднішими джерелами нещасних випадків є: невміле поводження з хімічними речовинами (отруєння, хімічні опіки, пожежі, вибухи, алергії), з лабораторними приладами (ураження електричним струмом, термічні опіки і травми), а також із скляними приладами і посудом (порізи і т.д.). Тільки хороша організація роботи, дотримання правил роботи і заходів безпеки, дотримання трудової і учбової дисципліни дозволяють повністю виключити можливість нещасних випадків і аварій в лабораторіях.

Допуск в лабораторію до занять студентів дозволяється тільки після ознайомлення з інструкцією по техніці безпеки, первинного інструктажу і здачі заліку викладачу, що веде заняття в групі. Факт здачі заліку фіксується в спеціальному журналі під особистий підпис студентів, які пройшли інструктаж. Студенти, що не пройшли інструктаж, до роботи не допускаються. Особи, які грубо порушили правила роботи і техніки безпеки в лабораторії,

відсторонюються викладачем, інженером, лаборантом, або перевіряючим від виконання лабораторних робіт до повторної здачі інструктажу по техніці безпеки.

Відповідальність за зберігання реактивів, приладів, устаткування і матеріалів, правила їх видачі покладаються на інженера або лаборанта лабораторії. Кожен працюючий повинен знати, де в лабораторії знаходяться аптечка для надання першої медичної допомоги, індивідуальні засоби захисту (маска, рукавички, протигази), засоби пожежогасіння (ящик з піском, вогнестійка ковдра, вогнегасник), засоби для надання першої медичної допомоги (аптечка, розчини: натрій гідрокарбонату (3%), калій перманганату (1%), ацетатної кислоти (1%)).

Після закінчення занять всі студенти зобов'язані навести лад на своєму робочому місці: уважно оглянути і перевірити вимкнення електроенергії, води, приладів і апаратів, прибрати легкозаймисте сміття, вимити скляний посуд, здати реактиви та посуд лаборанту. Після цього здати робоче місце черговим по лабораторії, які в свою чергу здають лабораторію лаборанту.

### **Загальні правила проведення лабораторних робіт**

Кожному студенту, що працює в лабораторії, надається місце, яке він повинен утримувати в порядку і чистоті. При виконанні роботи не потрібно загромождувати робоче місце зайвими предметами.

При виконанні лабораторних робіт необхідно суворо дотримуватись наступних правил:

1. Перед заняттями студенту необхідно попередньо познайомитися з ходом проведення дослідів по навчальному посібнику, обдумуючи кожен дію. Приступати до виконання дослідів можна тільки після того, як студент здасть попередній звіт (назва, короткий опис ходу досліду, реакції) і пройде співбесіду та отримає допуск до виконання лабораторної роботи. Допуск до роботи у вигляді підпису викладача відмічається в робочому журналі студента.

2. Працюючий повинен знати основні властивості вихідних та кінцевих речовин, їх дію на організм, правила роботи з ними і на основі цього взяти всі заходи для безпеки проведення робіт.
3. У хімічній лабораторії потрібно працювати в халаті.
4. Не можна класти на лабораторні столи сторонні предмети (сумки, шапки і ін.), а також вішати в лабораторії верхній одяг.
5. У лабораторії забороняється бігати, голосно розмовляти, їсти, курити.
6. Категорично забороняється працювати в лабораторії самостійно у відсутності лаборанта чи викладача, оскільки навіть невелика непомічена несправність в обладнанні або помилка у виконанні експерименту може привести до важких наслідків.
7. Студентам **категорично забороняється** без дозволу викладача проводити які-небудь досліді, що не відносяться до даної роботи, або змінювати порядок проведення досліді. Слід пам'ятати, що кожний, навіть зовні досить простий дослід може виявитися при необдуманному виконанні небезпечним.
8. Під час роботи слід зберігати тишу, порядок і дотримуватися правил безпеки; забороняється займатися сторонніми справами.
9. Потрібно уникати безпосередніх контактів шкіри, очей і дихальних шляхів з хімікатами. Крім того, якщо у вас довге волосся, його слід акуратно прибрати, щоб воно не могло дотикатися до нагрівальних приладів, реактивів і т.д.
10. Якщо робота не може бути закінчена протягом одного заняття, то необхідно попередньо обговорити з викладачем, на якому етапі робота повинна бути зупинена і коли можна буде її закінчити.
11. Після закінчення роботи необхідно прибрати робоче місце, відключити електроприлади і газ, перекрити воду, здати робоче місце лаборанту.
12. Про будь-яку подію в лабораторії, навіть саму незначну, необхідно повідомити викладача або інженера.
13. Не соромитися запитувати про все, в чому у вас виникають сумніви!
14. Перед відходом з лабораторії рекомендується ретельно вимити руки.

## Правила техніки безпеки

Виконання лабораторної роботи і кожного окремого досліду вимагає суворого дотримання всіх вказівок, що містяться в описі роботи. Дослід повинен виконуватися ретельно, акуратно і без поспіху.

Хімічні реактиви для дослідів видає лаборант. Доступ студентів до місця зберігання хімічних реактивів є виключеним.

Заборонено проводити досліди в брудному посуді, а також користуватися для проведення дослідів речовинами з склянок без етикеток або з нерозбірливим написом.

При виконанні робіт потрібно дбайливо витратити реактиви, електроенергію і воду.

Не дозволяється брати реактиви незахищеними руками. Для цього слід використовувати шпатель і ложки.

Насипати або наливати реактиви необхідно на столі: сухі – над аркушем паперу, рідкі над скляною посудиною.

Не можна виливати надлишок реактиву з пробірки назад в реакційну склянку.

Не слід плутати корки від різних склянок. Щоб внутрішня сторона корка залишалася чистою, його кладуть на стіл зовнішньої поверхнею.

Не можна переносити реактиви загального користування на своє робоче місце.

У лабораторії забороняється пробувати на смак реактиви.

Всі роботи з отруйними і пахучими речовинами, з концентрованими розчинами кислот, лугів, а також упарювання їх розчинів слід проводити тільки у витяжній шафі. Дверцята шафи під час роботи повинні бути опущені до 18-20 см від її робочої поверхні.

Подрібнення твердих речовин, що дають їдкий пил (лугів, йоду і ін.), розведення концентрованих кислот і лугів, приготування хромової суміші і т.п.



потрібно проводити у фарфоровій посудині, а також у витяжній шафі, захистивши очі окулярами, а руки рукавичками.

Для одержання розчинів з концентрованих кислот необхідно лити *кислоту у воду*, а не навпаки, постійно перемішуючи. Розчинення концентрованої кислоти у воді, а особливо сульфатної супроводжується сильним нагріванням і розбризкуванням рідини, що може призвести до опіків.

Для розбавлення та змішування концентрованих кислот, а також для змішування речовин, які супроводжуються виділенням теплоти, потрібно користуватися хімічним тонкостінним скляним або фарфоровим посудом.

З легкозаймистими рідинами не можна працювати поблизу нагрівальних приладів. Забороняється нагрівати летючі легкозаймісті рідини, речовини (ефіри, бензини, спирти, ацетон і т.д.) на відкритому полум'ї. Для цього необхідно використовувати водяну або масляну баню.

Нагрівання на пальнику проводять наступним чином: спочатку прогрівають пробірку з вмістом протягом 15-20 секунд, потім приступають безпосередньо до нагрівання вмісту пробірки. При нагріванні не можна торкатися дном пробірки до отвору пальника. На пальнику можна нагрівати тільки посуд з термостійкого скла.

Пробірки при нагріванні закріплюють або в штативній лапці або в пробіротримачі ближче до отвору. Отвір пробірки необхідно направляти від себе і оточуючих, щоб уникнути викиду речовин з пробірки.

Знайомлячись із запахом речовини, не можна нахилитися над посудиною з рідиною і вдихати повними грудьми. Для цього потрібно направити рукою струмінь повітря від отвору посудини до себе і зробити носом легкий вдих.

Забороняється набирати ротом за допомогою піпетки або трубки будь-які речовини. Для цього слід користуватися сифоном або гумовою грушею.

Особливо уважно потрібно проводити збирання приладу чи установки зі скла. При цьому не можна затискати склянні вироби в лапки штативів без відповідної м'якої прокладки. Особливо обережно поведіться з тонкостінним посудом, термометрами і холодильниками.

Не можна нагрівати закупорені будь-які апарати і посудини, крім тих, які спеціально для цього призначені. Не можна нагрівати рідини в товстостінному і мірному посуді (він може лопнути).

При наливанні реактивів не можна нахилитися над отвором посудини щоб уникнути попадання бризків на обличчя та одяг. При використанні пробіротримача необхідно затискати пробірку ближче до відкритого кінця. Не можна також нахилитися над рідиною, що нагрівається, так як її може викинути. Ніколи не направляйте відкритий кінець пробірки до себе або у бік вашого сусіда.

Лужні метали повинні зберігатися під шаром гасу, толуену або ксилену, що не містять слідів води. Забороняється працювати з металічним натрієм поблизу водопровідного крана. Приступаючи до роботи, треба досуха витерти стіл і висушити посуд, в якій буде проводитися реакція з металічним натрієм. Після закінчення роботи не можна відразу мити цей посуд водою, слід спочатку знищити залишки натрію, розчиняючи їх в спирті. Залишки натрію або його обрізані шматки слід помістити в окрему банку із зневодненим гасом (толуеном або ксиленом) для наступного знищення.

Викидати залишки металічного натрію в каналізаційну раковину або тару для збирання сміття не дозволяється. Прилади і посуд, в яких можлива наявність частинок металічного натрію, потрібно спочатку промити етиловим спиртом і тільки після цього, коли увесь метал розчиниться в ньому, можна промивати водою.

Категорично забороняється зберігати бром в крихкому посуді. Для цього застосовують товстостінні склянки з притертимі пробками. Всі роботи з бромом слід проводити в добре вентиляваній витяжній шафі, в гумових рукавичках і захисних окулярах. При попаданні бромом на шкіру необхідно негайно протерти уражену ділянку спиртом, а потім змазати гліцерином.

Після проведення дослідів залишки металів в раковину не викидають, а збирають в банку. Дорогі реактиви (наприклад, залишки солей срібла) збирають в спеціально відведений посуд. Не можна виливати в раковину залишки

розчинників, горючих речовин, реакційні суміші, розчини кислот, лугів і інших шкідливих речовин. Вони повинні збиратися в спеціальний посуд з етикеткою «злив органіки».

Заборонено засмічувати раковини і зливи піском, папером, битим посудом і іншими твердими відходами, що приводить до виходу каналізації з ладу. Всі тверді відходи слід викидати в урну.

### **Правила протипожежної безпеки**

Обережно поведіться з нагрівальними приладами. Забороняється працювати з несправним обладнанням і приладами. Категорично забороняється використовувати для підключення електроприлади з оголеними дротами або з пошкодженою ізоляцією. При перегоранні спіралі електроплитки відключіть плитку від електромережі.

При проведенні дослідів, в яких може відбутися самозаймання, необхідно мати під руками азбестову ковдру, пісок, совок і т.п.

У разі займання горючих речовин швидко вимкніть вентиляцію витяжної шафи, погасіть спиртівку, знеструмійть електронагрівальні прилади, приберіть посуд з вогненебезпечними речовинами і гасіть пожежу:

- а) рідини, що горять, накрийте азбестом, а потім, якщо потрібно, засипте піском, але не заливайте водою;
- б) фосфор, що спалахнув, гасіть мокрим піском або водою;
- в) у разі загорання лужних металів гасіть полум'я тільки сухим піском, але не водою;
- г) у разі загорання одягу на людині необхідно накрити її азбестовою ковдрою;
- д) невеликі локальні пожежі гасити за допомогою вуглекислого вогнегасника; при великому задимленні використовувати протигаз.

## **Заходи першої допомоги при нещасних випадках**

У лабораторії бувають випадки, що вимагають невідкладної медичної допомоги, – порізи рук склом, опіки гарячими предметами, кислотами, лугами, отруєння. Кожен працюючий повинен знати, де в лабораторії знаходиться аптечка з медикаментами, уміти надати першу допомогу при різних травмах. У випадку необхідності потрібно негайно викликати швидку допомогу або ж потерпілого супроводити до лікаря.

### **Перша допомога при опіках**

Під час роботи в хімічній лабораторії найбільш імовірними є термічні і хімічні опіки.

1. При опіку гарячою рідиною або гарячим предметом пошкоджене місце треба промити проточною холодною водою протягом 5-10 хвилин. Потім слід потерпілого негайно доставити до найближчої лікувальної установи.
2. У випадку хімічних опіків уражену ділянку шкіри промивають великою кількістю прохолодної води протягом 15-20 хв (забороняється обробляти обпечені місця ватним тампоном), потім промивають розчином питної соди з масовою часткою натрій гідрогенкарбонату 3 % (при потраплянні кислоти) або розчином оцтової чи лимонної кислоти з масовими частками 1-2 % (при потраплянні лугу), потім знову промивають водою і накладають марлеву пов'язку з фурациліном.
3. При опіках під час роботи з металічним натрієм, а також фосфором необхідно ватним тампоном зняти з поверхні шкіри ці речовини, а потім промити великою кількістю води.
4. При опіках фенолом уражене місце від країв до центру обробляють етиловим спиртом.
5. При опіках бромом слід швидко змити бром за допомогою етанолу. Після цього ушкоджене місце змащують маззю від опіків. У випадку вдихання

парів брому слід змочити вату етиловим спиртом і глибоко вдихати пари спирту, а потім випити молоко і вийти на свіже повітря.

6. При попаданні хімічної речовини в очі їх необхідно добре промити протягом 10-15 хвилин струменем холодної води або, використовуючи промивалку так, щоб вона стікала від носа до скроні. Контактні лінзи перед промиванням слід зняти. Потім в будь-якому випадку потерпілого негайно доставити в офтальмологічну клініку.

7. При потраплянні в око кислоти найкраще відразу промити його чистою проточною водою, а потім накласти ватний тампон, змочений розчином натрій гідрокарбонату з масовою часткою 3 %.

8. Промивати очі при потраплянні лугу слід водою, а після цього – 2 % розчином борної кислоти (1 чайна ложка борної кислоти на склянку води). Після заключного промивання очей чистою водою під повіки вводять 2-3 краплі альбуциду з масовою часткою розчиненої речовини 30 %.

9. Промивати очі після опіку необхідно ретельно протягом 20-30 хв, а потім обов'язково звернутися до лікаря.

### **Перша допомога при пораненні**

Той, хто подає допомогу при пораненні, повинен з милом помити руки, а якщо це неможливо – змазати пальці йодною настоянкою. Торкатися рани навіть вимитими руками не дозволяється. Не дозволяється обмивати рану водою.

1. При незначних порізах склом треба видалити рештки скла з рани, змити кров, продезинфікувати розчином йоду і перев'язати бинтом.

2. При пораненні склом або іншим предметом рану промивають великою кількістю дистильованої води або тампоном промивають рану спиртом. Якщо рана забруднена, бруд видаляється лише навкруги, але ні в якому разі не з глибинних шарів рани. Шкіру навколо рани обробляють йодною настоянкою або розчином брильянтової зелені, перев'язують і звертаються до медпункту.

3. При серйозному порізі й сильній кровотечі необхідно накласти джгут вище рани, покрити рану стерильною марлею і негайно викликати лікаря.

### **Перша допомога при отруєннях**

#### **1. Отруєння карбон (II) оксидом**

*Ознаки отруєння:* запаморочення, головний біль, слабкість, блювання, шум у вухах, судоми і втрата свідомості.

*Перша допомога:* негайно вивести потерпілого на свіже повітря, звільнити від одягу, який заважає диханню, давати вдихати кисень (чистий або з добавкою вуглекислоти (CO<sub>2</sub>) з масовою часткою 5 %). Потерпілого потрібно тримати в теплі, зігрівати грілками або теплими компресами до рук і ніг. При потребі - робити штучне дихання до прибуття лікаря.

#### **2. Отруєння сірководнем**

*Ознаки отруєння:* запаморочення, головний біль, нудота, загальна слабкість. У деяких випадках може настати раптова смерть внаслідок ураження дихальних шляхів.

*Перша допомога:* треба забезпечити потерпілому доступ свіжого повітря, дати вдихати кисень із добавкою вуглекислоти з масовою часткою 5-7 %.

#### **3. Отруєння оксидами нітрогену**

*Ознаки отруєння:* оксиди нітрогену насамперед діють на слизову оболонку і дихальні шляхи, потім зумовлюють подразнення очей, сухість у горлі, кашель, іноді нудоту і блювання. Отруєння оксидами нітрогену особливо небезпечно для осіб, які страждають захворюваннями серця.

*Перша допомога:* потерпілому дати дихати чистим киснем. У зв'язку з можливим набряканням легень і порушенням кровообігу слід уникати навантажень, потрібен повний спокій. Не допускати охолодження тіла.

#### **4. Отруєння хлором**

*Ознаки отруєння:* подразнювання верхніх дихальних шляхів, за тривалої дії кашель посилюється і може завершитися спазмом окремих ділянок дихальних шляхів, може зупинитися дихання. Навіть за короткочасної дії хлору треба остерігатися гострого набрякання легень.

*Перша допомога:* негайно вивести потерпілого на свіже повітря, звільнити від одягу, що заважає диханню. Дати дихати киснем або вдихати з вати нашатирний спирт з етанолом, можна дати випити суспензію магній оксиду (10 г на склянку води). Покласти до рук і ніг потерпілого теплі компреси.

#### **5. Отруєння сірчистим газом**

*Ознаки отруєння:* подразнення слизових оболонок, кашель і чхання.

*Перша допомога:* потерпілого вивести на свіже повітря, вдихати нашатирний спирт з етанолом, застосувати інгаляцію 2 % розчином натрій гідрогенкарбонату.

#### **6. Отруєння амоніаком**

*Ознаки отруєння:* подразнення слизових оболонок, слезотеча і запалення очей, сильний кашель, жар у горлі. Крім того, у потерпілого з'являються нудота і приступи задухи.

*Перша допомога:* при отруєнні через вживання рідини з амоніаком дати випити велику кількість води з додаванням до неї ацетатної кислоти, викликати блювання, дати молока, яєчний білок, при отруєнні внаслідок вдихання амоніаку вивести потерпілого на свіже повітря, вдихати пари розведеної оцтової кислоти.

#### **7. Отруєння органічними рідинами**

У разі потрапляння в організм через рот отруйних органічних рідин: ацетон, формалін, метанол, анілін тощо – необхідно викликати блювання, а потім дати молока і яєчний білок.

## **ПОСУД ДЛЯ СИНТЕЗІВ**

### **Основні правила збирання приладів для проведення синтезів**

Досить відповідальною операцією при проведенні синтезу органічних сполук є складання приладів або установок, які будуть використовуватися для проведення синтезів, виділення й очистки кінцевих продуктів реакції.

Перед тим як приступити до складання приладу, необхідно підготуватися до виконання цієї роботи в цілому, тобто:

- уважно ознайомитися з методикою синтезу і чітко її знати;
- уявляти собі послідовність усіх майбутніх маніпуляцій - від складання приладу для проведення реакції до зважування очищеного продукту синтезу;
- приготувати весь необхідний посуд і реагенти; переконатися в тому, що посуд є чистим і сухим.

Лабораторні прилади для проведення синтезів в основному збираються з окремих скляних шліфованих частин. При одержанні від лаборанта набору посуду в першу чергу необхідно переконатися в тому, що шліфовані деталі підходять одна одній.

Усі шліфи в установці, яка буде використовуватися для синтезу, варто змастити вакуумною змазкою. Її варто наносити в розумних кількостях, щоб уникнути забруднення реакційної суміші або отриманого продукту. Обов'язково варто змазувати крани. Якщо ви отримали прилад з незмазаними кранами, і вони від легкого натискання не повертаються (шліфи "заїло"), ні в якому разі не намагайтеся зробити це із силою, необхідно звернутися до викладача або лаборанта.

Збираючи прилад, приходиться надівати на склянні "відростки" гумові трубки. Для зниження тертя рекомендується злегка змочити трубку водою або гліцерином. Гумові шланги надівають на холодильники перед збиранням приладу. Ні в якому разі не надівайте шланги на холодильник, що є частиною вже зібраної конструкції!

Підготувавши окремі частини – предмети лабораторного посуду, вибирають штатив, який буде підходити по висоті (прилад повинний бути стійким!) і металеві лапки для кріплення частин приладу. Пам'ятають про те, що безпосередній контакт між металом лапок і склом неприпустимий - необхідно прокладати між ними шматки гуми (у деяких лапках такі прокладки, гумові або коркові, передбачені конструкцією).



Якщо реакцію проводять при нагріванні або перемішуванні, на підставку штатива ставлять (або закріплюють на штанзі штатива) плитку або мішалку. Якщо ж нагрівання здійснюється за допомогою пальника, то відстань між пальником і колбою має бути 7-10 см. Тільки тоді, коли всі відстані виміряні, до штатива кріпиться перша лапка, причому правий фіксуючий гвинт регулює рух лапки вниз по штанзі штатива, а лівий – кут повороту і відстань від лапки до штанги. Ця лапка утримує основну реакційну колбу. Кріпити колбу в затискачі лапки потрібно на шліфі. Далі в шліфи цієї колби, якщо вона двох- або трьохгорла вставляються інші частини приладу, при необхідності кріпляться лапками від інших штативів (наприклад, прямий холодильник при перегонці продукту кріпиться тільки на іншому штативі!).

Після того, як прилад зібрано, пускається струмінь води (не сильно, а тільки для забезпечення охолодження) і обережно (при використанні механічної мішалки – обов'язково дотримуючи рукою її вал) включається електроживлення. Потім необхідно оглянути всі шліфовані з'єднання, переконатися в правильності їх зібрання і тільки після цього можна поміщати в зібраний прилад реагенти і розпочинати синтез.

### **Миття і висушування хімічного посуду**

Хімічний посуд повинний бути чистим. Необхідно знати: брудний посуд варто мити відразу ж після закінчення роботи.

Перш ніж розпочати миття, ретельно видаляють залишки змазки зі шліфів і кранів за допомогою вати, змоченої відповідним розчинником. Звичайно для цього використовують хлороформ або  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Дані розчинники отруйні, тому варто користуватися пінцетом і працювати під тягою. Традиційно іноді використовують менш токсичний ефір, однак він леткий і досить дорогий. Вакуумна змазка не розчиняється в ацетоні!

Скляний посуд вважається чистим, якщо на його стінках не утворюються окремі краплі і вода залишає рівномірну тонку плівку або повністю стікає

(поводження води визначається типом скла). Видаляти забруднення зі стінок посуду можна різними методами: механічними, фізичними, хімічними і т.п.

Якщо хімічний посуд не забруднений смолами, жирами й іншими нерозчинними у воді речовинами, то його можна мити теплою водою, застосовуючи щітки, йоршики та пральний порошок. Користуватися содою можна, але сучасні детергенти краще.

Для видалення з посуду нерозчинних у воді органічних речовин часто користуються органічними розчинниками. Ефективне використання хлороформу. Смолисті забруднення добре видаляються гарячим диметилформамідом. Забруднені органічні розчинники варто збирати в спеціальні склянки.

Для очищення посуду хімічними методами найчастіше застосовують хромову суміш, калій перманганат, суміш хлоридної кислоти і пероксиду водню, сульфатну кислоту, розчини лугів. Хромову суміш є сильним окисником і використовується для миття посуду, забрудненого відносно невеликими кількостями речовин, нерозчинних у воді і доступних органічних розчинниках. При роботі з хромовою сумішшю потрібно дотримувати особливої обережності, тому що вона роз'їдає шкіру, пошкоджує одяг. Крім того, сполуки хрому (IV) отруйні.

Перед миттям хромовою сумішшю посуд промивають водою, а потім наливають до 2/3 об'єму посудини хромову суміш і змочують нею стінки. Зливають всю суміш назад у посудину, в якій вона зберігалася і промивають посуд теплою водою. Використання хромової суміші в лабораторії органічного синтезу є не дуже ефективним, так як суміш швидко псується. Ознакою її непридатності для миття служить зміна кольору від темно-жовтогарячого до темно-зеленого. Якщо в суміші накопичується багато води, її ефективність різко падає (така суміш має жовтогарячий колір, на дні й іноді на поверхні – червоний кристалічний осад).

Після промивання чистою водою посуд варто добре висушити. Для швидкої сушки чистий посуд промивають ацетоном і сушать в сушильній шафі.

## МЕТОДИЧНІ РОЗРОБКИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

### Лабораторна робота № 1.

**Тема.** Одержання та вивчення властивостей гетероциклічних сполук.

#### *1. Одержання фурфуролу та дослідження реакцій за карбонільною групою.*

##### *1.1. Добування фурфуролу*

У пробірку помістити соснові ошурки масою 2 г і додати розчин розведеної хлоридної кислоти об'ємом 2 см<sup>3</sup>. Пробірку закрити пробкою зі зворотним холодильником і нагріти на киплячій водяній бані 10 хв. Після цього зворотній повітряний холодильник змінити на газовідвідну трубку. Пробірку під нахилом закріпити в штативі, нагріти її полум'ям горілки, відігнати в іншу пробірку рідину об'ємом 2-3 см<sup>3</sup>.

##### *1.2. Реакції нуклеофільного приєднання з відщепленням*

У пробірку помістити розчин 2,4-динітрофенілгідразин хлориду об'ємом 1 см<sup>3</sup>. При енергійному струшуванні додати розчин фурфуролу об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>.

##### *1.3. Реакція конденсації*

Шматочок фільтрувального паперу змочити розчином аніліну в оцтовій кислоті і нанести краплю розчину фурфуролу.

##### *1.4. Окисно-відновні реакції*

###### *- окиснення реактивом Толленса*

До амоніачного розчину аргентум нітрату додати декілька крапель розчину фурфуролу, пробірку закрити пробкою з повітряним холодильником і обережно нагріти на водяній бані декілька хвилин при 60-70 °С. Під час нагрівання не можна струшувати пробірку, інакше металеве срібло виділиться у вигляді чорного осаду.

###### *- реакція з фуксинсірчистою кислотою*

У пробірку налити 2 краплі розчину фуксинсірчистої кислоти та додати 2 краплі розчину фурфуролу.

## ***2. Дослідження властивостей піридину, хіноліну, ізохіноліну.***

### ***2.1. Розчинність***

У пробірку налити розчин відповідної гетероциклічної сполуки об'ємом 1 см<sup>3</sup>. Додати воду об'ємом 5 см<sup>3</sup>.

### ***2.2. Кислотно-основні властивості***

До краплі розчину відповідної гетероциклічної сполуки додати концентровану хлоридну кислоту об'ємом 0,2 см<sup>3</sup>.

### ***2.3. Окисно-відновні реакції***

У пробірці змішати розчин відповідної гетероциклічної сполуки об'ємом 1 см<sup>3</sup> з розчином калій перманганату об'ємом 1 см<sup>3</sup> і розчином натрій карбонату об'ємом 0,5 см<sup>3</sup>. Суміш нагріти.

### ***2.4. Реакції утворення солей***

#### ***- реакція з розчином ферум(III) хлориду***

До розчину відповідної гетероциклічної сполуки об'ємом 0,5 см<sup>3</sup> додати розчин ферум(III) хлориду об'ємом 1 см<sup>3</sup>.

#### ***- реакція з розчином таніну***

До розчину відповідної гетероциклічної сполуки об'ємом 1 см<sup>3</sup> додати розчин таніну об'ємом 3 см<sup>3</sup>.

### ***2.5. Реакція електрофільного приєднання***

До розчину відповідної гетероциклічної сполуки об'ємом 0,1-0,2 см<sup>3</sup> додати розчин етилідиду об'ємом 0,1-0,2 см<sup>3</sup>. Пробірку кілька хвилин нагрівати на водяній бані.

### ***2.6. Якісна реакція (утворення комплексних солей)***

До водного розчину відповідної гетероциклічної сполуки обережно по стінкам пробірки додати 1 краплю розчину купрум(II) сульфату.

## ***3. Дослідження властивостей сечової кислоти.***

### ***3.1. Розчинність гетероциклічних сполук***

В пробірку помістити сечову кислоту масою 0,01 г, додати воду об'ємом 2-3 см<sup>3</sup>. Суміш нагріти.

### **3.2. Кислотно-основні властивості**

До водного розчину сечової кислоти об'ємом 1 см<sup>3</sup> додати розчин натрій гідроксиду об'ємом 1 см<sup>3</sup>. Утворений розчин розділити на дві частини. До однієї частини додати насичений розчин амоній хлориду.

### **3.3. Окисно-відновні властивості**

#### **- реакція з фелінговою рідиною**

До раніше отриманого лужного розчину сечової кислоти (дослід 3.1.) додати однаковий об'єм фелінгової рідини. Суміш прокип'ятити.

#### **- мурексидна проба (якісна реакція)**

Лужний розчин сечової кислоти помістити в фарфорову чашку, додати 2-3 краплі концентрованої нітратної кислоти (витяжна шафа!) і обережно випарити досуха на пісочній бані. Утворений залишок поділити на дві частини: до першої частини додати краплю розчину амоніаку, а до другої – краплю розчину натрій гідроксиду.

## **4. Дослідження властивостей індигокарміну і метиленового блакитного.**

### **4.1. Окисно-відновні реакції**

#### **- окиснення індигокарміну**

До розчину індигокарміну об'ємом 2 см<sup>3</sup> додати декілька крапель концентрованої нітратної кислоти.

#### **- відновлення індигокарміну**

У пробірку помістити натрій карбонат масою 0,1 г і налити розчин глюкози об'ємом 4 см<sup>3</sup>, суміш перемішати. Потім по краплях додати розчин індигокарміну (натрієва сіль індигосульфокислоти) до забарвлення розчину в темно-синій колір. Реакційну суміш підігріти до зникнення синього кольору і появи жовтого.

#### **- відновлення метиленового блакитного**

Декілька крапель розчину метиленового блакитного перенести в стакан з водою об'ємом 10 см<sup>3</sup>. До нього додати розчин глюкози об'ємом 2 см<sup>3</sup> та концентрований розчин натрій гідроксиду об'ємом 3 см<sup>3</sup>.

### 5. Дослідження якісної реакції на ніотинову кислоту.

У пробірку помістити ніотинову кислоту масою 0,1 г, розчинити її у киплячій воді об'ємом 2 см<sup>3</sup> і додати декілька крапель розчину купрум(II) сульфату.

Зробити висновки про залежність властивостей гетероциклічних сполук від їх складу і будови та про зміну реакційної здатності піридину, хіноліну та ізохіноліну.

| Назва гетероцикл. сполуки | Тип реакції                                      | Назва досліду                           | Спостереження        |
|---------------------------|--|---|----------------------|
| Піридин                   | Розчинність                                      | розчинність у воді                      |                      |
|                           | Кислотно-основні властивості                     | основні властивості                     |                      |
|                           | Реакції утворення солей                          | а) реакція з розчином FeCl <sub>3</sub> |                      |
|                           |  | б) реакція з розчином таніну            |                      |
|                           | Реакції електрофільного приєднання               | реакція з етилідидом                    |                      |
| Якісна реакція            | реакція з розчином CuSO <sub>4</sub>             |   |                      |
| Хінолін, ізохінолін       | Розчинність                                      | розчинність у воді                      |                      |
|                           | Кислотно-основні властивості                     | основні властивості                     |                      |
|                           | Реакції утворення солей                          | а) реакція з розчином FeCl <sub>3</sub> |                      |
|                           |  | б) реакція з розчином таніну            |                      |
|                           | Реакції електрофільного приєднання               | реакція з етилідидом                    |                      |
| Якісна реакція            | реакція з розчином CuSO <sub>4</sub>             |   |                      |
| Фурфурол                  | Реакції нуклеофільного приєднання з відщепленням | одержання фенілгідразону фурфуролу      |                      |
|                           | Реакції конденсації                              | утворення основ Шиффа                   |                      |
|                           | Окисно-відновні реакції                          | а) окиснення реактивом Толленса         |                      |
|                           |  | б) реакція з фуксинсірчистою кислотою   |                      |
| Сечова кислота            | Розчинність                                      | розчинність у воді                      |                      |
|                           | Кислотно-основні властивості                     | основні властивості                     |                      |
|                           | Окисно-відновні реакції                          | а) реакція з фелінговою рідиною         |                      |
|                           |  | б) мурексидна проба (якісна реакція)    | з NH <sub>4</sub> OH |
|                           | з NaOH   |   |                      |

|                          |   |                                    |  |
|--------------------------|---|------------------------------------|--|
| Індигокармін             | Окисно-відновні реакції                     | а) окиснення                       |  |
|                          |   | б) відновлення                     |  |
| Метиленовий<br>блакитний | Окисно-відновні реакції                     | відновлення                        |  |
|                          | Якісна реакція (реакція<br>утворення солей) | реакція з розчином $\text{CuSO}_4$ |  |

## Лабораторна робота № 2

**Тема.** Синтез 4,5-дифеніл-2-меркаптоімідазолу.

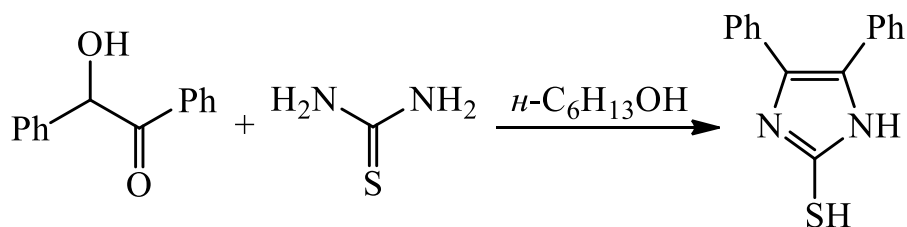
### Прилади та посуд.

- Штатив з муфтою та лапкою
- Магнітна мішалка з нагрівом
- Якір магнітний
- Масляна баня
- Силіконова змазка
- Круглодонна колба на 50 мл
- Дефлегматор
- Мірний циліндр на 10 мл
- Шпатель
- Фільтр Шотта з пористістю 40
- Насадка для фільтрування
- Водоструменевий насос

### Реактиви та розчинники.

- Бензоїн
- Тіосечовина
- *n*-Гексанол
- Етанол

### Схема реакції та розрахунки.



$$m(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_2) = \_\_ \text{ г}$$

$$m(\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}) = \_\_ \text{ г}$$

$$m_{\text{т}}(\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}) = \_\_ \text{ г}$$

$$m_{\text{п}}(\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}) = \_\_ \text{ г}$$

$$\eta(\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}) = \_\_ \%$$

### Техніка виконання роботи.

У круглодонну колбу, оснащену магнітною мішалкою з нагрівом, масляною банею та дефлегматором, вносять 5 ммоль бензоїну, 5 ммоль тіосечовини та 10 мл *n*-гексанолу. Реакційну суміш кип'ячать протягом 5 год, далі охолоджують до кімнатної температури, утворений осад відфільтровують та промивають на фільтрі водою. Перекристалізують з водного розчину етанолу та сушать у сушильній шафі при 100 °С.



**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру плавлення, вихід продукту реакції.

### Лабораторна робота № 3

**Тема.** Синтез 2-тіо-4,6-діамінопіримідину.

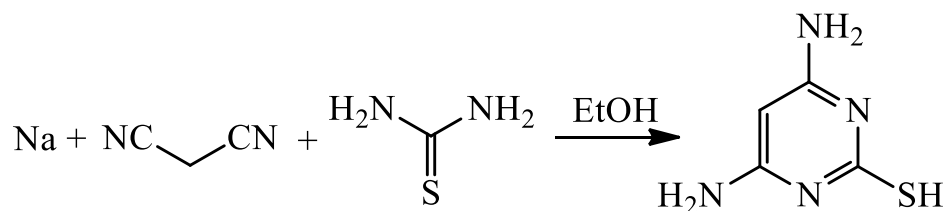
#### Прилади та посуд.

- Штатив з муфтою та лапкою
- Магнітна мішалка з нагрівом
- Якір магнітний
- Охолоджена водяна баня
- Масляна баня
- Силіконова змазка
- Роторний випарювач
- Зворотній холодильник з водяним охолодженням
- Круглодонна колба на 50 мл – 2 шт
- Пінцет та скальпель
- Мірний циліндр на 10 мл
- Хімічний стакан на 100 мл
- Індикаторний папір
- Шпатель
- Фільтр Шотта з пористістю 40
- Насадка для фільтрування
- Водоструменевий насос

#### Реактиви та розчинники.

- Малонодинітрил
- Тіосечовина
- Натрій металічний
- Абсолютний етанол
- Дистильована вода
- Ізопропанол

#### Схема реакції та розрахунки.



$$m(\text{Na}) = \_ \text{ г}$$

$$m(\text{C}_3\text{H}_2\text{N}_2) = \_ \text{ г}$$

$$\rho(\text{C}_3\text{H}_2\text{N}_2) = 1.05 \text{ г/мл}$$

$$V(\text{C}_3\text{H}_2\text{N}_2) = \_ \text{ мл}$$

$$m(\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}) = \_ \text{ г}$$

$$m_{\text{т}}(\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{S}) = \_ \text{ г}$$

$$m_{\text{п}}(\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{S}) = \_ \text{ г}$$

$$\eta(\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_4\text{S}) = \_ \%$$

### **Техніка виконання роботи.**

У круглодонній колбі, оснащеній магнітною мішалкою та охолодженною водяною банею, вносять 9 мл абсолютного етанолу та при інтенсивному перемішуванні додають порціями та розчиняють 20 ммоль металічного натрію. До отриманого натрій етилату при інтенсивному перемішуванні додають 10 ммоль малонитрилу, утворюється дрібний білий осад, до якого додають 10 ммоль тіосечовини. Після цього змінюють водяну баню на масляну, під'єднують зворотній холодильник із водяним охолодженням та кип'ятять реакційну суміш протягом 2 год; охолоджують до кімнатної температури та випарюють на роторному випарювачі 2/3 об'єму розчинника. До отриманого залишку додають 16 мл дистильованої води та нагрівають до 80 °С; охолоджують до 40 °С; розчином хлоридної кислоти доводять рН ~ 7-8 до утворення осаду, який відфільтровують на фільтрі Шотта та висушують на повітрі. Перекристалізують з ізопропанолу та сушать у сушильній шафі при 100 °С.

**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру плавлення, вихід продукту реакції.

## Лабораторна робота № 4

**Тема.** Синтез бензімідазолу.

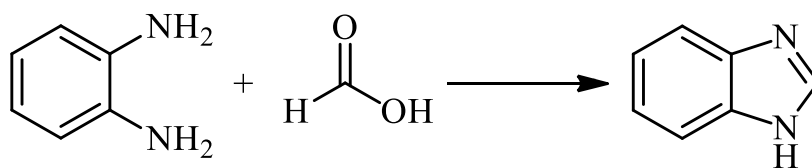
### Прилади та посуд.

- Штатив з муфтою та лапкою
- Магнітна мішалка з нагрівом
- Якір магнітний
- Масляна баня
- Силіконова змазка
- Зворотній холодильник з водяним охолодженням
- Круглодонна колба на 50 мл – 2 шт
- Ртутний термометр
- Мірний циліндр на 10 мл
- Хімічний стакан на 100 мл
- Індикаторний папір
- Шпатель
- Фільтр Шотта з пористістю 40
- Насадка для фільтрування
- Водоструменевий насос

### Реактиви та розчинники.

- *o*-Фенілендіамін
- 40% форміатна кислота
- Натрій гідроксид
- Дистильована вода

### Схема реакції та розрахунки.



$$m(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2) = \text{__ г}$$

$$m_{\text{т}}(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \text{__ г}$$

$$m_{\text{п}}(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \text{__ г}$$

$$\eta(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \text{__ \%}$$

### Техніка виконання роботи.

У круглодонну колбу, оснащену магнітною мішалкою, масляною банею та зворотнім холодильником, поміщують суміш *o*-фенілендіаміну 16.6 ммоль та 3.5 мл 40%-го розчину форміатної кислоти. Суміш нагрівають при температурі бані 90-100 °С протягом 1 год, до утворення однорідної суміші та

охолоджують. До реакційної маси повільно, при перемішуванні, додають розчин їдкого натру (0,8 г в 8 мл води) до рН ~ 7-8 та утворення осаду, який відфільтровують на фільтрі Шотта, промивають холодною водою та висушують на повітрі. Перекристалізують бензімідазол з води, сушать на повітрі.

**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру плавлення, вихід продукту реакції.

## Лабораторна робота № 5

**Тема.** Синтез 2-метил-2,3-дигідроімідазо[2,1-*b*][1,3]тіазол-5(6*H*)-ону.

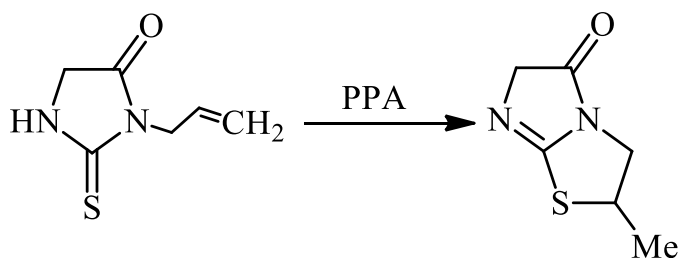
### Прилади та посуд.

- Штатив з муфтою та лапкою
- Магнітна мішалка з нагрівом
- Якір магнітний
- Масляна баня
- Круглодонна колба на 50 мл
- Ртутний термометр
- Мірний циліндр на 10 мл
- Хімічний стакан на 100 мл – 2 шт
- Ділильна лійка з скляним корком
- Лійка скляна
- Скляна паличка
- Вата
- Роторний випарювач
- Силіконова змазка

### Реактиви та розчинники.

- 3-Аліл-2-тіогідантоїн
- Ортофосфатна кислота
- Фосфор (V) оксид
- Калій карбонат
- Лід
- Дистильована вода
- Хлористий метилен
- Натрій сульфат

### Схема реакції та розрахунки.



$$m(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \text{ г}$$

$$m_{\text{т}}(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \text{ г}$$

$$m_{\text{п}}(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \text{ г}$$

$$\eta(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \%$$

### Техніка виконання роботи.

У круглодонну колбу, оснащену магнітною мішалкою, масляною банею та термометром, вносять 5.5 мл ортофосфатної кислоти та додають при перемішуванні 10 г фосфор (V) оксиду, реакційну колбу нещільно закривають

корком. Отриману суміш нагрівають при температурі бані 80 °C протягом 30 хв. До отриманого розчину поліфосфорної кислоти додають 2 ммоль 3-аліл-2-тіогідантоїну та продовжують нагрівати при температурі бані 105-110 °C протягом 1 год. Після нагрівання реакційну суміш охолоджують до кімнатної температури та виливають на лід. Отриманий водний розчин нейтралізують розчином  $K_2CO_3$  до рН ~ 7-8 та припинення виділення бульбашок газу. Далі водний шар екстрагують хлороформом (3 рази по 10 мл), органічні фракції об'єднують, засипають безводним  $Na_2CO_3$  та залишають стояти протягом 30 хв. Після цього органічний шар профільтровують через вату та випарюють до залишку на роторному випарювачі.

**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру плавлення, вихід продукту реакції.

## Лабораторна робота № 6

**Тема.** Синтез 3-гідрокси-3,4-дигідро-2*H*-бензо[4,5]імідазо[2,1-*b*][1,3]тіазину.

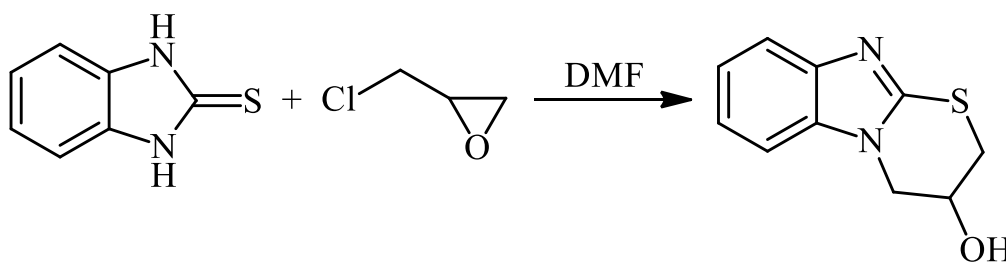
### Прилади та посуд.

- Штатив з муфтою та лапкою
- Магнітна мішалка з нагрівом
- Якір магнітний
- Масляна баня
- Силіконова змазка
- Ртутний термометр
- Круглодонна колба на 50 мл – 2 шт
- Дефлегматор
- Мірний циліндр на 10 мл
- Хімічний стакан на 100 мл
- Шпатель
- Фільтр Шотта з пористістю 40
- Насадка для фільтрування
- Водоструменевий насос

### Реактиви та розчинники.

- Бензімідазол-2-тіол
- Калій карбонат
- 2-(Хлорометил)оксиран
- ДМФА сухий
- Лід
- Дистильована вода

### Схема реакції та розрахунки.



$$m(\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \text{ г}$$

$$m(\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}) = \_\_ \text{ г}$$

$$V(\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}) = \_\_ \text{ мл}$$

$$m_{\text{т}}(\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \text{ г}$$

$$m_{\text{п}}(\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \text{ г}$$

$$\eta(\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}) = \_\_ \%$$

### Техніка виконання роботи.

У круглодонну колбу, оснащену магнітною мішалкою, масляною банею та дефлегматором, поміщають 7 ммоль бензімідазол-2-тіолу, 7 ммоль  $\text{K}_2\text{CO}_3$  в 5 мл сухого DMF. До отриманої суспензії додають 7 ммоль 2-



(хлорометил)оксирану. Реакційну суміш нагрівають при перемішуванні та температурі бані 60-70 °С протягом 3 год. Охолоджують до кімнатної температури, розчин виливають на лід, отриманий осад відфільтровують на фільтрі Шотта та промивають водою. Осад сушать на повітрі.

**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру плавлення, вихід продукту реакції.



Відгон нейтралізують при перемішуванні з 5 г натрій карбонату, насичують натрій хлоридом та переносять в колбу В'юрца. Відганяють приблизно 1/3 об'єму суміші. Перші порції дистиляту, які є емульсією, збирають окремо, переносять в ділильну лійку і дають відстоятися. Нижній шар фурфуролу відділяють. Водний (верхній) шар додають до залишеної частини дистиляту, додають 0,5 г натрій хлориду і відганяють 1/3 об'єму розчину. До дистиляту знову додають 0,5 г хлориду натрію і фільтрують через складчастий фільтр в колбу об'ємом 200 мл.

Фільтрат переносять в ділильну лійку. Екстракцію фурфуролу проводять трьома порціями ефіру по 25 мл, збираючи ефірний (верхній) шар в окрему колбу. Перед другим екстрагуванням в дистилят додають 1 г натрій хлориду. Ефірну витяжку додають до раніше відігнутого фурфуролу, осушують безводним натрій сульфатом і фільтрують через складчастий фільтр.

Фільтрат переносять в колбу В'юрца, обережно на водяній бані відганяють ефір, а суміш що залишилася переганяють з повітряним холодильником, збираючи фракцію, яка кипить при 160-162 °С.

**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру кипіння, вихід продукту реакції.

## Лабораторна робота № 8

**Тема.** Синтез 8-гідроксихіноліну.

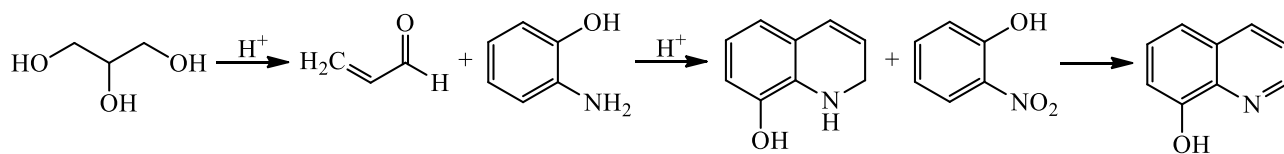
### Прилади та посуд.

- Штативи з муфтами та лапками
- Магнітна мішалка з нагрівом
- Якір магнітний
- Ртутний термометр
- Пароутворювач
- Силіконова змазка
- Масляна баня
- Круглодонна колба на 250 мл
- Зворотній холодильник
- Холодильник Лібіха
- Мірний циліндр на 25 мл
- Хімічний стакан на 200 мл – 2 шт
- Круглодонна колба на 50 мл
- Насадка для фільтрування
- Фільтр Шотта
- Шпатель
- Індикаторний папір
- Водоструменевий насос

### Реактиви та розчинники.

- Гліцерол
- *o*-Нітрофенол
- *o*-Амінофенол
- Сульфатна кислота конц.
- Натрій гідроксид
- Натрій карбонат

### Схема реакції та розрахунки.



$$m(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3) = 20 \text{ г}$$

$$m(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3) = 4.7 \text{ г}$$

$$m(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}) = 7 \text{ г}$$

$$V(\text{H}_2\text{SO}_4) = 17 \text{ мл}$$

$$m_r(\text{C}_9\text{H}_7\text{N}_2\text{O}) = 16.6 \text{ г}$$

$$m_{\text{п}}(\text{C}_9\text{H}_7\text{N}_2\text{O}) = \_ \text{ г}$$

$$\eta(\text{C}_9\text{H}_7\text{N}_2\text{O}) = \_ \%$$

### **Техніка виконання роботи.**

Круглодонну колбу, оснащену магнітною мішалкою, масляною банею та зворотнім холодильником, вносять 20 г гліцеролу, 4.7 г *o*-нітрофенолу (окисник), 17 мл концентрованої сульфатної кислоти та 7 г *o*-амінофенолу. Реакційну суміш при перемішуванні обережно нагрівають до температури 135°C. Нагрівання зупиняють, якщо починається бурхливе кипіння реакційної суміші; реакція сповільнюється через 15-20 хв. Після цього продовжують нагрівання при постійному перемішуванні при температурі 135-145 °C протягом 3 год. Реакційну суміш охолоджують до кімнатної температури та відганяють з водяною парою непрореагований *o*-нітрофенол. Залишок в колбі нейтралізують спочатку твердим натрій гідроксидом до слабо кислої реакції (надлишок натрій гідроксиду потрібно уникати, так як 8-гідроксіхінолін утворює сіль), а потім содою – до нейтральної реакції.

Отриманий 8-гідроксіхінолін переганяють з водяною парою. Кристали 8-гідроксіхіноліну можуть осаджуватись на стінках холодильника. Їх переводять в розчин, пропускаючи через холодильник потік пари. Отримані кристали відфільтровують та сушать на повітрі.

**Висновки** повинні містити інформацію про синтезовану сполуку, а саме: зовнішній вигляд, температуру плавлення, вихід продукту реакції.

## СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Смит В.А., Дильман А.Д. Основы современного органического синтеза. - М.: БИНОМ, Лаборатория знаний, 2009. - 750 с.
2. Смит В., Бочков А., Кейпл Р. Органический синтез: наука и искусство. – М.: Мир, 2001. - 573 с.
3. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия. – М.: Мир, 2015. – 704 с.
4. Маки Р., Смит Л. Путеводитель по органическому синтезу. – М.: Мир, 1985. – 352 с.
5. Бочков А.Ф., Смит В.А. Органический синтез: Цели, методы, тактика, стратегия. – М.: Наука. 1987. – 304 с.
6. Беккер Х., Домшке Г., Фангхенель Э. и др. Органикум. Практикум по органической химии. В 2 т. – М.: Мир, 1979. – Т.І. 454 с.; Т.ІІ. 442 с.
7. Мандельштам Т.В. Стратегия и тактика органического синтеза. – Л.: Изд-во ЛГУ, 1989. – 212 с.
8. Марч Дж. Органическая химия. Реакции, механизмы и структура. Углубленный курс для университетов и химических вузов: В 4 т. – М.: Мир. 1987.
9. Ведута В.В. П'янькова Г.В. Техніка експерименту та практичні роботи в спецпрактикумі «Методи органічного синтезу» - Одеса: Удача, 2009. - 74 с.
10. Ведута В.В. Методи органічного синтезу. Курс лекцій. Частина 1. Методи утворення зв'язків С-Н, С-О, С-галоген” (методичний посібник для студентів хімічного факультету). - Одеса: Удача, 2011. – 83 с.
11. Ласло П. Логика органического синтеза: В 2-х томах / Пер. фр. – М.: Мир, 1998. – Т.1: Теоретические представления и основные факты. - 229 с. Т.2: Примеры и иллюстрации. - 200 с.
12. Мищенко Г.Л., Вацуру К.В. Синтетические методы органической химии. - М.: Химия, 1982. – 440 с.
13. Вацуру К.В., Мищенко Г.Л. Именные реакции в органической химии. – М.: Химия, 1976. – 528 с.
14. Защитные группы в органической химии. / Под ред. Дж. МакОми. – М.: Мир. 1976. – 255 с.

**Навчально-методичне видання**

**Салієва Леся Миколаївна**

**Сливка Наталія Юріївна**

**ОСНОВИ ХІМІЇ ГЕТЕРОЦИКЛІЧНИХ СПОЛУК**

**Методичні рекомендації**

**до лабораторних робіт**

Друкується в авторській редакції

Підписано до друку . Формат 60×84 1/16

Ум. друк. арк. 2.13. Зам. № . Тираж 50

Папір офсетний. Гарнітура Times. Друк офсетний

Друк П “Зоря–плюс” ВОО ВОІ СОІУ

43025, м. Луцьк, вул. Степана Бандери, 20

Свідоцтво гол. упр. внутр. політики

та зв’язків з громад. Волиноблдержадміністрації

ВЛн № 49 від 17.10.2011 р.