

Волинський національний університет імені Лесі Українки
Хімічний факультет
Кафедра органічної та біоорганічної хімії

**Проц Д. І., Кадикало Е. М., Марушко Л. П.,
Драгонюк М. А.**

ОРГАНІЧНА ХІМІЯ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

ЧАСТИНА II

Луцьк – 2011

УДК 547(072)

ББК 24.2я81

Рекомендовано до друку методичною радою Волинського національного університету імені Лесі Українки (протокол № 6 від 23 лютого 2011 р.)

Рецензенти:

Демчук В. В. – кандидат біологічних наук, професор кафедри органічної та біоорганічної хімії Волинського національного університету імені Лесі Українки;

Піскач Л. В. – кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної та фізичної хімії Волинського національного університету імені Лесі Українки.

Проц Д. І., Кадикало Е. М., Марушко Л. П., Драгонюк М. А.

Органічна хімія: метод. вказівки до лабораторного практикуму для студ. спец. “Хімія”. Частина II. – Луцьк: ПП Іванюк В. П. (Свідоцтво Держкомінформу України ВЛн № 31 від 04.02.2004 р.), 2011. – 72 с.

Методичний посібник містить робочий план лабораторного практикуму (2-га частина) та методичні розробки лабораторних робіт з навчального курсу “Органічна хімія”.

Для студентів спеціальності 6.040101 – “Хімія”, викладачів та лаборантів, які проводять лабораторні заняття.

© Проц Д. І., Кадикало Е. М., Марушко Л. П., Драгонюк М. А., 2011

Пояснювальна записка

Навчальна дисципліна “Органічна хімія” для студентів спеціальності 6.040101 – “Хімія” викладається у 5-му та 6-му семестрах. У даному посібнику наведені методичні розробки лабораторних занять на 6-ий семестр. На цей семестр для виконання лабораторного практикуму навчальним планом передбачено 84 години. Протягом цього часу студенти повинні виконати декілька лабораторних робіт із вивчення властивостей органічних сполук різних класів, виконати індивідуально ряд синтезів органічних сполук (у вигляді запропонованих ланцюжків перетворень), а також провести ідентифікацію невідомої органічної речовини методом якісного елементного аналізу.

Як допуск до виконання лабораторної роботи на кожному занятті перевіряються знання студентами методики та техніки виконання експерименту.

Таким чином, за кожне заняття студенти отримують певну кількість балів за такі види навчальної діяльності:

- підготовка до виконання лабораторної роботи;
- виконання експерименту з дотриманням правил техніки безпеки та виконання;
- правильність оформлення і пояснення отриманих результатів.

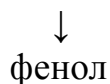
РОБОЧИЙ ПЛАН
лабораторного практикуму з органічної хімії

| Тиждень | Тема заняття. Види контролю знань | Кількість годин |
|---|---|--------------------|
| Змістовий модуль 1. Карбонові кислоти та їх похідні | | |
| 1 | Лаб. р. № 1: Карбонові кислоти. | 4 |
| 2 | Лаб. р. № 2: Синтези: а) етилацетату; б) бутилацетату; в) ізоамілацетату. | 4 |
| 3 | <u>К.О. 1</u> : Карбонові кислоти. Закінчення попередньої лабораторної роботи. | 4 |
| 4 | Лаб. р. № 3: Виконання синтезів за індивідуальним планом. | 6 |
| 5 | <i>Семінар 1</i> : Окси- та оксокислоти. <u>К.О. 2</u> : Оксикислоти. | 4 |
| 6 | Лаб. р. № 4: Виконання синтезів за індивідуальним планом. | 6 |
| 7 | <u>К.О. 3</u> : Сульфокислоти та їх похідні. Продовження виконання синтезів за індивідуальним планом. | 4 |
| 8 | Модульна контрольна робота : Карбонові кислоти, окси- та оксокислоти. Сульфуровмісні сполуки. | 4 |
| Змістовий модуль 2. Елементоорганічні та гетерофункціональні сполуки | | |
| 9 | <u>К.О. 4</u> : Нітро- та нітрозосполуки. Продовження виконання синтезів за індивідуальним планом. | 6 |
| 10 | <i>Семінар 2</i> і тест 1: Аміни. Діазо- та азосполуки. | 4 |
| 11 | <u>К.О. 5</u> : Аміни. Діазо- та азосполуки. Лаб. р. № 5: Виконання синтезів за індивідуальним планом. | 6 |
| 12 | Продовження виконання синтезів за індивідуальним планом. | 6 |
| 13 | Лаб. р. № 6: Виконання синтезів за індивідуальним планом. | 4 |
| 14 | <u>К.О. 6</u> : Амінокислоти та білки. Лаб. р. № 7: Амінокислоти та білки. | 6 |
| 15 | Лаб. р. № 8: Якісний елементний аналіз невідомої органічної речовини. | 4 |
| 16 | <i>Семінар 3</i> і тест 2: П'ятичленні гетероциклічні сполуки. | 4 |
| 17 | Модульна контрольна робота : Нітрогеновмісні сполуки та білки. П'ятичленні гетероциклічні сполуки. | 4 |

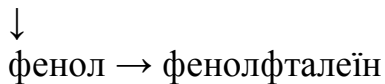
Всього: 80 год.

Приклади ланцюжків синтетичних перетворень:

а) нітробензен → анілін → сульфанілова кислота → метилоранж;



б) анілін → 2,4,6-триброманілін → 1,3,5-трибромбензен;



в) анілін → ацетанлід → *n*-нітроацетанлід → *n*-нітроанілін.



Перелік синтезів для індивідуального плану:

Адипінова кислота (О.С. 330)

Анілін (Род. 34)

Антранілова кислота (Рык. 63)

Ацетанлід (Рык. 53; А. 136; Г. 178; О.С. 146)

Ацетон (О.С. 318)

n-Броманілін (О.С. 233)

n-Бромацетанлід (О.С. 210; Г. 92)

Бромистий етил (Г. 88)

Бензидин (Род. 73)

Бензімідазол (Г. 172)

Бензоатна кислота (Г. 142; А. 198)

Бутилацетат (О. 137)

Гідразобензен (Род. 36)

Дибензальацетон (Г. 195; А. 219)

Етилацетат (Г. 174)

Ізоамілацетат (О. 138)

Йодбензен (А. 118; Г. 113; Гит. 181; О.С. 242; П. 156)

Конго червоний (А. 123; О.С. 251; П. 172)

Метилоранж (А. 119; Г. 119; Гит. 192; О.С. 252; П. 169)

Метилловий червоний (Гит. 193; О.С. 252; Род. 115; П. 175)

Нафтолоранж (А. 121; Гит. 190; О.С. 249; П. 170)
n-Нітроанілін (Гит. 113; О.С. 197; Род. 27; П. 128)
Нітроаніліновий червоний (Г. 118; Гит. 193; О.С. 250; П. 171)
n-Нітроацетанлід (Г. 106)
Нітробензен (А. 96; Г. 92; Гит. 108; О.С. 191; П. 121)
n-Нітробензойна кислота (Гит. 222; П. 192; Рык. 65)
n-Нітрузо-*N,N*-диметиланілін (Г. 103; Гит. 119)
n-Нітрузофенол (Гит. 120; Рык. 28)
o- і *n*-Нітротолуен (Гит. 114; Род. 25)
n-Нітрузофенол (А. 101; Гит. 110; П. 125; О.С. 194)
m-Нітрузлорбензен (П. 161)
n-Нітрузлорбензен (Род. 39)
Протравний Жовтий (Рык. 90)
Сульфанілова кислота (А. 162; Г. 123; Гит. 127; О.С. 202; П. 134)
2,4,6-Триброманілін (Гит. 140; П. 143)
1,3,5-Трибромбензен (О.С. 243; П. 158)
Фенол (А. 116; Г. 112; Гит. 180; О.С. 239; П. 153)
Фенолфталеїн (Гит. 255; О.С. 281; П. 221)
n-Хлоранілін (Гит. 211; Род. 39).

В дужках вказано рекомендований практикум для підготовки до виконання даного синтезу органічної сполуки.

ОСНОВНИЙ ПОСУД ТА ПРИЛАДИ ДЛЯ ПРОВЕДЕННЯ ОРГАНІЧНИХ СИНТЕЗІВ

До основного лабораторного посуду відносяться колби, стакани, пробірки, чашки, лійки, холодильники, дефлегматори та інший посуд різноманітної конструкції. Хімічний посуд виготовляють зі скла. Такий посуд відрізняється стійкістю до дії більшості хімічних реагентів, прозорий.

Колби залежно від їх призначення виготовляють різної місткості та форми (рис. 1).

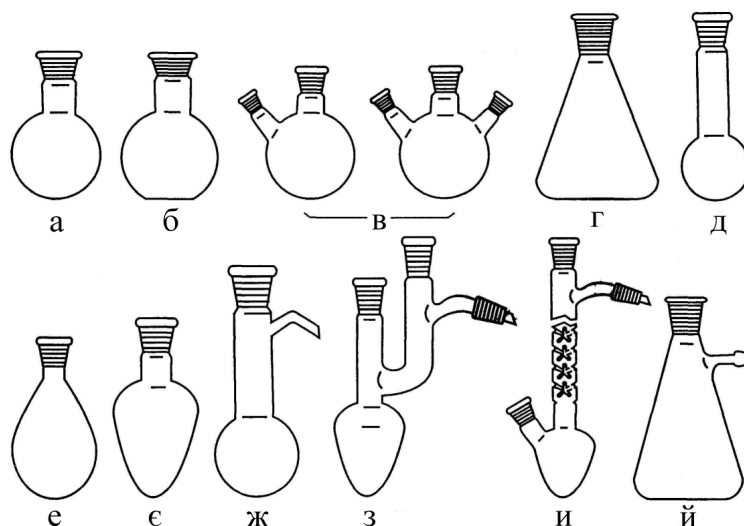


Рис. 1. Колби:

- а – круглдонна;
- б – плоскодонна;
- в – круглдонні з двома і трьома горловинами під кутом;
- г – конічна (колба Ерленмейера);
- д – колба Кьельдаля;
- е – грушеподібна;
- є – гостродонна;
- ж – круглдонна для перегонки (колба Вюрца);
- з – гостродонна для перегонки (колба Кляйзена);
- и – колба Фаворського,
- й – колба з тубусом (колба Бунзена)

Круглдонні колби застосовують для роботи (для нагрівання) при високих температурах, для перегонки при атмосферному тиску і для роботи під вакуумом.

Плоскодонні колби застосовують лише для роботи при атмосферному тиску та для приготування та зберігання розчинів.

Конічні колби широко використовують для кристалізації (їх форма забезпечує мінімальну поверхню для випаровування).

Товстостінні конічні колби з тубусом (колби Бунзена) застосовують для фільтрування при пониженому тиску до 1,33 кПа (10 мм рт. ст.) в якості приймачів фільтрату.

Дво-, три- та чотиригорлі колби застосовують для дослідів, при яких одночасно з нагріванням потрібно перемішувати суміш, додавати поступово один з компонентів, вимірювати температуру суміші.

Колби спецпризначення:

- Бунзена – для фільтрування;
- Вюрца – для перегонки;
- Ерленмейера – для пароутворення;
- Арбузова, Кляйзена – для синтезів;
- Кьельдаля – в кількісному аналізі.

Стакани (рис. 2, а) застосовують для фільтрування, випарювання (при температурі не більше 100 °С) та приготування розчинів в лабораторних умовах, а також для проведення окремих синтезів. Забороняється використовувати стакани при роботі з низькокиплячими або вогнебезпечними розчинниками.

Бюкси, або стакани для зважування (рис. 2, б), застосовують для зважування та зберігання легких, гігроскопічних речовин.

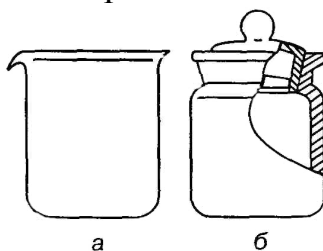


Рис. 2. Хімічний посуд:
а – стакан; б – бюкс

Чашки (рис. 3) використовують для випарювання, кристалізації, сублімації, висушування та для інших операцій.



Рис. 3. Чашки для хіміко-лабораторних робіт

Пробірки (рис. 4) виготовляють різноманітної місткості. Пробірки з конусним шліфом та відповідною трубкою застосовують для фільтрування невеликих об'ємів рідин при пониженому тиску.

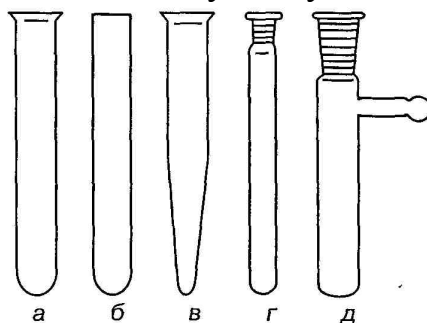


Рис. 4. Пробірки:

- а – циліндрична з розгорнутим краєм; б – циліндрична без відгину;
в – гостродонна (центрифужна); г – зі шліфом; д – з конусним шліфом та відповідною трубкою

Скляне лабораторне обладнання включає в себе також сполучні елементи (перехідники, алонжі, насадки, затвори), лійки (лабораторні, ділильні, крапельні, фільтруючі), піпетки, спиртівки, водоструменні насоси, ексикатори, холодильники, дефлегматори та ін.

Сполучні елементи (насадки) (рис. 5) застосовують для складання на шліфах різного лабораторного обладнання.

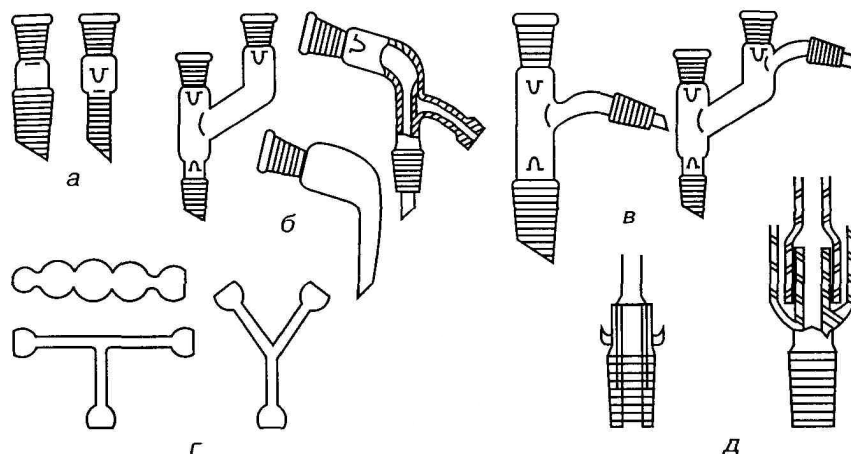


Рис. 5. Найважливіші сполучні елементи:

а – перехідники; б – алонжі; в – насадки (Вюрца і Кляйзена); г – сполучні трубки; д – затвори

Перехідники використовують для з'єднання частин приладу з різними шліфами, алонжі – для спрямування конденсату у приймач, насадки – для з'єднання холодильника з приймачем, форштоси – для з'єднання з колбою кількох елементів приладу.

Лійки в хімічній лабораторії використовують для наливання, фільтрування та розділення рідин.

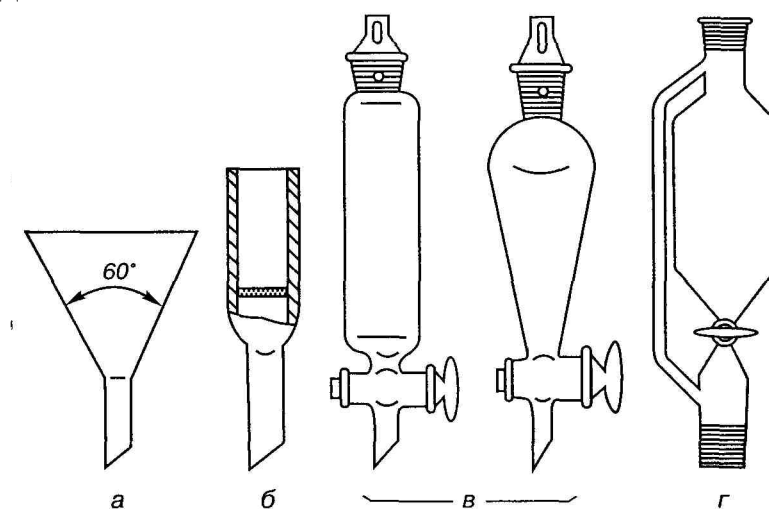


Рис. 6. Лійки:

а – лабораторна; б – фільтруюча з впаяним скляним фільтром; в – ділильна; г – крапельна з боковою трубкою для вирівнювання тиску

Лійки лабораторні (рис. 6, а) використовуються для наливання рідин та для фільтрування розчинів через паперовий складчастий фільтр.

Лійки зі скляними фільтрами (Шотта) (рис. 6, б) застосовують для фільтрування агресивних рідин, що руйнують паперові фільтри.

Лійки ділільні (рис. 6, в) застосовують для розділення рідин, що не змішуються, при екстрагуванні та очистці речовин.

Лійки крапельні (рис. 6, г) застосовують для регульованого приливання (додавання) рідких реагентів до реакційної суміші під час проведення синтезу.

Вони схожі на ділильні лійки, але їх різне призначення визначає деякі конструкційні особливості. Їх максимальна ємність 0,5 л. Вони мають довгі носици.

Ексикатори (рис. 7) використовують для висушування речовин під вакуумом та для зберігання гігроскопічних речовин.

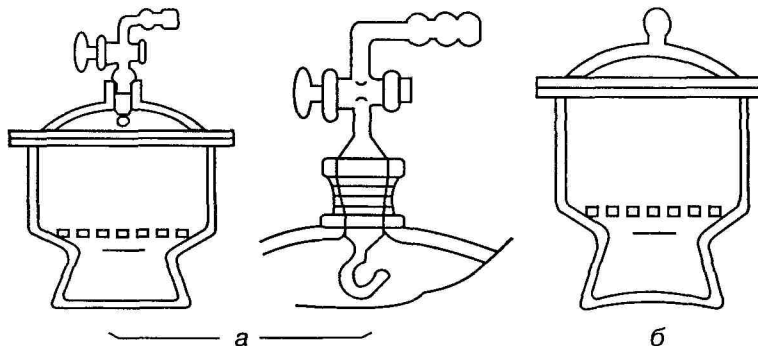


Рис. 7. Ексикатори:
а – вакуум-ексикатор; б – звичайний

Холодильники (рис. 8) лабораторні скляні застосовують для охолодження і конденсації пару.

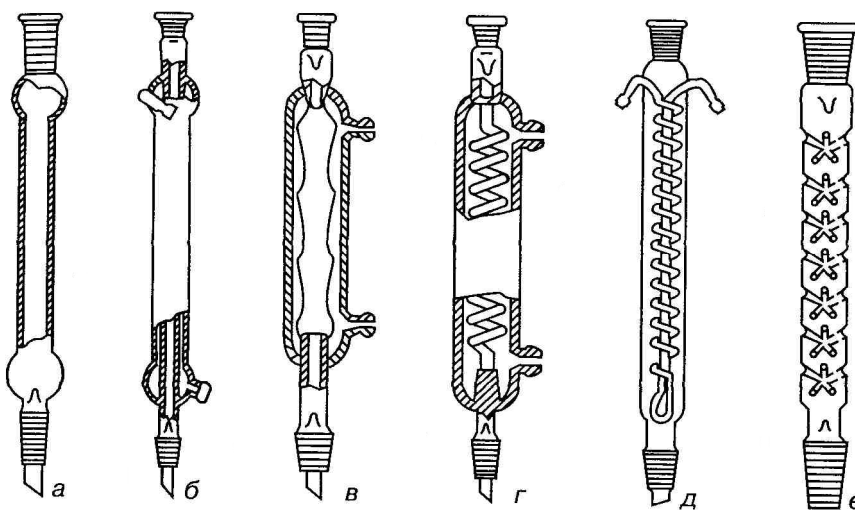


Рис. 8. Холодильники й дефлегматор:
а – повітряний; б – з прямою трубкою (Лібіха); в – кульковий; г – спіральний;
д – Діброта; е – дефлегматор

Холодильники повітряні використовують при кип'ятінні і перегонці висококиплячих ($T_{\text{кип}} > 160\text{ }^{\circ}\text{C}$) рідин. Охолоджувальним агентом слугує повітря.

Холодильники з водяним охолодженням відрізняються від повітряних наявністю водяного кожуха (охолоджувальний агент – вода). Водяне охолодження застосовують для згущення парів і перегонки речовин з ($T_{\text{кип}} < 160\text{ }^{\circ}\text{C}$), причому в інтервалі (120–160 $^{\circ}\text{C}$) охолоджувальним агентом слугує непроточна, а нижче 120 $^{\circ}\text{C}$ – проточна вода.

Прямий холодильник – *холодильник Лібіха* – нисхідний – використовують для перегонки рідин.

Зворотні холодильники – кульковий та спіральний холодильники найчастіше застосовують при кип'ятінні реакційних сумішей, бо вони мають велику охолоджувальну поверхню.

Дефлегматори (рис. 8, е) використовують для більш ретельного розділення фракцій суміші при її фракційній перегонці.

В лабораторній практиці для робіт, пов'язаних з нагріванням, застосовують *посуд з фарфору*: стакани, чашки для випарювання, тиглі, човники та інші. (рис. 9).

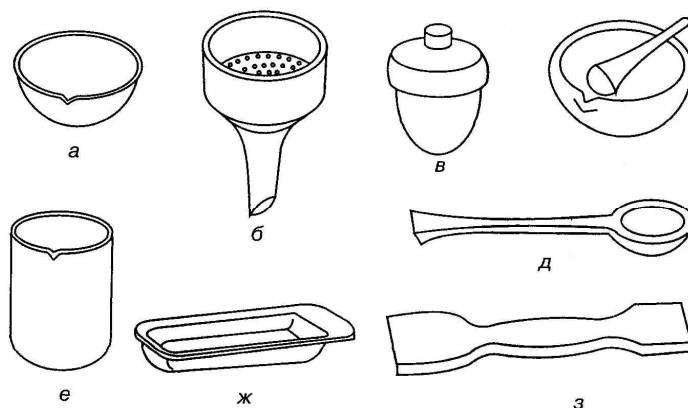


Рис. 9. Фарфоровий посуд:

а – чашка для випарювання; б – лійка Бюхнера; в – тигель; г – ступка і товкачик; д – ложка; е – стакан; ж – човник для спалювання; з – шпатель

Для фільтрування і промивання осадів під вакуумом використовують фарфорові нутч-фільтри – *лійки Бюхнера*.

Ступки з товкачками використовують для подрібнення і змішування твердих і в'язких речовин.

Для збирання і закріплення різноманітних приладів в хімічній лабораторії користуються штативами з набором кілець, держаків (лапок) і затискачів (муфт).

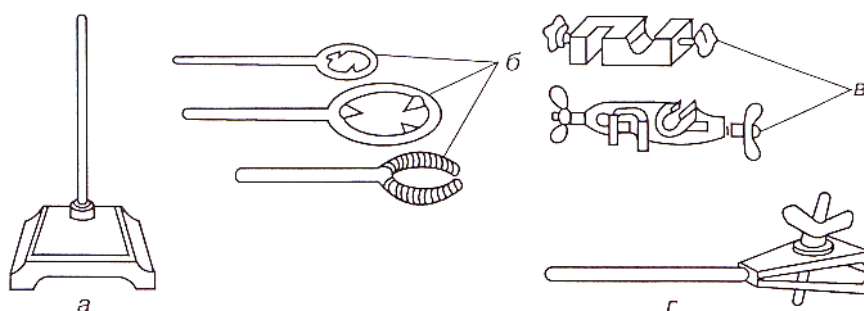


Рис. 10. Лабораторний штатив з набором комплектуючих частин:

а – штатив; б – кільця; в – затискачі (муфти); г – держак (лапка)

Для фіксації пробірок використовують штативи з нержавіючої сталі, сплавів алюмінію або пластмаси, а також тримачі ручні (рис. 11).

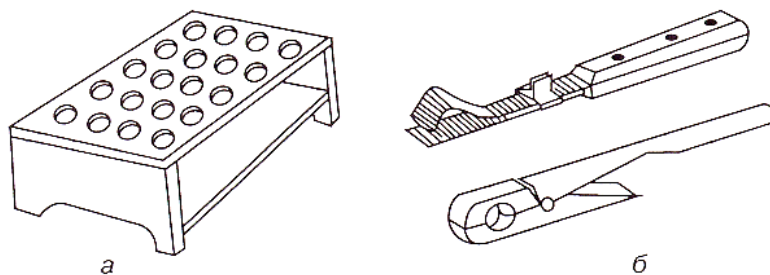


Рис. 11. Штативи та тримачі для пробірок:
а – штатив; б – пробіротримачі

Герметичність з'єднання складових частин лабораторних приладів досягається за допомогою шліфів, а також гумових і пластикових корків. Корки підбирають за номерами, які рівні внутрішньому діаметру горловини посудини або отвору трубки, що закривається.

Найбільш універсальним і надійним способом герметизації лабораторного посуду є з'єднання його окремих деталей за допомогою конусних шліфів шляхом з'єднання зовнішньої поверхні керна з внутрішньою поверхнею муфти.

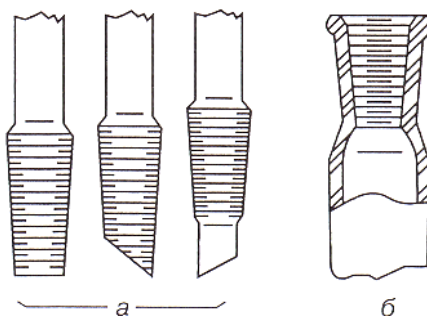


Рис. 12. Конусні шліфи:
а – керни; б – муфта

В хімічній лабораторії для нагрівання використовують різноманітні пальники (газові або рідинні), електронагрівальні прилади, водяну пару та ін. Вибір нагрівального приладу проводять керуючись властивостями розчинника та реагуючих речовин, а також температури, при якій повинна проходити реакція.

Пальники. *Спиртовий* являє собою резервуар із товстостінного скла, в горловину якого продітий гніт. Для швидкого нагрівання до відносно високих температур (~ 500 °С) застосовують *газові пальники* Бунзена і Теклу (рис. 13).

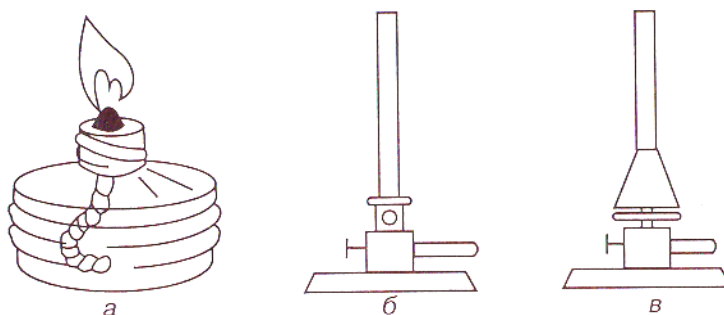


Рис. 13. Пальники:
а – спиртовий; б – газовий Бунзена; в – газовий Теклу

Електронагрівальні прилади. Серед електронагрівальних приладів найбільш розповсюдженні колбонагрівачі, плитки, сушильні шафи, муфельні та тигельні печі, бані.

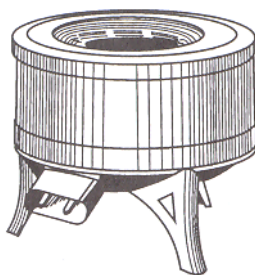


Рис. 14. Електроколбонагрівач

Нагрівальні бані. При роботі із вибухонебезпечними та легкозаймистими речовинами застосовують різного роду нагрівальні бані.

Повітряні бані дозволяють незначно збільшити рівномірність нагріву. Максимальна температура, що досягається при використанні повітряних бань з електричним обігрівом, складає 250 °С.

Піщані бані володіють більшою тепловою інерцією і дозволяють підтримувати температуру до 400 °С. Посуд з речовинами та термометр поміщають в пісок на глибину 2–5 см.

Рідинні бані нагрівають газовими пальниками або електроплитками. Якщо в експерименті необхідно підтримувати температуру, що не перевищує 100 °С, використовують киплячі водяні бані.

Парові бані застосовують при перегонці летких та легкозаймистих речовин (петролейний ефір, діетиловий етер та ін.).

Масляні бані мають відносно більшу теплову інерцію та використовуються для нагрівання в інтервалі 100–250 °С. Максимальна температура залежить від типу теплоносія (гліцерол – до 200 °С, парафін – 220 °С).

ПРАВИЛА ЗБИРАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ ПРИЛАДІВ

При збиранні приладу необхідно правильно сполучити його окремі частини та забезпечити повну герметичність з'єднань. Для цього слід дотримуватись наступних правил:

– підбір складових частин приладу визначається умовами проведення реакції, властивостями вихідних речовин та кінцевих продуктів;

– для роботи під вакуумом, а також з агресивними речовинами використовують посуд тільки на шліфах;

– щоб шліфи не заклинило, перед зборкою приладу їх необхідно змазати гліцерином (вазеліном, вакуумною змазкою); змазку наносять на середню частину шліфа і рівномірно розподіляють обертанням керна (правильно змащений шліф повинен бути прозорим).

Схеми основних приладів

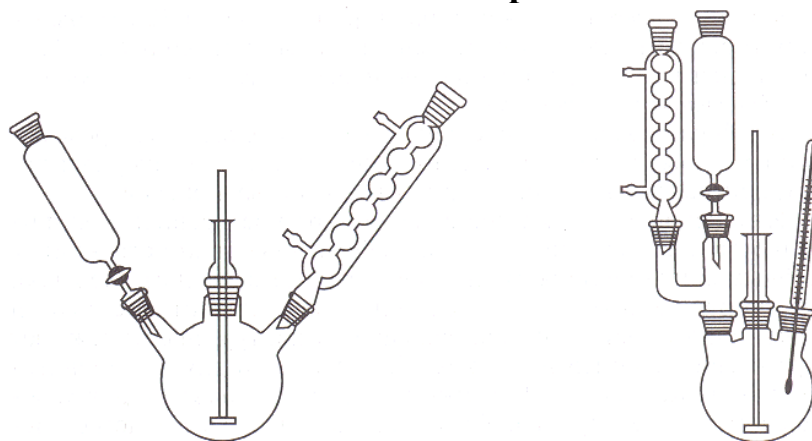


Рис. 15. Схема приладу для проведення синтезів з перемішуванням реакційної суміші

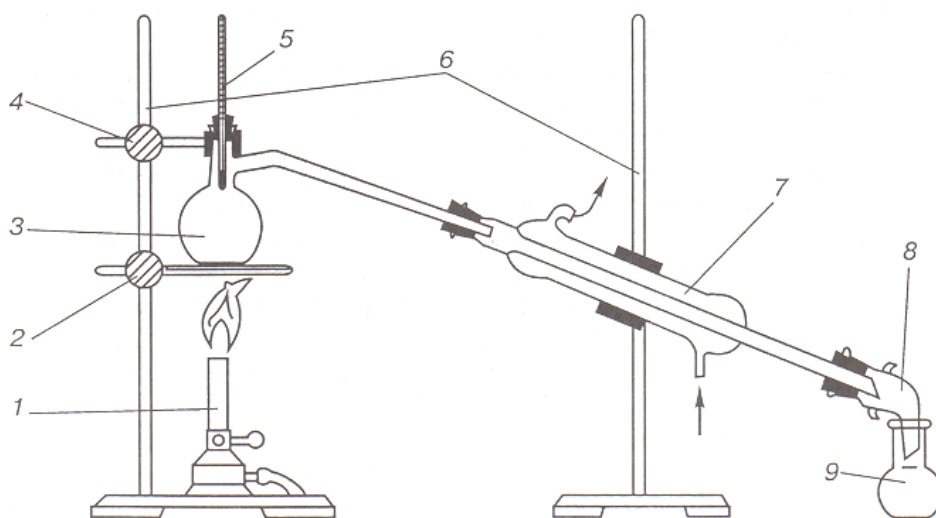


Рис. 16. Схема приладу для простої перегонки рідин:

- 1 – пальник Бунзена; 2 – кільце із муфтою та азбестовою сіткою;
3 – колба для відгонки (колба Вюрца); 4 – лапка із муфтою; 5 – термометр;
6 – штативи; 7 – холодильник Лібіха; 8 – алонж; 9 – приймач.

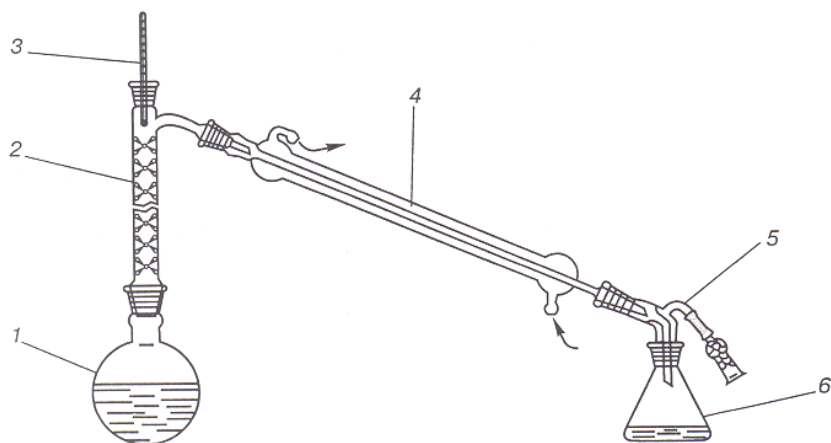


Рис. 17. Схема приладу для фракційної перегонки:
 1 – колба для відгонки; 2 – дефлегматор; 3 – термометр; 4 – холодильник;
 5 – алонж з хлоркальцієвою трубкою; 6 – приймач.

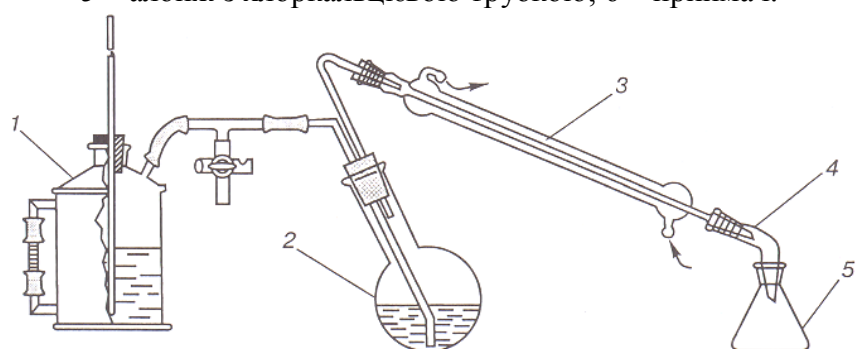


Рис. 18. Схема приладу для перегонки з водяною парою:
 1 – пароутворювач; 2 – колба для перегонки; 3 – холодильник;
 4 – алонж; 5 – приймач.

Застосовують для рідких та твердих малорозчинних у воді речовин, які володіють високою пружністю парів при температурі кипіння води.

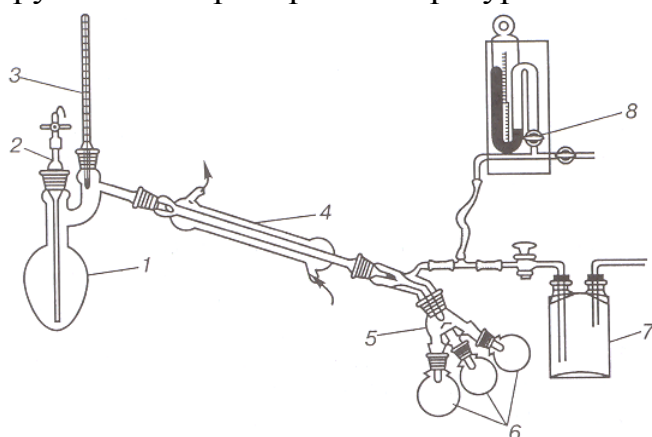


Рис. 19. Схема приладу для перегонки у вакуумі:
 1 – колба для перегонки; 2 – капіляр; 3 – термометр; 4 – холодильник;
 5 – алонж («павук»); 6 – приймачі; 7 – запобіжна склянка; 8 – манометр.

Використовується для багатьох органічних речовин, які мають $t_{\text{кип.}} > 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ та розкладаються при довготривалому нагріванні. Ці речовини, як правило, можна переганяти у вакуумі, оскільки при пониженому тискові знижується температура кипіння речовини і зменшується можливість термічного розкладу.

МЕТОДИЧНІ РОЗРОБКИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Лабораторна робота

ТЕМА: КАРБОНОВІ КИСЛОТИ

Хід виконання роботи:

Дослід 1. Розчинність у воді карбонівих кислот і їх солей

Декілька крапель або кристаликів досліджуваних кислот змішують з 1–2 мл води у пробірці; якщо кислота не розчиняється при звичайній температурі, суміш нагрівають. Охолодивши нагріті суміші, відмічають, чи знову виділяються кристалики кислоти, що розчинилися лише при нагріванні. Проби, що містять осад малорозчинної кислоти, збовтують, потім частину суспензії відливають у інші пробірки і доливають по 2–3 краплі розведеного розчину лугу. Чи розчиняються при струшуванні кристали кислоти? Чому?

Дослід 2. Утворення солей карбонівих кислот

У одну пробірку поміщають невеликий шматочок магнію, у другу – цинку, в третю – кристалики натрій карбонату. Потім у кожен пробірку наливають розчин оцтової кислоти. Якщо реакція з цинком проходить повільно, то пробірку з реакційною сумішшю підігрівують. До отвору кожної пробірки підносять запалений сірник.

Дослід 3. Відношення карбонівих кислот до дії окисників

У одну пробірку наливають 2 мл розчину мурашиної кислоти, у другу – стільки ж оцтової кислоти, в третю – стільки ж щавлевої кислоти. У всі пробірки додають по 1 мл 10 %-ного розчину сульфатної кислоти та по 1 мл 1 %-ного розчину калій перманганату. Кожну пробірку обережно нагрівають, закривши їх корком з газовідвідною трубкою, кінець якої занурюють у пробірку з вапняною водою.

Дослід 4. Розклад щавлевої кислоти при нагріванні, взаємодія з аміачним розчином аргентум гідроксиду

У суху пробірку насипають 2 г щавлевої кислоти і закривають її корком з газовідвідною трубкою, кінець якої занурений у пробірку з вапняною водою. Пробірку із щавлевою кислотою нагрівають 2–3 хв. Вміст пробірки трохи охолоджують (до теплого) і додають 1 мл амоніачного розчину аргентум гідроксиду.

Дослід 5. Розклад меркурій форміату

У пробірку до розчину мурашиної кислоти (декілька крапель кислоти у 2 мл води) додають невелику кількість меркурій (II) оксиду. При збовтуванні оксид поступово розчиняється (свіжоосаджений оксид розчиняється миттєво). Отриманий прозорий розчин нагрівають при постійному струшуванні в киплячій водяній бані або на пальнику. Через декілька секунд випадає білий осад меркурій

форміату. При подальшому нагріванні осад сіріє внаслідок виділення металічної ртуті. В розчині після нагрівання знову з'являється вільна мурашина кислота (перевіряють за лакмусом).

Дослід 6. Утворення і гідроліз ферум (III) ацетату

У пробірці розчиняють 0,1–0,2 г натрій ацетату в 2–3 мл води і додають 5–6 крапель розчину ферум (III) хлориду при струшуванні; рідина, залишаючись прозорою, забарвлюється в бурувато-червоний колір. Потім розчин нагрівають до кипіння і кип'ятять 1–2 хв., при цьому виділяється червоно-коричневий осад. Після нагрівання рідині дають відстоятися, після чого обережно відбирають піпеткою небагато прозорого безбарвного розчину, переносять його в іншу пробірку і додають декілька крапель розчину жовтої кров'яної солі.

Дослід 7. Омилення жирів лугом у водному розчині

Дослід бажано проводити одночасно з різними жирами (рослинними і тваринними). У невелику фарфорову чашку поміщають 1 г жиру і 3 мл концентрованого розчину лугу. Нагрівають суміш на піщаній бані 20–30 хвилин до слабого кипіння, часто перемішуючи паличкою. Час від часу у суміш підливають дистильовану воду.

Через 15–20 хв. перевіряють повноту омилення. Для цього відбирають декілька крапель суміші в пробірку, додають 5–6 мл дистильованої води і нагрівають розчин при струшуванні на водяній бані або на пальнику. Якщо проба розчиняється у воді повністю, не виділяючи крапель жиру, омилення можна вважати закінченим; у іншому випадку продовжують нагрівати суміш жиру і лугу ще декілька хвилин, після чого знову перевіряють повноту омилення.

Коли повного омилення досягнуто, в чашку, при перемішуванні паличкою, додають 10–15 мл гарячого насиченого розчину кухонної солі, після чого дають суміші відстоятися і схолонути. На поверхні водного розчину спливає, затвердівший при охолодженні, шар мила, який відділяють. До водного розчину, що залишився, додають по краплях 5–6 крапель розчину купрум (II) сульфату для підтвердження присутності гліцеролу.

Дослід 8. Емульгуючі та миючі властивості мила

Струшують при нагріванні 0,1–0,2 г мила (одержаного у досліді 7) з 6–8 мл дистильованої води, потім охолоджують і з отриманим розведеним розчином мила проводять наступні досліді.

А. У дві пробірки поміщають по 1–2 краплі олії і додають в одну пробірку 2 мл води, а в другу – 2 мл розчину мила. Сильно струсивши обидві пробірки до отримання емульсії, ставлять їх у штатив. Емульсія в чистій воді містить досить великі краплини олії і при стоянні швидко розшаровується; емульсія, що містить мило, на вигляд подібна на молоко, вона містить дуже дрібні краплі олії і тому є більш стійкою.

Б. У пробірці сильно струшують 8–10 мл води з невеликою кількістю дрібною сажі. Одержану суспензію сажі відфільтровують через маленький паперовий фільтр. Коли вода стіче, промивають отриманий фільтр з сажею 2–3 мл дистильованої води у чисту пробірку. Потім змінивши пробірку, вливають на

фільтр декілька мілілітрів мильного розчину. У першій пробірці фільтрат прозорий, у другій – містить декілька частин сажі.

Дослід 9. Виділення жирних кислот із мила

У пробірці розчиняють при нагріванні біля 1 г отриманого висолуванням мила в 5–6 мл дистильованої води, додають 3–4 мл розведеної сульфатної кислоти і занурюють пробірку в киплячу водяну баню так, щоб рівень помутнілої при підкисленні рідини був нижчий рівня води в бані. Вільні жирні кислоти, що виділяються, спливають у вигляді рідкого шару, а водний розчин освітлюється. Коли чіткого розділення шарів досягнуто, виймають пробірку, доливають у неї стільки води, щоб шар жирних кислот піднявся майже до краю пробірки, і ставлять пробірку в склянку з холодною водою.

Жирні кислоти, виділені із соняшникової олії, майже не мають запаху і при охолодженні залишаються рідкими, випадає лише невеликий осад. Кислоти, виділені з твердих жирів, утворюють рихлу тверду масу з характерним запахом (іноді прогірклого масла).

Дослід 10. Оцінка ступеня насиченості жирів

Дослід проводять одночасно з декількома жирами; тверді жири попередньо нагрівають до розрідження. В сухій пробірці розчиняють краплю досліджуваного жиру в 1 мл тетрахлорметану, після цього додають при струшуванні розчин йоду із бюретки або градуйованої піпетки до припинення зникнення забарвлення. Проводять аналогічно дослід з іншими жирами. Порівнюють об'єми розчину йоду, необхідні для досягнення однакового світло-жовтого забарвлення розчинів різних жирів і розміщують досліджувані жири в ряд по зростаючому ступеню насиченості.

До кожного досліді записати спостереження та пояснити їх.

Лабораторна робота

ТЕМА: АМІНОКИСЛОТИ ТА БІЛКИ

Хід виконання роботи:

Дослід 1. Утворення комплексної солі амінооцтової кислоти

У пробірку поміщають 0,2–0,3 г амінооцтової кислоти, розчиняють в 5 мл води і додають 1 г купрум (II) оксиду. Вміст пробірки кип'ятять декілька хвилин. Що спостерігається?

У пробірку додають 1 мл концентрованого розчину лугу. Чи випадає осад купрум (II) гідроксиду?

Дослід 2. Дія азотистої кислоти на амінокислоти

У пробірку вносять 2 краплі розчину амінооцтової кислоти та 2 краплі 10 %-ного розчину натрій нітриту. До одержаної суміші краплями додають розведений розчин хлоридної кислоти.

Що спостерігається?

Дослід 3. Біуретова реакція

Ця реакція зумовлена наявністю в молекулі білка двох і більше пептидних зв'язків (-CO-NH-).

До 3 мл розчину білка додають 1 мл 10 %-ного розчину натрій гідроксиду і 1-2 краплі 1 %-ного розчину купрум сульфату, від чого виникає синьо-фіолетове або рожево-фіолетове забарвлення. Записують рівняння реакції.

Кольорові реакції з білками на виявлення ациклічних амінокислот:

Для виявлення за допомогою кольорових реакцій залишків ациклічних α -амінокислот, що входять до складу білків, використовують характерні для цих амінокислот кольорові реакції.

Дослід 4. Нінгідрінова реакція

Розчин білка або α -амінокислоти дає при нагріванні з нінгідриним синє або фіолетове забарвлення.

До 3 мл розчину білка додають 3 мл 0,1 %-ного водного розчину нінгідрину і кип'ятять 1–2 хв. Розчин забарвлюється в рожево-фіолетовий колір, який з часом темніє. Записують рівняння реакції.

Дослід 5. Реакція Фоля

Присутність у складі білка сульфурвмісних амінокислот – цистину або цистеїну можна виявити за допомогою даної реакції.

До 3 мл розчину білка додають 3 мл реактиву Фоля (лужного розчину плюмбум (II) ацетату), після перемішування кип'ятять і дають відстоятися протягом декількох хвилин. При охолодженні випадає чорний осад плюмбум сульфід. Записують рівняння реакції.

Кольорові реакції з білками на виявлення циклічних амінокислот:

Для виявлення залишків ароматичних амінокислот використовують ксантопротеїнову реакцію; триптофану – реакцію Адамкевича; гістидину та тирозину – реакцію Паулі.

Дослід 6. Ксантопротеїнова реакція

До 3 мл розчину білка додають 1 мл концентрованої нітратної кислоти і обережно нагрівають. Спостерігається поява жовтого забарвлення. Після охолодження, в пробірку приливають 10 %-ний розчин натрій гідроксиду до появи оранжевого забарвлення. Записують рівняння реакції.

Дослід 7. Реакція Адамкевича

До 0,5 мл розчину білка додають 0,5 мл льодяної оцтової кислоти (яка містить невелику кількість гліоксилової кислоти). Суміш нагрівають до розчинення утвореного осаду. До охолодженої суміші обережно, по стінці пробірки, краплями приливають 1 мл концентрованої сульфатної кислоти так, щоб рідини не змішувались. Через 10 хв на межі поділу фаз з'являється червоно-фіолетове кільце. Реакція прискорюється при нагріванні на водяній бані. Записують рівняння реакції.

Дослід 8. Реакція Паулі

У пробірку вносять 1 мл розчину сульфанілової кислоти в розчині хлоридної кислоти (1 %-ний розчин сульфанілової кислоти в 5 %-ному розчині HCl), 2 мл 0,5 %-ного розчину натрій нітриту і, після ретельного перемішування, 2 мл розчину білка та 6 мл 10 %-ного розчину натрій карбонату. Після перемішування суміш забарвлюється у вишнево-червоний колір. Записують рівняння реакції.

Реакції осадження білків:

Дослід 9. Осадження білків при нагріванні

У 5 пробірок наливають по 2 мл розчину білка.

Вміст першої пробірки нагрівають, спостерігаючи за утворенням осаду білка.

У другу пробірку вносять 1 мл 1 %-ного розчину ацетатної кислоти та нагрівають її вміст. Спостерігається більш повне випадання осаду (у ізоелектричній точці).

У третю пробірку додають 0,5 мл 10 %-ного розчину ацетатної кислоти, нагрівають. Осад не утворюється, бо середовище є сильно кислим.

У четверту пробірку вносять 0,5 мл ацетатної кислоти та 5–7 крапель розчину натрій хлориду. Вміст пробірки нагрівають. Спостерігають випадання осаду (сильно кисле середовище і сіль).

У п'яту пробірку додають 0,5 мл розчину натрій гідроксиду та нагрівають пробірку. Осад не випадає.

Пояснити всі проведені досліди та спостережені явища.

Дослід 10. Осадження білків солями важких металів

У дві пробірки поміщають по 3 мл розчину білка. У першу пробірку обережно краплями додають 5 %-ний розчин плюмбум ацетату, а у другу – 5 %-ний розчин купрум сульфату. Спостерігають утворення осаду білка (з сіллю купрум – блакитного кольору, плюмбуму – білого кольору).

При додаванні надлишку обох розчинів відбувається розчинення утворених осадів.

Дослід 11. Осадження білків органічними розчинниками

У дві пробірки наливають по 2 мл розчину білка та додають декілька кристаликів натрій хлориду. У першу пробірку додають 2 мл ацетону, а у другу – стільки ж етанолу. Через деякий час спостерігають утворення осаду білка. Записують спостереження та пояснюють їх.

Дослід 12. *Осадження білків алкалоїдними реактивами*

У дві пробірки поміщають по 2 мл розчину білка і по 0,5 мл розчину ацетатної кислоти. У першу пробірку додають 2–3 краплі 1 %-ного розчину пікринової кислоти. Спостерігають випадання осаду. У другу пробірку додають 2–3 краплі розчину калій гексаціано (II) ферату. При перемішуванні випадає осад. Якщо додати надлишок розчину калій гексаціано (II) ферату, осад білка розчиняється. Записують спостереження та пояснюють їх.

Дослід 13. *Осадження білків мінеральними кислотами*

В одну пробірку вносять 1 мл розчину білка і по стінці пробірки обережно, щоб рідини не перемішувались, 1 мл концентрованої нітратної кислоти. На межі поділу двох рідин утворюється осад у вигляді білкового кільця. Вміст перемішують, доливають надлишок нітратної кислоти і переконуються, що осад не зникає.

У другу пробірку вносять 1 мл розчину білка і обережно по стінці пробірки доливають 1 мл концентрованої сульфатної кислоти. Випадає осад. Додають надлишок сульфатної кислоти і спостерігають розчинення осаду.

Аналогічно проводять дослід з концентрованою хлоридною кислотою. Спостереження записують і пояснюють.

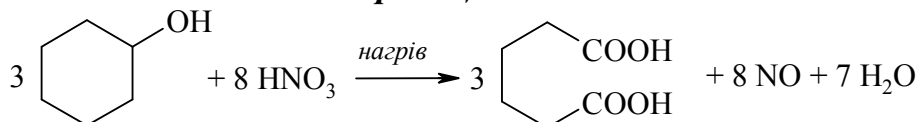
До кожного досліді записати спостереження та пояснити їх.

МЕТОДИЧНІ РОЗРОБКИ СИНТЕЗІВ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН

ТЕМА: СИНТЕЗ АДІПІНОВОЇ КИСЛОТИ (1,4-бутандикарбонової, гександіової)

1. **Назва керівництва:** Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 330.

2. **Рівняння та механізм основної реакції:**



Реакція відбувається за механізмом окислення циклогексанолу нітратною кислотою.

Умови проведення реакції: концентрована нітратна кислота, температура $\sim 90^\circ\text{C}$.

3. **Побічні реакції:**

4. **Властивості одержуваної речовини:**

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

Розчинність –

A.c. –

5. **Властивості вихідних речовин:**

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|-----------------------------------|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| HNO ₃ (конц.) | | | | | | |
| C ₆ H ₁₁ OH | | | | | | |

6. **Кількості вихідних речовин:**

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | Надлишок | | |
|-----------------------------------|------------|---|-----------------|----|----------|------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| HNO ₃ | | | | | 43 | | |
| C ₆ H ₁₁ OH | | | | 10 | | | |

7. **Вихід одержуваної речовини:**

– за теорією:

– за керівництвом: 6,6 г.

8. **Схема приладу (рисунок):**

– круглодонна одностороння колба (250 мл);

– двосторонній форштос;

– зворотній холодильник з водяним охолодженням;

– крапельна лійка;

– хімічний стакан (150 мл);

– скляний фільтр.

9. Основні етапи синтезу

Робота проводиться у витяжній шафі з включеною тягою!

Завантаження вихідних речовин.

Прилад повинен бути зібраний на шліфах, оскільки пари нітратної кислоти і оксиди нітрогену сильно роз'їдають гумові корки.

У круглодонну колбу, оснащену дворогим форштосом зі зворотнім холодильником та крапельною лійкою, наливають нітратну кислоту. У колбу поміщають “кип’ятильники”. Циклогексанол поміщають у крапельну лійку (лише після того як почне кипіти нітратна кислота). Колбу з нітратною кислотою нагрівають майже до кипіння.

Синтез.

До нітратної кислоти, яка кипить (про що свідчить стікання відгону з холодильника), починають поступово добавляти циклогексанол краплями (зі швидкістю 8–10 крапель за 1 хв.) з крапельної лійки.

Якщо до початку кипіння було вже добавлено деяку кількість циклогексанолу, то може відбутись сильний вибух!

Відразу ж починається бурхлива реакція окиснення, яка супроводжується значним виділенням оксидів нітрогену.

Після додавання всієї кількості циклогексанолу реакційну суміш кип’ятять ще приблизно 20 хв. до закінчення виділення оксидів нітрогену.

Виділення та очистка речовини.

Реакційну суміш виливають у хімічний стакан і охолоджують.

При охолодженні з розчину виділяється в осад адипінова кислота.

Осад відфільтровують на скляному фільтрі.

Промивають на фільтрі холодною водою.

Перекристалізують адипінову кислоту з води.

Осушування.

Сушать адипінову кислоту на повітрі.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

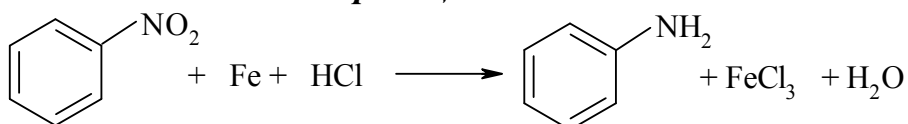
від теорії (у %);

від керівництва (у %).

ТЕМА: СИНТЕЗ АНІЛІНУ

1. **Назва керівництва:** Родионов В.М., Богословский Б.М., Федорова А.М. Лабораторное руководство по химии промежуточных продуктов и красителей. М.– 1948.– с. 34.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом повного відновлення ароматичних нітросполук в кислому середовищі в присутності заліза (за реакцією Зініна).

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –
 d^{20}_4 –
 $t_{пл.}$ –
 $t_{кип.}$ –
 n^{20}_D –
 А.с. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | M , г/моль | d , г/см ³ | $t_{кип.}$, °C | $t_{пл.}$, °C | n^{20}_D | Вміст, % |
|---|--------------|-------------------------|-----------------|----------------|------------|----------|
| C ₆ H ₅ NO ₂ | | | | | | |
| Fe (стружка) | | | | | | |
| HCl (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|----|-------|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NO ₂ | | | | | 20,52 | | |
| Fe (стружка)* | | | | 40 | | | |
| HCl (конц.) | | | | | 4 | | |

* Якщо залізо у порошку, то необхідно брати 20 г (половину від загрузки).

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 17 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна колба (0,5 л);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- прилад для перегонки з водяною парою;
- ділильна лійка (для екстрагування);
- прилад для простої перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у три етапи:

- синтез;
- перегонка з водяною парою;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

У круглодонну колбу із зворотнім холодильником поміщають залізні ошурки, 60 мл води і концентровану хлоридну кислоту.

Суміш кип'ятять 10 хв для активації заліза на пальнику.

До отриманого гарячого розчину поступово (*протягом 45 хвилин*) невеликими порціями за допомогою маленької скляної лійки, через холодильник, приливають нітробензен, *сильно струшуючи колбу*.

Синтез.

Реакційна суміш сильно розігрівається, відбувається відновлення нітробензену до аніліну.

Нагрівання продовжують до тих пір, поки стікаючий з холодильника відгін, не знебарвиться і не зникне запах нітробензену (2–3 год).

Виділення речовини водяною парою.

Реакційну суміш підлучнюють Na_2CO_3 (3 г) (*проконтролювати лужне середовище*).

Колбу з сумішшю приєднують до приладу для перегонки з водяною парою та відганяють анілін з парою. При цьому необхідно відігнати близько 200–250 мл дистилляту.

Одержаний відгін насичують натрій хлоридом (з розрахунку 10 г NaCl на 100 мл дистилляту).

Потім екстрагують анілін діетиловим етером або хлороформом (екстрагують 3 рази порціями по 10 мл). Всі витяжки збирають в колбочку з притертим корком і додають прожарений кальцій хлорид.

Осушування.

Висушений від залишків води анілін переливають в колбу Вюрца і збирають прилад для простої перегонки.

Виділення речовини.

Спочатку необхідно відігнати розчинник ($t_{\text{кип.}}$ хлороформу = 61°C; $t_{\text{кип.}}$ етеру = 35,6°C), використовуючи холодильник з водяним охолодженням та водяну баню.

Після того, як відігнався весь розчинник, замінюють холодильник на повітряний, а водяну баню на пальник і, в суху колбочку, відганяють анілін, збираючи фракцію, що кипить при температурі 180-185°C. *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії (у %);

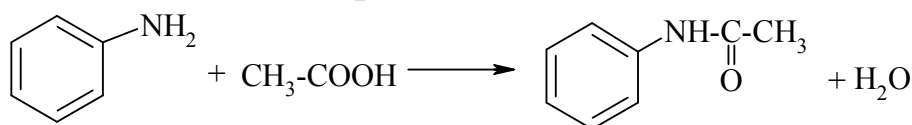
від керівництва (у %).

ТЕМА: СИНТЕЗ АЦЕТАНІЛІДУ

1. Назва керівництва: * Рыклис С.Г., Высоцкая М.П. Лабораторное руководство по синтезу промежуточных продуктов и красителей. Киев.– 1958.– с. 53-54.

Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 146-147.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом взаємодії карбонових кислот з нуклеофільними реагентами (амінами). Оскільки в результаті реакції в ароматичну сполуку вводиться ацильна група, то дану реакцію називають реакцією ацилювання ароматичного аміну.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

*d*²⁰₄ –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °С | <i>t</i> _{пл.} , °С | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | | |
| CH ₃ COOH (льод.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|---|-------|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | 91,12 | | |
| CH ₃ COOH | | | | | 119 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 57 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна двогорла колба (200 мл);
- дефлегматор *короткий* (або коротка скляна трубка);
- насадка Вюрца;
- прямий холодильник (з водяним охолодженням);
- термометр (240°С);
- алонж;
- приймач (50 мл);
- нагрів на пальнику з листом азбесту (або на піщаній бані).

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- виділення речовини.

Завантаження вихідних речовин.

Збирають прилад: круглодонна колба, ртутний термометр ставлять в колбу (у бічне горло), дефлегматор (обов'язково короткий або без нього), прямий холодильник, алонж, приймач.

Загружають в колбу анілін (*свіжоперегнаний*) і ацетатну кислоту. Термометр повинен бути зануреним у реакційну суміш.

Синтез.

Нагрівають суміш на листі азбесту до кипіння і *кип'ять протягом 8 годин!*

Під час кипіння реакційної маси повільно відганяється в приймач вода і частково ацетатна кислота. *Відбирають близько 15 мл відгону (на 1/3 загрузки).*

Після цього температуру плаву поступово *піднімають до 240°C.*

Після досягнення температури 240°C процес вважають закінченим.

Виділення речовини.

Гарячий плав обережно виливають у фарфорову чашку, в яку попередньо налили близько 100 мл холодної води. *Обов'язково охолоджують суміш!*

Осушування.

Кристали ацетаніліду відфільтровують на лійці Бюхнера.

Вологі кристали сушать на повітрі.

Перекристалізують ацетанілід з гарячої води.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії (у %);

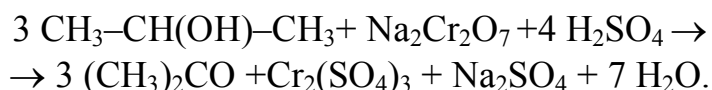
від керівництва (у %).

ТЕМА: СИНТЕЗ АЦЕТОНУ

1. Назва керівництва: *Органический синтез. Под ред. *Н.В. Васильевой.* – М.: Просвещение, 1986.– с. 318-319.

Лабораторные работы по органической химии. Под ред. *О.Ф. Гинзбурга.* – М.: Высшая школа., 1982.– с. 136-137.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом окиснення вторинних одноатомних спиртів у присутності сильних окислювачів.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*d*₄²⁰ –

*t*_{кип.} –

n_D^{20} –

А.с. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | M, г/моль | d, г/см ³ | t _{кнп.} , °C | t _{пл.} , °C | n ²⁰ _D | Вміст, % |
|--|-----------|----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|----------|
| ізо-C ₃ H ₇ OH | | | | | | |
| Na ₂ Cr ₂ O ₇ | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|--|------------|---|-----------------|------|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| ізо-C ₃ H ₇ OH | | | | | 20 | | |
| Na ₂ Cr ₂ O ₇ | | | | 22,8 | | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 20 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 10 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна колба (200 мл);
- дворогий форштос;
- механічна мішалка;
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- крапельна лійка;
- хімічний стакан;
- прилад для простої перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи у витяжній шафі з включеною тягою!:

- синтез;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

У круглодонну колбу, оснащену механічною мішалкою та зворотнім холодильником (що має водяне охолодження) наливають ізопропіловий спирт.

У хімічному стакані готують розчин хромової суміші: біхромат натрію розчиняють у воді (60 мл H₂O) і обережно при помішуванні додають концентровану сульфатну кислоту.

Отриманий розчин хромової суміші поступово, (можна через холодильник), невеликими порціями за допомогою крапельної лійки приливають у колбу. Суміш постійно перемішують.

Синтез.

Реакція окиснення починається відразу при додаванні перших порцій хромової суміші, і супроводжується виділенням теплоти і сильним розігрівом реакційної суміші.

Наступні порції хромової суміші приливають поступово, при перемішуванні, і після часткового охолодження.

Коли вся хромова суміш буде прилита, колбу нагрівають на киплячій водяній бані протягом 10 хв.

Виділення речовини.

Суміш у колбі охолоджують, замінюють зворотній холодильник на прямий (т.б. складають прилад для простої перегонки).

Відганяють ацетон на водяній бані в попередньо зважену колбочку, збираючи фракцію, що кипить при температурі 55–58°C.

Вимірюють показник кута заломлення для отриманої речовини.

Перегонку не можна проводити досуха!

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

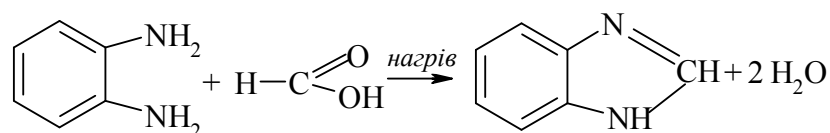
від теорії (у %);

від керівництва (у %).

ТЕМА: СИНТЕЗ БЕНЗІМІДАЗОЛУ

1. **Назва керівництва:** Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 172.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



При нагріванні ароматичних діамінів з карбоновими кислотами утворюються гетероциклічні *амідини* – *бенімідазоли*.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

A.c. –

Розчинність –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> _D ²⁰ | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| <i>o</i> -C ₆ H ₄ (NH ₂) ₂ | | | | | | |
| HCOOH | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|-----|-----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| <i>o</i> -C ₆ H ₄ (NH ₂) ₂ | | | | 1,8 | | | |
| HCOOH | | | | | 3,5 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 1,3 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна одnogорла колба (50 мл);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- водяна баня;
- хімічний стакан (100 мл) – 2 шт.;
- прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Завантаження вихідних речовин.

У круглодонну колбу із зворотнім холодильником поміщають суміш *o*-фенілендіаміну і 40 %-го розчину форміатної кислоти.

Синтез.

Суміш нагрівають на киплячій водяній бані протягом 60 хв., при цьому утворюється однорідна суміш.

Виділення речовини.

Реакційну суміш охолоджують.

До реакційної маси повільно, при перемішуванні, додають розчин їдкого натру (0,8 г в 8 мл води) до слабколужної реакції за лакмусом.

При охолодженні з розчину виділяються в осад кристали бензімідазолу.

Осад відфільтровують на нутч-фільтрі.

Осушування та очистка.

Промивають осад на фільтрі холодною водою.

Перекристалізують бензімідазол з води.

Сушать бензімідазол на повітрі.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

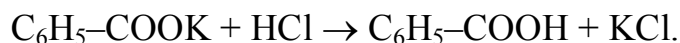
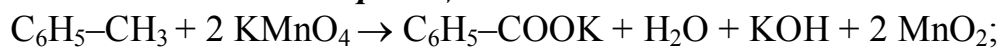
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ БЕНЗОАТНОЇ КИСЛОТИ

1. **Назва керівництва:** Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986. – с. 327-328.

*Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982. – с. 138-139.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом окиснення бокового ланцюга ароматичних сполук (у положенні α -вуглецевого атома) водним розчином калій перманганату.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

d_4^{20} –

$t_{\text{пл.}}$ –

$t_{\text{кип.}}$ –

A.c. –

Розчинність –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | $t_{\text{кип.}}$, °C | $t_{\text{пл.}}$, °C | n_D^{20} | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|------------------------|-----------------------|------------|----------|
| C ₆ H ₅ CH ₃ | | | | | | |
| KMnO ₄ | | | | | | |
| HCl (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|----|------|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ CH ₃ | | | | | 11,5 | | |
| KMnO ₄ | | | | 34 | | | |

* Необхідно завантажувати 2,3 мл толуену і 6,8 г калій перманганату.

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 2 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна колба (200 мл);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- піщана баня (або азбестова сітка);
- механічна мішалка (бажано);
- фарфорова чашка для випарювання;
- прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез калієвої солі бензоатної кислоти;
- виділення вільної бензоатної кислоти.

Вдихання парів толуену шкідливе для нервової системи!

Завантаження вихідних речовин.

У круглодонну колбу із зворотнім холодильником поміщають толуен, калій перманганат (дрібно розтертий) і 75 мл води (*на 1/5 загрузки*).

Реакційну суміш поміщають на піщану баню (або азбестову сітку) і кип'ятять *протягом 4 годин при постійному перемішуванні*. У випадку відсутності механічної мішалки перемішування здійснюють вручну. *Для рівномірного кипіння в реакційну суміш додають „кип'ятильники”*.

Синтез.

Про закінчення реакції судять по знебарвленню реакційної суміші.

Якщо суміш залишилась рожевою, то додають декілька крапель етилового спирту або декілька кристаликів щавлевої кислоти (для повного відновлення KMnO_4).

Реакційну суміш охолоджують, відфільтровують на лійці Бюхнера осад марган (IV) оксиду, двічі промивають його на фільтрі теплою водою (порціями по 10 мл).

Об'єднані фільтрати випарюють у фарфоровій чашці на листі азбесту (*під тягою!*) до 1/3 об'єму (15–20 мл).

Фільтрують знову від осаду MnO_2 (якщо необхідно), промивають на лійці водою.

Виділення речовини.

До охолодженого фільтрату по краплях додають розчин HCl (1:1) до кислої реакції по конго червоному.

Конго червоний в кислому середовищі змінює колір на синій!

Бензоатна кислота випадає в осад у вигляді безбарвних пластинчатих кристалів.

Осушування.

Кристали бензоатної кислоти відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають невеликою кількістю холодної води і сушать на повітрі.

При необхідності проводять очистку бензоатної кислоти перекристалізацією з води або сублімацією.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

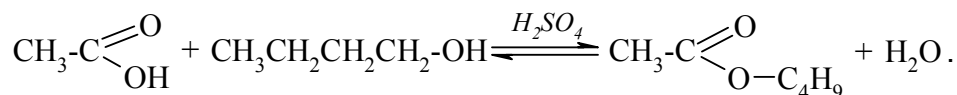
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ БУТИЛАЦЕТАТУ (ОЦТОВОБУТИЛОВОГО ЕСТЕРУ)

1. Назва керівництва: Органический синтез. Под ред. *Н.В. Васильевой*. – М.: Просвещение, 1986.– с. 137-138.

*Лабораторные работы по органической химии. Под ред. *О.Ф. Гинзбурга*. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 175.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом естерифікації карбонових кислот в присутності мінеральних кислот.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*d*²⁰₄ –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

*n*²⁰_D –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|--|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| CH ₃ COOH | | | | | | |
| C ₄ H ₉ OH | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|----------------------------------|------------|---|-----------------|---|------|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| CH ₃ COOH | | | | | 14,3 | | |
| C ₄ H ₉ OH | | | | | 27,7 | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 0,5 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 20 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна колба (200 мл);
- ловушка для води (насадка Діна-Старка);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- ділильна лійка;
- прилад для фракційної перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- фракційна перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

Перед початком синтезу в насадку Діна-Старка наливають воду до нижнього краю бічної трубки, що з'єднується з реакційною колбою; потім відбирають піпеткою розраховану за рівнянням основної реакції кількість води (на $\frac{1}{2}$ загрузки ~ 2 мл).

У реакційній колбі змішують льодяну ацетатну кислоту, бутанол-1 і концентровану сульфатну кислоту (2–4 краплі). *В реакційну колбу додати „кип'ятильники”!*

Синтез.

Складають прилад: круглодонну колбу сполучають з насадкою Діна-Старка, приєднують холодильник з водяним охолодженням.

Перевірити герметичність зібраного приладу!

Суміш нагрівають на піщаній бані до кипіння.

Під час синтезу в насадці Діна-Старка спочатку над шаром води утворюється шар азеотропної суміші вода – бутанол, яка поступово, в міру утворення води (кількість якої дорівнює розрахованій), буде переливатися назад у реакційну колбу. Т. б. синтез продовжуємо до того часу, доки в насадці рівень води підніметься до відростка. *Реакція продовжується біля 1 години.*

Виділення речовини.

Після охолодження до кімнатної температури реакційну суміш переливають в ділильну лійку і промивають водою, 5 %-ним розчином натрій карбонату (до нейтральної реакції за лакмусом) та знову водою.

Осушування.

Ефірний шар сушать безводним натрій сульфатом або кальцій хлоридом.

Перегонка.

Перегонку проводять із колби Вюрца з прямим холодильником, що має водяне охолодження, на пальнику, використовуючи невеликий дефлегматор. Збирають фракцію, що кипить при температурах 123–126°C. *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

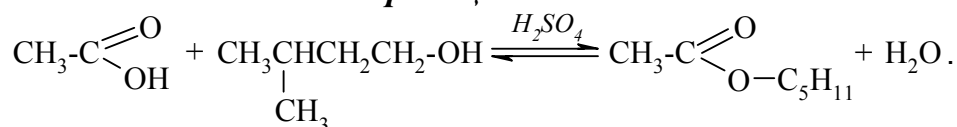
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ ІЗОАМІЛАЦЕТАТУ (ОЦТОВОІЗОАМІЛОВОГО ЕСТЕРУ)

1. Назва керівництва: Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 138.

*Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 168-169.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом естерифікації карбонових кислот в присутності мінеральних кислот.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –
 d_4^{20} –
 $t_{пл.}$ –
 $t_{кип.}$ –
 n_D^{20} –
 $A.c.$ –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | M , г/моль | d , г/см ³ | $t_{кип.}$, °C | $t_{пл.}$, °C | n_D^{20} | Вміст, % |
|--|--------------|-------------------------|-----------------|----------------|------------|----------|
| CH ₃ COOH | | | | | | |
| ізо-C ₅ H ₁₁ OH | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---------------------------------------|------------|---|-----------------|---|------|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| CH ₃ COOH | | | | | 14,3 | | |
| ізо-C ₅ H ₁₁ OH | | | | | 27,7 | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 0,5 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 20-22 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна колба (200 мл);
- ловушка для води (насадка Діна-Старка);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- ділильна лійка;
- прилад для фракційної перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- фракційна перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

Перед початком синтезу в насадку Діна-Старка наливають воду до нижнього краю бічної трубки, що з'єднується з реакційною колбою; потім відбирають піпеткою розраховану за рівнянням основної реакції кількість води (на ½ заправки ~ 2 мл).

У реакційній колбі змішують льодяну ацетатну кислоту, ізоаміловий спирт і концентровану сульфатну кислоту (2–4 краплі). *В реакційну колбу додати „кип’ятильники”!*

Синтез.

Складають прилад: круглодонну колбу сполучають з насадкою Діна-Старка, приєднують холодильник з водяним охолодженням. *Перевірити герметичність зібраного приладу!*

Суміш нагрівають на піщаній бані до кипіння.

Під час синтезу в насадці Діна-Старка спочатку над шаром води утворюється шар азеотропної суміші вода – ізоаміловий спирт, яка поступово, в міру утворення води (кількість якої дорівнює розрахованій), буде переливатися назад у реакційну колбу. Т. б. синтез продовжуємо до того часу, доки в насадці рівень води підніметься до відростка. *Реакція продовжується біля 1 години.*

Виділення речовини.

Після охолодження до кімнатної температури реакційну суміш переливають в ділильну лійку і промивають водою, 5 %-ним розчином натрій карбонату (до нейтральної реакції за лакмусом) та знову водою.

Осушування.

Ефірний шар сушать безводним натрій сульфатом або кальцій хлоридом.

Перегонка.

Перегонку проводять із колби Вюрца з повітряним холодильником на пальнику, використовуючи невеликий дефлегматор. Збирають фракцію, що кипить при температурах 138–142°C. *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

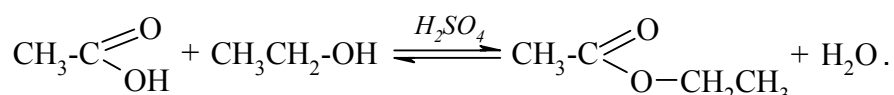
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ ЕТИЛАЦЕТАТУ (ОЦТОВОЕТИЛОВОГО ЕСТЕРУ)

1. Назва керівництва: *Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 134-136.

Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 167-168.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом естерифікації карбонових кислот в присутності мінеральних кислот.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –
 d^{20}_4 –
 $t_{пл.}$ –
 $t_{кип.}$ –
 n^19_D –
А.с. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | M , г/моль | d , г/см ³ | $t_{кип.}$, °C | $t_{пл.}$, °C | n^20_D | Вміст, % |
|--|--------------|-------------------------|-----------------|----------------|----------|----------|
| CH ₃ COOH | | | | | | |
| C ₂ H ₅ OH | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|----------------------------------|------------|---|-----------------|---|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| CH ₃ COOH | | | | | 20 | | |
| C ₂ H ₅ OH | | | | | 23 | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 3 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 20 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- колба Арбузова (100 мл);
- крапельна лійка;
- ртутний термометр (150°C);
- прямий холодильник Лібіха (з водяним охолодженням);
- алонж;
- приймач;
- прилад для простої перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

У колбу Арбузова на початку синтезу вливають 1,5 мл етанолу та 1,5 мл концентрованої сульфатної кислоти (на ½ загрузки).

Синтез.

Складають прилад: в головне горло колби Арбузова встановлюють термометр так, щоб ртутна кулька була занурена у реакційну суміш; у бічне горло встановлюють крапельну лійку. Приєднують холодильник з водяним охолодженням, алонж та приймач.

Перевірити герметичність зібраного приладу!

Суміш нагрівають на листі азбесту (або на піщаній бані), *контролюючи температуру реакційної суміші – 140°C!*

При досягненні температури 140°C, починають поступово приливати з крапельної лійки суміш етанолу та ацетатної кислоти з такою швидкістю, з якою відганяється продукт реакції (етилацетат). *Реакція продовжується біля 2 годин.*

Виділення речовини.

Реакційну колбу нагрівають до тих пір, поки в приймач не перестануть поступати краплі естеру, т.б. поки не приллемо всю суміш з крапельної лійки.

По закінченню реакції вміст приймача переносять в ділильну лійку і промивають насиченим розчином натрій карбонату для видалення залишків ацетатної кислоти (*обережно!*). Розчин соди додають до тих пір, поки синій лакмусовий папірець не перестане червоніти.

Осушування.

Ефірний шар відділяють і струшують його з насиченим розчином кальцій хлориду (10 г CaCl₂ в 10 мл води) для видалення непрореагованого спирту.

Знову відділяють ефірний шар від водного і сушать безводним натрій сульфатом або кальцій хлоридом.

Перегонка.

Перегонку проводять із колби Вюрца, з прямим холодильником, що має водяне охолодження, на водяній бані. В інтервалі температур 71–75°C буде відганятись суміш етилацетату і етанолу, вище 75°C – етилацетат. *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

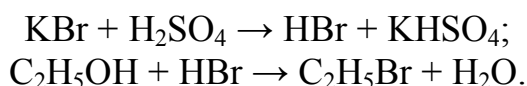
11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ ЕТИЛБРОМІДУ

- 1. Назва керівництва:** Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 88–89.
- 2. Рівняння та механізм основної реакції:**



Реакція відбувається за механізмом нуклеофільного заміщення гідроксильної групи в одноатомних спиртах (S_N2).

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

М –

d_4^{20} –
 $t_{пл.}$ –
 $t_{кип.}$ –
 n_D^{20} –
 А.с. –

5. **Властивості вихідних речовин:**

| Речовина | М, г/моль | d, г/см ³ | t _{кип.} , °C | t _{пл.} , °C | n _D ²⁰ | Вміст, % |
|--|-----------|----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|----------|
| KBr | | | | | | |
| C ₂ H ₅ OH | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. **Кількості вихідних речовин (за *):**

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|----------------------------------|------------|---|-----------------|----|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| KBr | | | | 20 | | | |
| C ₂ H ₅ OH | | | | | 14 | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 25 | | |

7. **Вихід одержуваної речовини:**

- за теорією: –
- за керівництвом: 15 г (– мл).

8. **Схема приладу (рисунок):**

- круглодонна одnogорла колба (250 мл);
- насадка Вюрца (без термометра);
- прямий холодильник Лібіха (з водяним охолодженням);
- алонж;
- приймач з льодяною водою.

9. **Основні етапи синтезу:**

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

У реакційну колбу вливають етиловий спирт, додають 12 мл води і, при постійному перемішуванні та охолодженні, приливають невеликими порціями концентровану сульфатну кислоту.

Суміш охолоджують до кімнатної температури і при постійному перемішуванні додають дрібно розтертий калій бромід. В реакційну колбу додати „кип’ятильники”!

Синтез.

Колбу через насадку Вюрца з’єднують з довгим водяним холодильником.

У приймач наливають невелику кількість холодної води (можна додати кусочки льоду).

Алонж повинен бути занурений у холодну воду, яка знаходиться у приймачі.

Перевірити герметичність зібраного приладу!

Реакційну колбу нагрівають на піщаній бані або на листі асбесту. Якщо реакційна суміш в колбі починає сильно пінитись, то на деякий час переривають нагрів.

Виділення речовини.

Реакційну колбу нагрівають до тих пір, поки в приймач не перестануть потрапляти маслянисті краплі, що опускаються на дно.

Після закінчення реакції бромистий етил відділяють від води за допомогою ділильної лійки; збирають його в колбочку з притертим корком.

Осушування.

Висушують бромистий етил за допомогою попередньо прожареного кальцій хлориду (додати кальцій хлорид і залишити в закритій посудині на 30–40 хв.). Висушений етил бромистий стає прозорим і його можна відганяти.

Перегонка.

Перегонку проводять з прямим холодильником (з водяним охолодженням) на водяній бані в інтервалі температур 36–40°C. *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

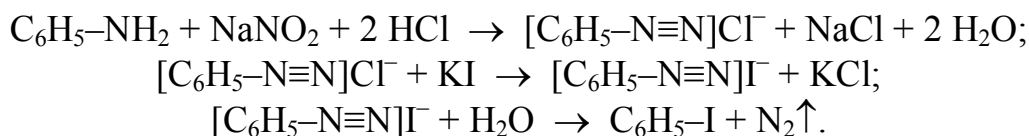
від теорії (у %);

від керівництва (у %).

ТЕМА: СИНТЕЗ ЙОДБЕНЗЕНУ

1. Назва керівництва: Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986. – с. 242-243.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається у дві стадії. Перша стадія – це прямий метод діазотування, за яким одержують сіль діазонію. Друга стадія: за механізмом мономолекулярного заміщення (S_N1) відбувається реакція заміщення діазогрупи на іод з виділенням азоту та утворенням йодбензену.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*d*²⁰₄ –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

n_D^{20} –
А.с. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | M, г/моль | d, г/см ³ | t _{кип.} , °C | t _{пл.} , °C | n ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-----------|----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | | |
| NaNO ₂ | | | | | | |
| HCl (конц.) | | | | | | |
| KI | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|----|-----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | 4,6 | | |
| NaNO ₂ | | | | 4 | | | |
| HCl | | | | | 13 | | |
| KI | | | | 10 | | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 7 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- хімічний стакан (200 мл);
- скляна паличка;
- термометр (0-10°C);
- круглодонна колба (0,5 л);
- прилад для перегонки з водяною парою;
- ділильна лійка;
- лід для охолодження;
- прилад для простої перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у три етапи:

- синтез;
- перегонка з водяною парою;
- проста перегонка.

Синтез проводиться у витяжній шафі!

Завантаження вихідних речовин.

У хімічному стакані змішують воду і концентровану хлоридну кислоту, ретельно перемішуючи.

До отриманого гарячого розчину поступово невеликими порціями за допомогою крапельної лійки приливають анілін (свіжоперегнаний), який повинен повністю розчинитись.

Розчин охолоджують до кімнатної температури, додають при енергійному перемішуванні лід, контролюючи температуру розчину, яка повинна *дорівнювати* 0°C. Стакан з розчином поміщають в льодяну баню.

Синтез.

До охолодженого розчину при ретельному перемішуванні поступово приливають з крапельної лійки охолоджений (5-10°C) розчин натрій нітриту у воді.

При діазотуванні температура реакційної суміші не повинна перевищувати 5°C!

По закінченню реакції (через 5 хв після приливання всього розчину натрій нітриту) роблять пробу йодкрохмальним папірцем на присутність вільної азотистої кислоти. Посиніння папірця (в розчині є HNO₂) свідчить про закінчення реакції.

До діазорозчину додають охолоджений розчин калій йодиду (10 г KI в 20 мл води).

Розчин переливають в круглодонну колбу і нагрівають на водяній бані (40–50°C) протягом 10–15 хвилин для повного виділення азоту.

Виділення речовини.

Колбу з сумішшю приєднують до приладу для перегонки з водяною парою та відганяють йодбензен з парою. При цьому необхідно відігнати близько 150–200 мл дистилляту.

Дистиллят насичують натрій хлоридом (з розрахунку 10 г NaCl на 100 мл дистилляту).

Дистиллят переливають у ділильну лійку і відділяють йодбензен (нижній шар) в плоскодонну колбу з притертим корком, додають прожарений кальцій хлорид.

Осушування.

Висушений від залишків води йодбензен переливають в невелику круглодонну колбочку і збирають прилад для простої перегонки.

Йодбензен бажано відганяти, коли синтезовано його більшу кількість, т.б. відганяють йодбензен, синтезований всією групою в кінці семестру.

Відганяють йодбензен, збираючи фракцію, що кипить при температурі 187–189°C.

Перегонку не можна проводити досуха!

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

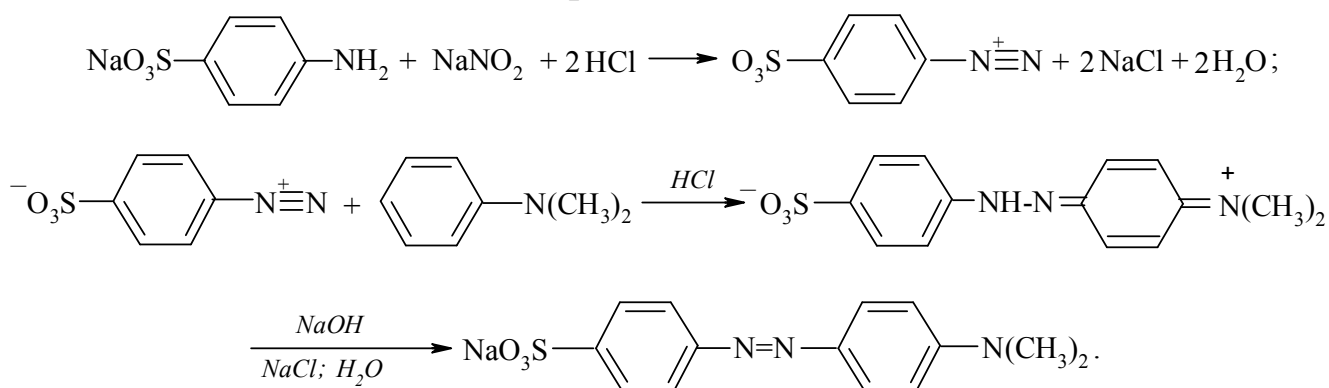
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ МЕТИЛОРАНЖУ

1. Назва керівництва: *Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 248-249.

Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 119.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається у дві стадії: перша – діазотування ароматичного аміну; друга – азосполучення солі діазонію з азокомпонентою (диметиланіліном). Реакція азосполучення відбувається без виділення азоту.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

Геліантин (метилловий оранжевий) – натрієва сіль 4 - диметиламіноазобензен – 4 - сульфокислоти; 1-(*n*-диметиламінофенілазо -4-бензенсульфокислий натрій).

M –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{квп.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ N(CH ₃) ₂ | | | | | | |
| H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H | | | | | | |
| NaNO ₂ | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|------|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ N(CH ₃) ₂ | | | | 0,57 | | | |
| H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H | | | | 1,0 | | | |
| NaNO ₂ | | | | 0,4 | | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 2 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- хімічні стакани (50 мл) – 2 шт;
- баня з льодом;
- скляна паличка;
- термометр (0–10°C).

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у витяжній шафі з включеною тягою!

Готують два розчини.

Перший розчин (розчин азокомпоненти): у стакані повністю розчиняють диметиланілін в 10 мл 1М НСІ. Температура розчину при цьому не повинна перевищувати 5°C.

Другий розчин (розчин діазокомпоненти): у другому стакані розчиняють сульфанілову кислоту в 2,5 мл 2М NaOH. Додають розчин NaNO₂ в 5 мл води. Розчин охолоджують льодом, і при постійному перемішуванні приливають його до 2,5 мл 2М НСІ; залишають розчин стояти 20 хв.

Потім розчин діазокомпоненти додають до розчину азокомпоненти.

До одержаної суміші додають 2М розчину NaOH до сильнолужної реакції.

Натрієва сіль барвника виділяється у вигляді оранжево-жовтих листочків. Суміш витримують 2–3 год, потім відфільтровують, осад перекристалізують з невеликої кількості води.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

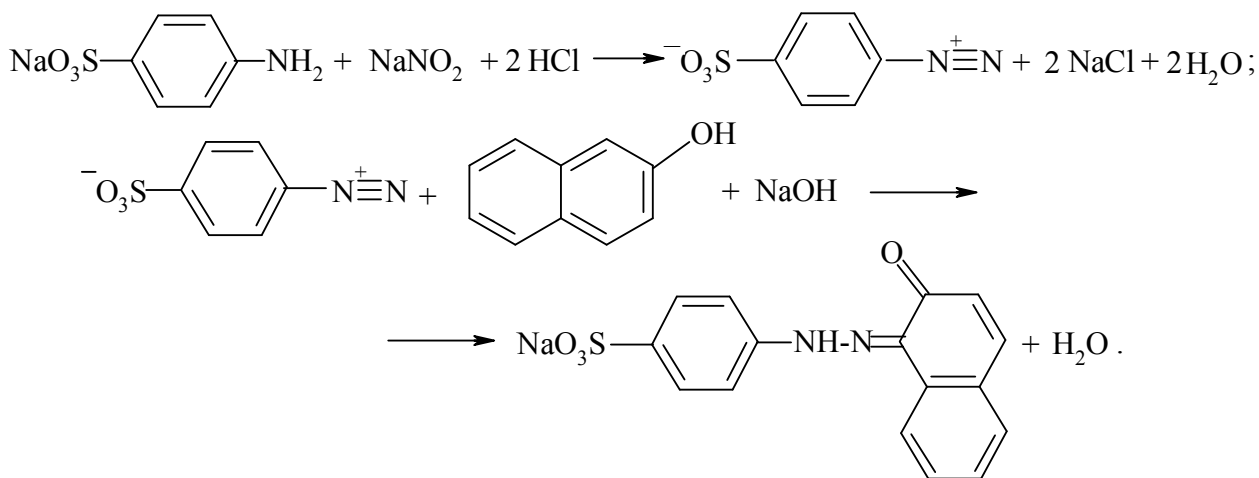
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ НАФТОЛОРАНЖУ

1. *Назва керівництва:* *Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 249-250.

Гиттис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии. М.: Высшая школа, 1991.– с. 190-191.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається у дві стадії: перша – діазотування ароматичного аміну; друга – азосполучення солі діазонію з азокомпонентою (β-нафтолом). Реакція азосполучення відбувається без виділення азоту.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

β -Нафтолоранж (кислотний оранжевий, оранж II, *n*-(2-гідрокси-1-нафтилазо) бензолсульфоокислий натрій).

M –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип} , °C | <i>t</i> _{пл} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₁₀ H ₇ OH (β) | | | | | | |
| H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H | | | | | | |
| NaNO ₂ | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|-----|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₁₀ H ₇ OH (β) | | | | 2,0 | | | |
| H ₂ NC ₆ H ₄ SO ₃ H | | | | 2,5 | | | |
| NaNO ₂ | | | | 1,0 | | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 4 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- хімічні стакани (100 мл) – 2 шт;
- баня з льодом;
- скляна паличка;
- термометр (0–10°C).

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у витяжній шафі з включеною тягою!

Готують два розчини.

Перший розчин (розчин азокомпоненти): у стакані повністю розчиняють β -нафтол в 22,5 мл 2М NaOH.

Другий розчин (розчин діазокомпоненти): у стакані розчиняють сульфанілову кислоту (при незначному нагріванні) в 6,5 мл 2М NaOH до повного розчинення. Розчин повинен мати лужну реакцію за лакмусом. До одержаної суміші додають розчин NaNO₂ в 12 мл води. Реакційну суміш охолоджують льодом до 10°C, і при постійному перемішуванні приливають її в стакан з 13 мл 2М HCl. Через деякий час при охолодженні випадає білий порошкоподібний осад солі діазонію *n*-діазобензолсульфоокислоти.

Потім розчин *діазокомпоненти* у вигляді зависі додають до лужного розчину *азокомпоненти*. Суміш перемішують 30 хв.

До одержаної суміші додають натрій хлорид (12,5 г) і витримують при охолодженні протягом 1 год.

Осад, який випав відфільтровують, промивають невеликою кількістю холодної води і сушать на повітрі.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

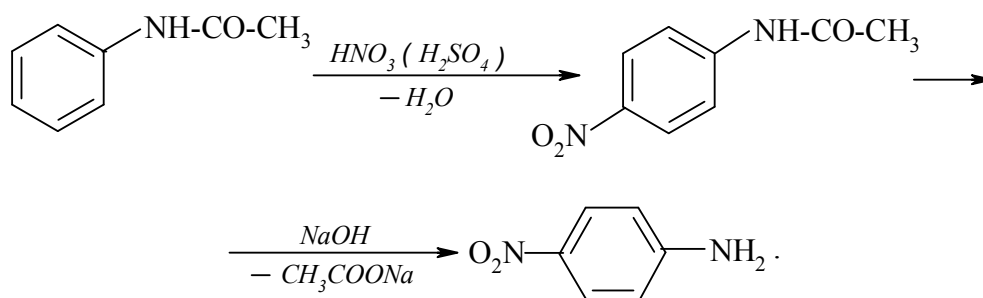
від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ *p*-НІТРОАНІЛІНУ

1. **Назва керівництва:** *Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 197-198.

**Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 171.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом електрофільного заміщення в ароматичне ядро (нітрування) S_E2 з подальшим лужним гідролізом.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

d^{14}_4 –

$t_{пл.}$ –

$t_{кип.}$ –

n^{20}_D –

A.c. –

Розчинність –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | $t_{кип.}$, °C | $t_{пл.}$, °C | n^{20}_D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-----------------|----------------|------------|----------|
| C ₆ H ₅ NHCOCH ₃ | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |
| HNO ₃ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|-------------------|------------|---|-----------------|------|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| $C_6H_5NHCOCH_3$ | | | | 13,5 | | | |
| H_2SO_4 (конц.) | | | | | 35 | | |
| HNO_3 (конц.) | | | | | 8 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 11 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- хімічний стакан або плоскодонна колба (0,5 л);
- льодяна баня;
- круглодонна колба (100 мл);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням).

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у три етапи і виконується у витяжній шафі:

- синтез *n*-нітроацетаніліду;
- виділення *n*-нітроацетаніліду;
- синтез та виділення *n*-нітроаніліну.

Синтез *n*-нітроацетаніліду:

Змішують в стакані концентровану сульфатну кислоту з подрібленим ацетанілідом. Перемішують до отримання прозорого розчину. *Температура не повинна перевищувати 25°C!*

Охолоджуючи розчин льодяно-сольовою сумішшю, поступово *при перемішуванні*, приливають нітруючу суміш (8 мл HNO_3 + 5 мл H_2SO_4). *Температура при нітруванні не перевищує 2-3°C!* Після додавання всієї нітруючої суміші, продовжують перемішування ще 30 хв., і залишають реакційну суміш на 12 год в холодильнику.

Виділення *n*-нітроацетаніліду:

Даний розчин виливають в суміш льодяної води (35 мл H_2O + 35 г дрібного льоду), при цьому випадає *n*-нітроацетанілід.

Через 30 хв осад відфільтровують на лійці Бюхнера. Промивають холодною водою, переносять в стакан з 50 мл води.

Додають соду до лужної реакції за лакмусом і нагрівають до кипіння. *О*-ізомер нітроацетаніліду при цьому гідролізує, а *n*-ізомер залишається без змін.

Розчин охолоджують до 5°C, відфільтровують, промивають холодною водою і переносять в круглодонну колбу (на 100 мл).

Синтез та виділення *n*-нітроаніліну:

До отриманого *n*-нітроацетаніліду додають 20 мл води і 12 мл 35%-ного розчину NaOH. Колбу закривають зворотнім холодильником з водяним охолодженням. Суміш кип'ячать до повного гідролізу *n*-нітроацетаніліду (2-3 год). Проводять пробу на встановлення кінця реакції: краплю реакційної суміші

вносять в пробірку з розведеною хлоридною кислотою – суміш повинна повністю розчинитись.

По закінченню реакції суміш охолоджують.

Відфільтровують *n*-нітроанілін на лійці Бюхнера, промивають холодною водою і сушать на повітрі.

Очищають *n*-нітроанілін перекристалізацією з етанолу.

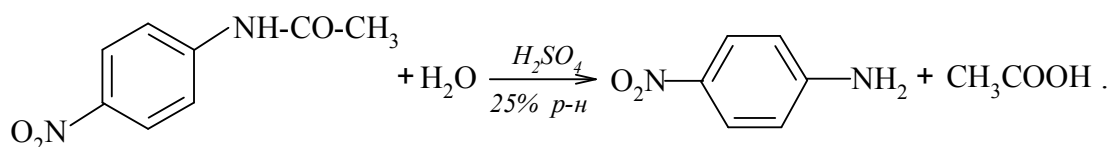
10. Кількості вихідних речовин (за **):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|----|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NHCOCH ₃ | | | | 15 | | | |
| H ₂ SO ₄ (25 %) | | | | | 70 | | |

11. Вихід одержуваної речовини (за **):

– за керівництвом: 11–12 г.

12. Основні етапи синтезу (за **):



Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- виділення речовини.

Завантаження вихідних речовин.

В круглодонну колбу, оснащену зворотнім холодильником, поміщають тонко розтертий нітроацетанілід (попередньо перекристалізований зі спирту) і розчин сульфатної кислоти.

Синтез.

Суміш нагрівають на піщаній бані або на сітці до повного розчинення. Розчин набуває оранжевого забарвлення.

Гарячий розчин фільтрують через складчатий фільтр і виділяють вільну основу, підлужнюючи розчин 10 %-ним їдким натром до лужної реакції (проба по фенолфталеїну).

Виділення речовини.

Осад, який випав відфільтровують на лійці Бюхнера, добре промивають холодною водою, перекристалізовують з киплячої води.

Вологі кристали сушать в сушильній шафі при температурі не вище 60°C.

13. Виконання роботи

14. Розрахунок виходу речовини:

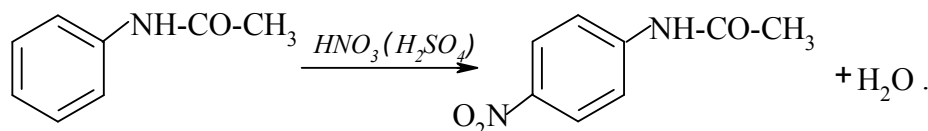
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ *n*-НІТРОАЦЕТАНІЛІДУ

- 1. Назва керівництва:** *Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 106-107.
Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 197-198.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом електрофільного заміщення в ароматичне ядро (нітрування).

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ NHCOCH ₃ | | | | | | |
| CH ₃ COOH | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |
| HNO ₃ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|---|-----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NHCOCH ₃ | | | | 1 | | | |
| CH ₃ COOH | | | | | 1 | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | 2 | | |
| HNO ₃ (конц.) | | | | | 0,4 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: ~ 1 г

8. Схема приладу (рисунок):

- широка пробірка (20 мл);
- термометр (20°C);
- льодяна баня для охолодження;
- нутч-фільтр: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- виділення речовини.

Завантаження вихідних речовин.

В широку пробірку (або хімічний стакан) поміщають тонко розтертий ацетанлід і ацетатну кислоту, *суміш енергійно струшують!*

Додають сульфатну кислоту – суміш розігривається – *охолоджують!* під проточною водою.

По краплях додають нітратну кислоту, слідкуючи, *щоб температура суміші не перевищувала 20°C.*

Синтез.

Після додавання всієї кількості нітратної кислоти, пробірку залишають стояти 20 хвилин.

Виділення речовини.

До суміші поступово додають кусочки льоду та льодяну воду, при цьому *n*-нітроацетанлід випадає в осад.

Осушування.

Через 10 хв. відфільтровують осад на лійці Бюхнера, промивають холодною водою з 5 краплями етанолу.

Вологі кристали сушать на повітрі.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

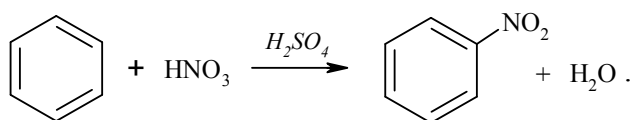
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ НІТРОБЕНЗЕНУ

1. **Назва керівництва:** Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 191–193.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом електрофільного заміщення в бензенове ядро (S_E2).

Умови проведення реакції: нітруюча суміш, температура 50–60°C.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

d_4^{25} –
 $t_{пл.}$ –
 $t_{кип.}$ –
 n_D^{20} –
 А.с. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | М, г/моль | d, г/см ³ | t _{кип.} , °C | t _{пл.} , °C | n _D ²⁰ | Вміст, % |
|--|-----------|----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|----------|
| C ₆ H ₆ | | | | | | |
| HNO ₃ (конц.) | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|--------------------------------|------------|---|-----------------|---|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₆ | | | | | 10 | | |
| HNO ₃ | | | | | 11 | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 13 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 11 г (– мл).

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна одnogорла колба (150 мл);
- зворотній повітряний холодильник;
- водяна баня;
- ділильна лійка;
- колба Вюрца (для перегонки);
- прямий холодильник (повітряний);
- алонж, приймач;
- ртутний термометр (на 250°C).

Установку збирають без штативів.

Синтез проводять у витяжній шафі, тримаючи установку в руках і збовтуючи.

Воду для бані гріють на лабораторному столі.

9. Основні етапи синтезу:

Робота виконується у два етапи і проводиться у витяжній шафі!

- синтез;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

Готують нітруючу суміш: сульфатну кислоту вливають до нітратної, а не навпаки!

У колбу до нітруючої суміші додають бензен невеликими порціями при постійному перемішуванні та охолодженні (температура не повинна перевищувати 60°C, але й не повинна бути нижчою 25°C – колба тепла на дотик).

Синтез.

Всю реакційну суміш нагрівають до 60°C на водяній бані (температура бані 65–70°C) протягом 2 год., постійно збовтуючи. Суміш охолоджують.

Виділення речовини.

За допомогою ділильної лійки відділяють кислотний шар (нижній) в спеціальну посудину.

Органічний шар (верхній), в якому міститься нітробензен, промивають водою, потім – 5 %-м розчином натрій гідроксиду для нейтралізації залишків кислоти і знову – водою (після кожного промивання відділяють органічний шар, який буде знизу).

Осушування.

Висушують нітробензен за допомогою попередньо прожареного кальцій хлориду (додають кальцій хлорид і залишають в закритій посудині на 1-2 год.)

Перегонка.

Спочатку відганяють бензен, що не прореагував.

Потім переганяють нітробензен з повітряним холодильником і збирають фракцію при температурі 207–211°C (перегонну колбу обмотують азбестовим шнуром). *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії (у %);

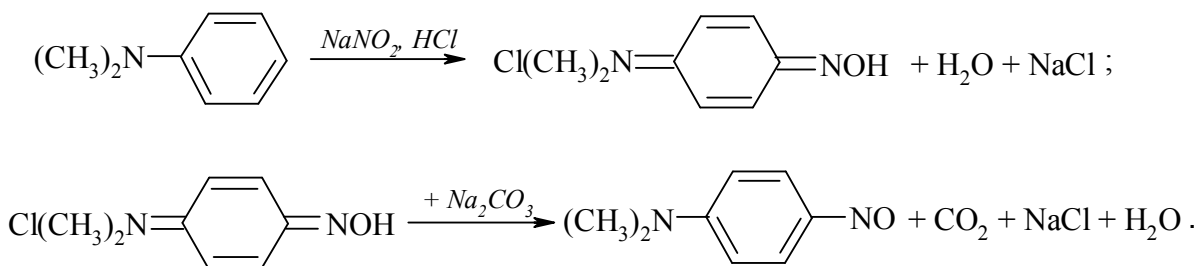
від керівництва (у %).

ТЕМА: СИНТЕЗ *n*-НІТРОЗОДИМЕТИЛАНІЛІНУ (*N,N*-ДИМЕТИЛ-*n*-НІТРОЗОАНІЛІНУ)

1. Назва керівництва: *Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа., 1982.– с. 109-110.

Гиттис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии. М.: Высш. школа, 1991, с.119.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Диметиламін, як жирноароматичний третинний амін легко піддається нітрузуванню. Нітрузування відбувається за механізмом електрофільного заміщення.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

t_{пл.} –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t_{кип.}</i> , °C | <i>t_{пл.}</i> , °C | <i>n_D²⁰</i> | Вміст, % |
|--|-------------------|------------------------------|------------------------------|-----------------------------|-----------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ N(CH ₃) ₂ | | | | | | |
| NaNO ₂ | | | | | | |
| HCl (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|--|------------|---|-----------------|-----|------|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ N(CH ₃) ₂ | | | | 2 | | | |
| NaNO ₂ | | | | 2,1 | | | |
| HCl (конц.) | | | | | 18,9 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 1,4 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- хімічні стакани (на 100 і 50 мл);
- скляна паличка;
- термометр (0–10°C);
- прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у витяжній шафі з включеною тягою!

Завантаження вихідних речовин.

У стакані розчиняють диметиланілін у хлоридній кислоті (*під тягою!*).

Суміш у стакані охолоджують в льодяній бані або додають до неї 10-12 г льоду.

Синтез.

При енергійному перемішуванні поступово приливають розчин NaNO₂ в 9 мл води. Температура реакційної суміші не повинна перевищувати +5°C. Суміш перемішують і витримують протягом однієї години.

Солянокислу сіль *n*-нітрозодиметиланіліну оранжево-жовтого кольору відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають двічі розчином 2 н HCl.

Виділення речовини.

Для отримання вільної основи вологу сіль розмішують в стакані з 3,2 г соди в 10 мл води.

Про перехід всієї солі у вільну основу судять за появою темно-зеленого осаду, який відфільтровують на лійці Бюхнера.

Осушування.

Вологі кристали *n*-нітрозодиметиланіліну сушать на повітрі.

Перекристалізують *n*-нітрозодиметиланілін з петролейного ефіру.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

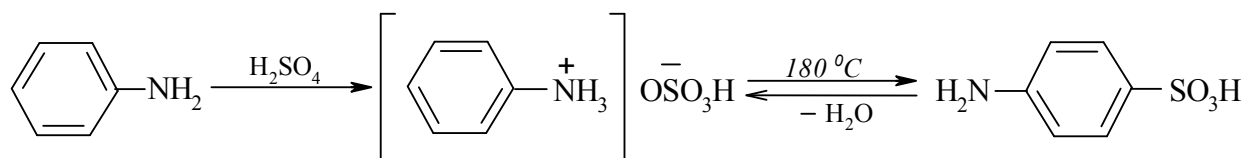
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ СУЛЬФАНІЛОВОЇ КИСЛОТИ

1. **Назва керівництва:** *Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 202-203.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом електрофільного заміщення в ароматичне ядро (сульфування) S_E2 . Особливістю даної реакції є її зворотність.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{пл.} –

Розчинність –

A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин (за *):

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | Надлишок | | |
|---|------------|---|-----------------|---|----------|------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | 9,1 | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | 16,5 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 11 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- маленька круглодонна колба або велика пробірка;
- зворотній повітряний холодильник;
- термометр (200°C);
- піщана баня;
- прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- виділення речовини.

Завантаження вихідних речовин.

У велику пробірку вносять свіжоперегнаний анілін і невеликими порціями при струшуванні додають концентровану сульфатну кислоту. Суміш сильно розігривається.

Синтез.

Пробірку закривають зворотнім повітряним холодильником.

Закріплюють пробірку у штативі і нагрівають на піщаній бані при температурі 170–180°C (температура бані) протягом 1,5–2 години.

Закінчення реакції встановлюють таким чином: пробу сульфомаси розчиняють у пробірці в невеликій кількості води і додають розчин натрій гідроксиду до лужної реакції. Якщо при цьому не виділяються маслянисті краплі аніліну, реакцію можна рахувати закінченою.

Виділення речовини.

Після закінчення реакції суміші дають дещо охолотитись і ще гарячу виливають при перемішуванні скляною паличкою в стакан з невеликою кількістю холодної води (*обережно!*). *Необхідну кількість води розраховують за рівнянням основної реакції.* При цьому випадають кристали сульфанілової кислоти.

Осушування.

Суміш охолоджують в бані з льодяною водою і через 20 хв. відфільтровують сульфанілову кислоту на лійці Бюхнера, промивають на фільтрі невеликою кількістю холодної води.

Висушують сульфанілову кислоту між листами фільтрувального паперу на повітрі.

Очищають сульфанілову кислоту методом перекристалізації з води, додаючи невелику кількість активованого вугілля.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

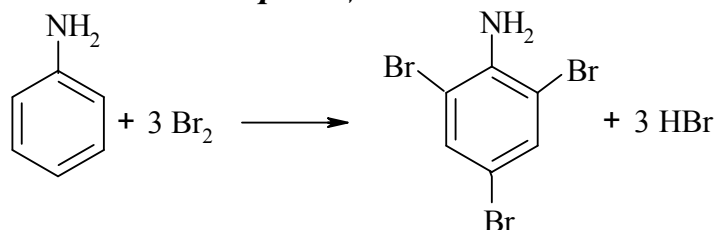
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ 2,4,6-ТРИБРОМАНІЛІНУ

1. Назва керівництва: Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 212.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом електрофільного заміщення в ароматичне ядро (галогенування). Галогенування аніліну у водному розчині приводить до утворення 2,4,6–триброманіліну.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

A.c. –

Розчинність –.

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | | |
| Br ₂ | | | | | | |
| KBr | | | | | | |
| HCl (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|---|-----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | 2,5 | | |
| Br ₂ | | | | | 4,8 | | |
| KBr | | | | 9 | | | |
| HCl (конц.) | | | | | 2,5 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

– за теорією: –

– за керівництвом: 7 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна трьохгорла колба (250 мл);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- крапельна лійка;
- механічна мішалка;

– прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у витяжній шафі з включеною тягою!

Дотримуватися правил роботи з бромом!

Завантаження вихідних речовин.

У круглодонній колбі, оснащій механічною мішалкою, зворотнім холодильником та крапельною лійкою розчиняють анілін (2,5 мл) в 75 мл води з 2,5 мл концентрованої хлоридної кислоти.

У стакані розчиняють в 50 мл води калій броміду (9 г) і 4,8 мл бром у при перемішуванні.

Одержаний прозорий розчин виливають у крапельну лійку, розміщену над реакційною колбою.

Синтез.

Поступово, по краплях приливають розчин бром у в калій броміді у колбу протягом 30 хв. при енергійному перемішуванні суміші (включена механічна мішалка).

Реакція галогенування повинна проходити при кімнатній температурі (температуру контролюють долонею: колба на дотик не повинна бути гарячою).

По закінченню реакції забарвлення бром у зникає і випадає осад триброманіліну.

Виділення речовини.

Осад відфільтровують на лійці Бюхнера і промивають на фільтрі 10 %-ним розчином натрій гідроксиду, а потім великою кількістю води.

Вологий триброманілін очищують від домішок перекристалізацією з гарячого спирту (біля 150 мл). Спиртовий розчин поміщають в льодяну баню на 1 годину для кристалізації.

Осушування.

Відфільтрований триброманілін сушать на повітрі.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

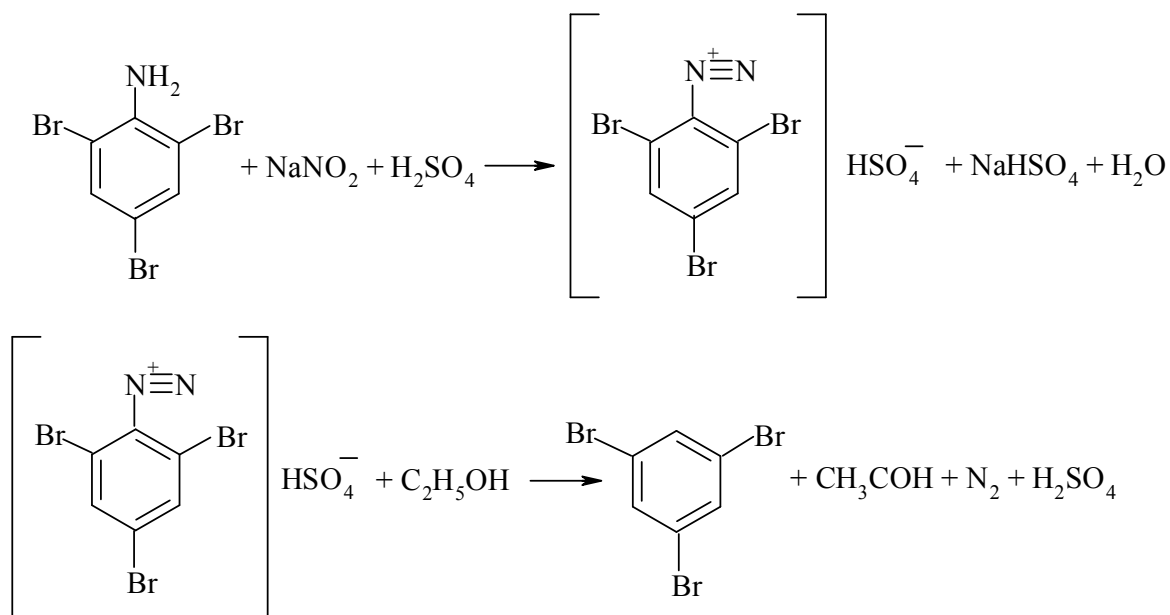
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ 1,3,5 – ТРИБРОМБЕНЗЕНУ (СИМ-ТРИБРОМБЕНЗЕНУ)

1. Назва керівництва: Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 243.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом діазотування з виділенням азоту та утворенням сим-трибромбензену.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

A.c. –

Розчинність –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₂ NH ₂ Br ₃ | | | | | | |
| NaNO ₂ | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |
| C ₂ H ₅ OH | | | | | | |
| C ₆ H ₆ (безв.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|-----|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₂ NH ₂ Br ₃ | | | | 4 | | | |
| NaNO ₂ | | | | 1,6 | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | 2 | | |
| C ₂ H ₅ OH | | | | | 30 | | |
| C ₆ H ₆ (безв.) | | | | | 10 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

– за теорією: –

– за керівництвом: 1 г.

8. *Схема приладу* (рисунок):

- круглодонна колба (100 мл);
- зворотній холодильник (з водяним охолодженням);
- водяна баня;
- скляна конічна лійка;
- прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. *Основні етапи синтезу:*

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- виділення речовини.

Завантаження вихідних речовин.

У круглодонну колбу із зворотнім холодильником поміщають триброманілін (дрібно розтертий), додають суміш етанолу (абс.) і безводного бензену.

Потім вносять концентровану сульфатну кислоту і одержану суміш нагрівають зі зворотнім холодильником на водяній бані до повного розчинення осаду.

Після цього в колбу обережно, через холодильник, додають натрій нітрит. (*Бурхлива реакція!*)

Синтез.

Після додавання всього NaNO_2 , реакційну суміш обережно нагрівають на водяній бані протягом 30 хв.

Колбу охолоджують, при цьому осаджується *сим*-трибромбензен і натрій сульфат.

Виділення речовини.

Осад відфільтровують і промивають водою до негативної проби фільтрату на іон SO_4^{2-} (реакція з розчином BaCl_2).

Осушування.

Промитий *сим*-трибромбензен віджимають і сушать на повітрі.

При необхідності проводять очистку кристалів *сим*-трибромбензену перекристалізацією із спирту з невеликою кількістю активованого вугілля.

10. *Виконання роботи*

11. *Розрахунок виходу речовини:*

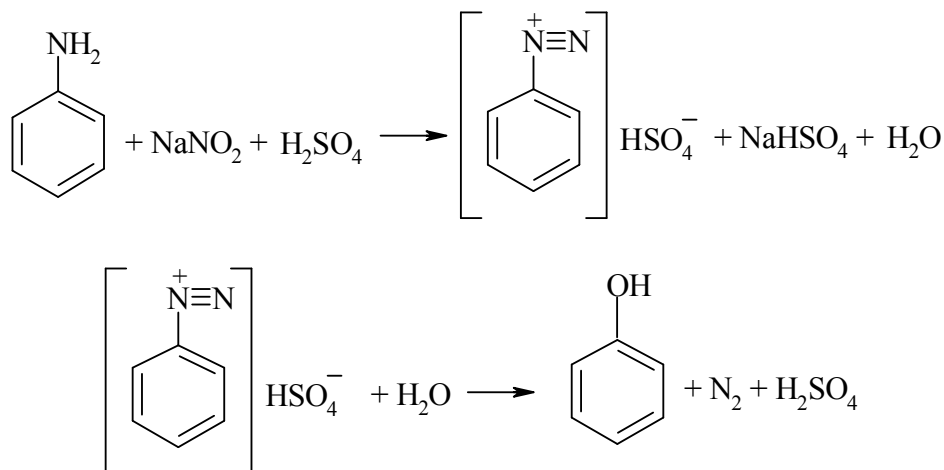
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ ФЕНОЛУ

1. *Назва керівництва:* Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986.– с. 239-240.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається у дві стадії. Перша стадія – це прямий метод діазотування, за яким одержують сіль діазонію. Друга стадія: за механізмом мономолекулярного заміщення (S_N1) відбувається реакція заміщення діазогрупи на гідроксильну з виділенням азоту та утворенням фенолу.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –
*d*²⁵₄ –
*t*_{пл.} –
*t*_{кип.} –
*n*⁴⁵_D –
A.c. –

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | <i>M</i> , г/моль | <i>d</i> , г/см ³ | <i>t</i> _{кип.} , °C | <i>t</i> _{пл.} , °C | <i>n</i> ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|----------|
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | | |
| NaNO ₂ | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|---|-----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₅ NH ₂ | | | | | 9,1 | | |
| NaNO ₂ | | | | 7 | | | |
| H ₂ SO ₄ | | | | | 11 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 6 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- хімічний стакан (200 мл);

- скляна паличка;
- термометр (0–10°C);
- круглодонна колба (0,5 л);
- прилад для перегонки з водяною парою;
- ділильна лійка;
- лід для охолодження;
- прилад для простої перегонки.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у три етапи і виконується у витяжній шафі при включеній тязі!

- синтез;
- перегонка з водяною парою;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

У хімічному стакані змішують воду (50 мл) і концентровану сульфатну кислоту (11 мл), ретельно перемішуючи.

До отриманого гарячого розчину поступово невеликими порціями за допомогою крапельної лійки приливають анілін (свіжоперегнаний), який повинен повністю розчинитись.

Розчин охолоджують до кімнатної температури, додають при енергійному перемішуванні лід (~75 г), контролюючи температуру розчину, яка повинна *дорівнювати 0°C* (при цьому може випадати осад важкорозчинного сульфату аніліну). Стакан з розчином поміщають в льодяну баню.

Синтез.

До охолодженого розчину при ретельному перемішуванні поступово приливають з крапельної лійки охолоджений (0–5°C) розчин натрій нітриту у воді (7 г NaNO₂ в 30 мл H₂O).

При діазотуванні температура реакційної суміші не повинна перевищувати 5°C!

По закінченню реакції (через 5 хв після приливання всього розчину натрій нітриту) роблять пробу йодкрохмальним папірцем на присутність вільної азотистої кислоти. Посиніння папірця (в розчині є HNO₂) свідчить про закінчення реакції.

Розчин солі діазонію переливають в круглодонну колбу і нагрівають на водяній бані (40–50°C) протягом 10–15 хвилин для повного виділення азоту.

Виділення речовини.

Колбу з сумішшю приєднують до приладу для перегонки з водяною парою та відганяють фенол з парою. При цьому необхідно відігнати близько 200–250 мл дистилляту.

Дистиллят насичують натрій хлоридом (з розрахунку 10 г NaCl на 100 мл дистилляту).

Потім екстрагують фенол діетиловим етером або хлороформом (екстрагують 3 рази порціями по 10 мл). Всі витяжки збирають в колбочку з притертим корком і додають прожарений кальцій хлорид.

Осушування.

Висушений від залишків води фенол переливають в невелику круглодонну колбочку і збирають прилад для простої перегонки. *Обережно, попадання фенолу на шкіру викликає опіки!*

Спочатку необхідно відігнати розчинник ($t_{\text{кип.}}$ хлороформу = 61°C; $t_{\text{кип.}}$ етеру = 35,6°C), використовуючи холодильник з водяним охолодженням та водяну баню.

Після того, як відігнався весь розчинник, замінюють холодильник на повітряний, а водяну баню на пальник і, в попередньо зважену колбочку, відганяють фенол, збираючи фракцію, що кипить при температурі 180–182°C. *Перегонку не можна проводити досуха!*

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

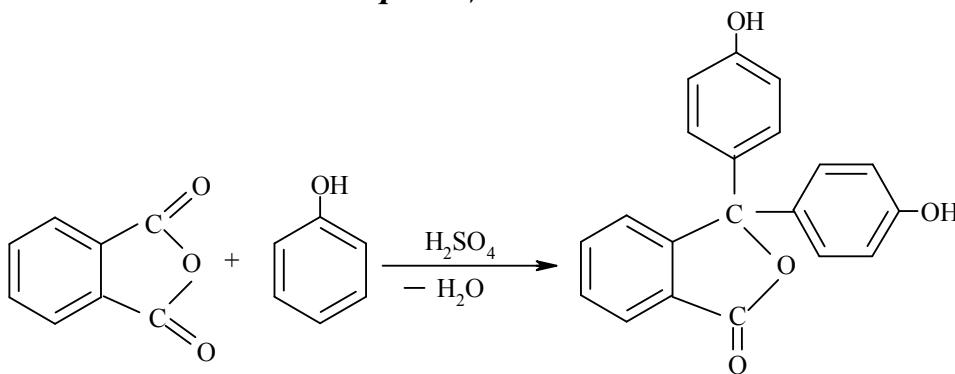
від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

ТЕМА: СИНТЕЗ ФЕНОЛФТАЛЕЇНУ

1. Назва керівництва: Органический синтез. Под ред. Н.В. Васильевой. – М.: Просвещение, 1986. – с. 281-282.

2. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом міжмолекулярної конденсації ангідридів ароматичних кислот з фенолами в присутності каталізатора (H_2SO_4). Таким способом одержують трифенілметанові барвники.

3. Побічні реакції:

4. Властивості одержуваної речовини:

M –

$t_{\text{пл.}}$ –

A.c. –

Розчинність –.

5. Властивості вихідних речовин:

| Речовина | M, г/моль | d, г/см ³ | t _{кип.} , °C | t _{пл.} , °C | n ²⁰ _D | Вміст, % |
|---|-----------|----------------------|------------------------|-----------------------|------------------------------|----------|
| C ₆ H ₄ (CO) ₂ O | | | | | | |
| C ₆ H ₅ OH | | | | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | | |

6. Кількості вихідних речовин:

| Речовина | За теорією | | За керівництвом | | | Надлишок | |
|---|------------|---|-----------------|-----|----|----------|---|
| | моль | г | моль | г | мл | моль | % |
| C ₆ H ₄ (CO) ₂ O | | | | 2,5 | | | |
| C ₆ H ₅ OH | | | | 5,0 | | | |
| H ₂ SO ₄ (конц.) | | | | | 1 | | |

7. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: –
- за керівництвом: 1 г.

8. Схема приладу (рисунок):

- фарфоровий стакан (250 мл);
- піщана баня;
- термометр (130°C);
- скляна паличка;
- прилад для фільтрування: колба Бунзена і лійка Бюхнера.

9. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи і виконується у витяжній шафі при включеній тязі!

- синтез;
- виділення речовини.

Обережно, попадання фенолу на шкіру викликає опіки!

Завантаження вихідних речовин.

У фарфоровий стакан поміщають суміш фталевого ангідриду, фенолу та концентрованої сульфатної кислоти, нагрівають на піщаній бані при температурі 125–130°C приблизно 1,5 год. (*Температура піщаної бані не повинна перевищувати 130°C!*) Суміш періодично перемішують.

Синтез.

Реакційну суміш виливають (гарячу) в стакан з холодною водою (50 мл) і обережно кип'ятять до зникнення запаху фенолу. *Постійно перемішувати скляною паличкою!*

Реакційну суміш охолоджують до кімнатної температури і відсмоктують на лійці Бюхнера (старайчись не переносити осад на фільтр).

Виділення речовини.

Осад в стакані промивають 2 рази невеликими порціями холодної води. (*Осад на фільтрі промити відразу на фільтрі.*)

Осад розчиняють в невеликій кількості теплого 5 %-ного розчину натрій гідроксиду.

Після охолодження відфільтровують від нерозчинного в лузі осаду.

З темно-червоного фільтрату осаджують фенолфталеїн ацетатною кислотою. Додають 1–2 краплі хлоридної кислоти і залишають стояти на 10 годин.

Очищення та осушування.

Фенолфталеїн, що випав у вигляді жовтуватого піску відсмоктують на лійці Бюхнера і очищають від домішок перекристалізацією з гарячого спирту.

Очищений фенолфталеїн сушать між листами фільтрувального паперу на повітрі.

10. Виконання роботи

11. Розрахунок виходу речовини:

від теорії: (у %)

від керівництва: (у %)

Лабораторна робота

ТЕМА: ЯКІСНИЙ ЕЛЕМЕНТНИЙ АНАЛІЗ

Хід виконання роботи:

Перед виконанням якісного аналізу необхідно перевірити чистоту невідомої речовини. Чистоту органічної речовини визначають вимірюючи температуру плавлення чи кипіння. Якщо $T_{пл}$ чи $T_{кип}$ знаходиться в інтервалі температур більше 2–3°C, то речовина містить домішки. Перед аналізом її необхідно очистити. Всі реакції елементного аналізу проводять з чистою речовиною.

Для визначення елементного складу органічну речовину необхідно мінералізувати (перевести у неорганічні сполуки), а тоді можна проводити визначення Нітрогену, Сульфуру, галогенів, а також Фосфору і металів.

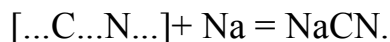
Дослід 1. Мінералізація речовини

Увага! Роботу проводити лише під тягою та з захисними окулярами.

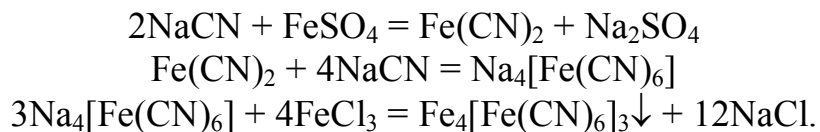
У пробірку вносять 20–30 мг невідомої речовини і додають до неї невеликий шматочок металічного натрію розміром з горошину чорного перцю. *Подивіться чи не реагує натрій з речовиною без нагрівання?* Пробірку нагрівають спочатку на слабкому, а потім на сильному полум'ї. Весь час слідкують за процесом, що відбувається у пробірці. *Що раніше розплавилось, натрій ($T_{пл.} = 97,83^\circ\text{C}$) чи речовина?* Після цього розжарену пробірку вносять в тигель з холодною дистильованою водою об'ємом приблизно 6 мл. *Не заглядати у пробірку!* При цьому пробірка тріскається і її вміст переходить в розчин. Розчин фільтрують, фільтрат ділять на чотири частини для виявлення Нітрогену, Сульфуру та галогенів.

Дослід 1.1. Проба Лассеня для виявлення Нітрогену

При сплавленні речовини, яка містить Нітроген, з металічним натрієм Нітроген і Карбон органічних сполук утворюють ціаністу сіль натрію:



Ціанід аніон можна легко визначити за рахунок утворення натрій (II) гексаціаноферату, який з ферум (III) хлоридом дає *синій осад берлінської блакиті*.

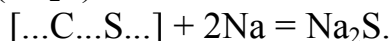


Техніка виконання дослідіду:

До однієї з частин фільтрату додають 3–5 краплин розчину ферум (II) сульфату (або його кристалик) і кип'ятять протягом 1–2 хвилин, потім додають 2–3 краплини хлорного заліза, охолоджують і підкислюють соляною кислотою до кислої реакції за лакмусом. Утворюється синій осад берлінської блакиті. Якщо Нітрогену мало, то розчин після підкислення забарвлюється в зелений колір, а синій осад виділяється лише через деякий час.

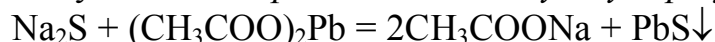
Дослід 1.2. Виявлення Сульфуру

При сплавленні речовини, що містить Сульфур, з металічним натрієм утворюється натрій сульфід (Na_2S).



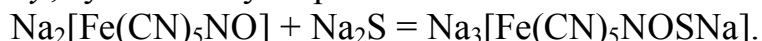
Утворений сульфід аніон можна виявити дією солей плюмбуму або нітропрусиду натрію $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot \text{H}_2\text{O}$.

У першому випадку випадає *чорний осад плюмбум сульфідіду*:



При малому вмісті Сульфуру розчин має коричневе забарвлення.

У другому випадку при наявності Сульфуру з'являється *червоно-фіолетове забарвлення розчину*, зумовлене утворенням комплексної солі такого складу:



Техніка виконання дослідіду:

Для виявлення сульфід-йону другу частину фільтрату ділять порівну у дві пробірки. В одну пробірку до фільтрату доливають 2–3 краплі розчину плюмбум ацетату і спостерігають за появою осаду плюмбум сульфідіду. У іншу пробірку до фільтрату додають 1–2 краплі свіжоприготовленого 5 %-ного розчину натрій нітропрусиду. При наявності Сульфуру з'являється інтенсивне червоно-фіолетове забарвлення розчину.

Дослід 1.3. Виявлення галогенів

Дослід 1.3.1. Проба Бейльштейна

Метод ґрунтується на розкладі галогеновмісної органічної речовини шляхом прожарювання її з купрум оксидом, при цьому галоген зв'язується в леткі солі міді, які забарвлюють полум'я в *яскраво-зелений колір*.

Проба є універсальна і досить чутлива, у випадку наявності галогенів у речовині завжди дає позитивний ефект. Однак є деякі речовини, що теж можуть утворювати леткі сполуки з міддю і забарвлювати полум'я у зелений колір. Тому,

при позитивній пробі Бейльштейна (!) необхідно підтвердити наявність галогенів реакцією з аргентум нітратом та встановити природу самого галогену (досліди 2 і 3).

Техніка виконання дослідів:

Тонку мідну дротинку, загнуту на кінці в петлю, прожарюють у полум'ї пальника до зникнення забарвлення полум'я. Мідь при цьому покривається чорним нальотом оксиду. Ще гарячою дротиною набирають петлею краплю або декілька крупинок досліджуваної речовини і знову вносять в полум'я. Після згорання (з кіптявою при наявності в речовині ароматичних або ацетиленових фрагментів, з білим димом – Фосфору або Бору, яскраво-синього забарвлення – Селену) поява яскраво-зеленого забарвлення полум'я може свідчити про наявність у досліджуваній речовині галогенів.

Дослід 1.3.2. Реакція з аргентум нітратом у розчині, отриманому після розкладу за способом Лассеня

Третю частину фільтрату підкислюють розведеною нітратною кислотою і додають розчин аргентум нітрату. При наявності галогену виділяється *осад аргентум галогеніду*.

Ця проба придатна *лише* для речовин, які не містять Нітрогену і Сульфору. Якщо ж речовина містить ці елементи, то після підкислення розведеною нітратною кислотою пробу кип'ятять 2–3 хвилини для видалення гідроген ціаніду (HCN) і сірководню (H₂S) (*у витяжній шафі!*) і до ще гарячого розчину доливають розчин аргентум нітрату. При наявності галогену відразу випадає осад.

При досить великому вмісті Бром і Іод можна виявити вже за забарвленням розчину при нагріванні з нітратною кислотою, яке появляється внаслідок виділення цих галогенідів у вільному стані.

Дослід 1.3.3. Визначення природи галогену

Для визначення галогену поступають таким чином (при малому вмісті). Четверту частину проби фільтрату, одержаного після сплавлення досліджуваної речовини з натрієм, підкислюють сульфатною кислотою, додають декілька краплин розчину натрій нітриту і струшують з 1–2 мл хлороформу. При наявності *Іоду* хлороформний шар забарвлюється в *фіолетовий колір*.

Для виявлення Брому цей шар відокремлюють за допомогою ділильної лійки (якщо Іод не виявлено, то відокремлювати хлороформ не потрібно), до водного шару додають декілька краплин хлорної води і знову струшують з хлороформом. При наявності *Брому* хлороформний шар забарвлюється в *коричневий колір*. Якщо хлороформний шар залишається *безбарвним*, то у речовині є *Хлор*.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. (А.) Алексеев И. И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии. М.: Высш.школа, 1979.– 303 с.
2. (Г.) Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О. Ф. Гинзбурга. М.: Высш. школа, 1987.– 295 с.
3. (Гит.) Гиттис С. С., Глаз А. И., Иванов А. В. Практикум по органической химии. М.: Высш. школа, 1991.– 303 с.
4. (Гл.) Глубиш П. А. Органічний синтез. Част. 1. – К.: ІЗМН, 1997.– 320 с.
5. (Гр.) Грандберг И. И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии. М.: Высш. школа, 1979.– 303 с.
6. (Н.) Некрасов В. В. Руководство к малому практикуму по органической химии. М.: Химия, 1975.– 328 с.
7. (О.) Органический синтез. Под ред. Н. В. Васильевой. М.: Просвещение, 1986.– 420 с.
8. (Рык.) Рыклис С. Т., Высоцкая М. П. Лабораторное руководство по синтезу промежуточных продуктов и красителей. К.: Изд. КГУ, 1958.– 192 с.
9. (Род.) Родионов В. М., Богословский Б. М., Федорова А. М. Лабораторное руководство по химии промежуточных продуктов и красителей. М.: Госхимиздат, 1948.– 216 с.
- 10.(П.) Лабораторные работы по органическому синтезу/ Птицына О. А., Куплетская Н. В., Тимофеева В. К. и др. – М.: Просвещение, 1979.– 256 с.
11. Органічна хімія в прикладах і задачах/ Алісова Е. В., Козліковський Я. Б., Кулик Н. І. та ін. За ред. Юрченка О. Г. – К.: Вища школа, 1993.– 192 с.

ДОДАТКИ

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДЕЯКИХ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН,

| № | Назва речовини | Формула | Зовнішній вигляд | М, г/моль |
|----|--------------------------------------|---------------------|--|-----------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 | Адипінова кислота | $C_4H_8(COOH)_2$ | безбарвна кристалічна речовина | 146,14 |
| 2 | Анілін | $C_6H_5NH_2$ | безбарвна прозора рідина з ледь жовтуватим відтінком і характерним запахом | 93,13 |
| 3 | Ацетанлід | $C_6H_5NHCOCH_3$ | безбарвна кристалічна речовина | 135,17 |
| 4 | Ацетон | C_3H_6O | безбарвна прозора рідина з характерним запахом | 58,08 |
| 5 | Бензен | C_6H_6 (безв.) | безбарвна прозора рідина з характерним запахом | 78,11 |
| 6 | Бензімідазол | $C_7H_6N_2$ | безбарвна кристалічна речовина, кристали голчаті | 118,14 |
| 7 | Бензоатна кислота | C_6H_5COOH | безбарвна кристалічна речовина, форма кристалів – пластинчаті | 122,11 |
| 8 | Бутанол | C_4H_9OH | безбарвна рідина | 74,12 |
| 9 | Бутилацетат | $C_6H_{12}O_2$ | безбарвна рідина з ефірним запахом | 116,15 |
| 10 | Диметиланілін | $C_6H_5N(CH_3)_2$ | безбарвна прозора рідина з характерним запахом | 121,18 |
| 11 | N,N-диметил- <i>n</i> -нітрозоанілін | $ONC_6H_4N(CH_3)_2$ | кристалічна речовина темно-зеленого кольору | 150,18 |
| 12 | Етанол | C_2H_5OH | безбарвна прозора рідина | 46,07 |
| 13 | Етилацетат | $C_4H_8O_2$ | безбарвна рідина з приємним запахом | 88,11 |
| 14 | Етилбромід | C_2H_5Br | масляниста безбарвна рідина | 108,97 |
| 15 | Ізоамілацетат | $C_7H_{14}O_2$ | безбарвна рідина з запахом грушевої есенції (дюшесу) | 130,19 |
| 16 | Ізоаміловий спирт | ізо- $C_5H_{11}OH$ | безбарвна рідина | 88,15 |
| 17 | Ізопропіловий спирт | ізо- C_3H_7OH | безбарвна рідина | 60,10 |

ЩО ВИКОРИСТОВУЮТЬСЯ ТА ОДЕРЖУЮТЬСЯ В СИНТЕЗАХ

| $d_{4, 20}^{20}$, г/см ³ | t кип, °С | t пл, °С | n_D^{20} | Розчинність | № |
|--------------------------------------|-----------|-----------|----------------------|---|-----------|
| 6 | 7 | 8 | 9 | 9 | 10 |
| | 337,5 | 151–153 | | погано розч. – вода, діетиловий етер; добре розч. – етанол | 1 |
| 1,022 | 184,4 | –6,2 | 1,5863 | | 2 |
| 1,21 | 305 | 114 | | | 3 |
| 0,7908 | 56,24 | | 1,3590 | | 4 |
| 0,879 | 80,1 | 5,5 | 1,5010 | | 5 |
| | > 360 | 170 | | добре розч. – вода, діетиловий етер, етанол | 6 |
| 1,2659 ¹⁵ | 249 | 122 | | H ₂ O (хол.) – погано; H ₂ O (гар.) – добре: при 100°С – 59 г в 1 л води; при 18°С – 2,7 г. | 7 |
| 0,810 | 117,7 | –80 | 1,3991 | | 8 |
| 0,882 | 124-126 | –76,8 | 1,3941 | | 9 |
| 0,956 | 193,5 | 2,5 | 1,5582 | | 10 |
| | | 92,5-93,5 | | | 11 |
| 0,789 | 78,33 | - | 1,3616 | | 12 |
| 0,901 | 77,15 | –82,4 | 1,3722 ¹⁹ | | 13 |
| 1,4555 | 38,4 | –119 | 1,4239 | | 14 |
| 0,872 | 142 | –78,5 | 1,4054 | | 15 |
| 0,812 | 132 | –117,2 | 1,4058 | | 16 |
| 0,789 | 82,2 | –88,5 | 1,3776 | | 17 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|----|------------------------------|---|---|--------|
| 18 | Йодбензен | C_6H_5I | безбарвна рідина | 220,01 |
| 19 | Метилоранж | $(CH_3)_2NC_6H_4N=$ $=NC_6H_4SO_3Na$ | кристалічна речовина оранжевого кольору | 327,35 |
| 20 | β -Нафтол | $C_{10}H_7OH$ (β) | кристалічна речовина рожевого кольору | 144,17 |
| 21 | Нафтолоранж | $OC_{10}H_6N=$ $=NHC_6H_4SO_3Na$ | кристалічна речовина яскраво оранжевого кольору | 350 |
| 22 | Нітратна кислота (конц.) | HNO_3 | безбарвна прозора рідина | 63,01 |
| 23 | <i>n</i> -Нітроанілін | $C_6H_4NH_2NO_2$ | кристалічна речовина жовтого кольору, кристали – голки | 138,13 |
| 24 | <i>n</i> -Нітроацетанлід | $C_6H_4NHCOCH_3NO_2$ | кристалічна речовина блідожовтого кольору | 180 |
| 25 | Нітробензен | $C_6H_5NO_2$ | масляниста рідина жовтуватого кольору з запахом гіркою мигдалю | 123,11 |
| 26 | Оцтова кислота (льодяна) | CH_3COOH | безбарвна прозора рідина | 60,05 |
| 27 | Сульфанілова кислота | $H_2NC_6H_4SO_3H$ | безбарвна кристалічна речовина | 173,24 |
| 28 | Сульфатна кислота (конц.) | H_2SO_4 | безбарвна прозора рідина | 98,08 |
| 29 | Толуен | $C_6H_5CH_3$ | безбарвна прозора рідина з характерним запахом | 92,14 |
| 30 | Триброманілін | $C_6H_2NH_2Br_3$ | безбарвна кристалічна речовина | 343,8 |
| 31 | 1,3,5-Трибромбензен | $C_6H_3Br_3$ | безбарвна кристалічна речовина | 327,8 |
| 32 | Фенол | C_6H_5OH | безбарвна кристалічна речовина з характерним запахом | 94,11 |
| 33 | Фенолфталеїн | $C_{20}H_{14}O_4$ | безбарвна кристалічна речовина | 318,33 |
| 34 | Фталевий ангідрид | $C_6H_4(CO)_2O$ | безбарвна кристалічна речовина | 148,12 |
| 35 | Хлоридна кислота (конц.) | HCl | безбарвна прозора рідина | 36,46 |
| 36 | Циклогексанол | $C_6H_{11}OH$ | безбарвна прозора рідина | 100,16 |

| 6 | 7 | 8 | 9 | 9 | 10 |
|----------------------|---------------|------------------------------------|----------------------|---|----|
| 1,8383 ¹⁵ | 188,7 | -31,4 | 1,6213 ¹⁸ | нерозч. у воді, розч. у хлороформі, етанолі та ефірі | 18 |
| | | | | добре розч. у воді і нерозч. в етанолі | 19 |
| 1,217 ⁴ | 286 | | | | 20 |
| | | | | добре розч. у воді | 21 |
| 1,390 | 86 | -42 | 1,397 | | 22 |
| 1,437 ¹⁴ | 260 °С розкл. | 148 | 1,5863 | розч.: спирт, ефір, бензен; сублимується легко | 23 |
| | | 207 | | | 24 |
| 1,199 ²⁵ | 210,9 | 5,7 | 1,5526 | | 25 |
| 1,049 | 118,1 | 16,6 | 1,3698 | | 26 |
| | | розк>280 100(-H ₂ O) | | розч. у воді: при 20°С – 1,08 г в 100 мл, при 100°С – 6,67 г в 100 мл | 27 |
| 1,834 | 330 | 10,37 | 1,429 | | 28 |
| 0,867 | 110,6 | -95 | 1,4969 | | 29 |
| | 300 | 119-120 | | H ₂ O – нерозч.; розч.: хлороформ, ефір | 30 |
| | 271 | 122 | | H ₂ O – нерозч.; розч.: етанол (гар.), ефір | 31 |
| 1,071 ²⁵ | 181,2 | 40,9 | 1,5403 ⁴⁵ | | 32 |
| | | 261 °С, сублимується | | H ₂ O – нерозч.; розч.: гарячий ефір, спирт | 33 |
| 1,527 ⁴ | 285 субл. | 131,6 | | | 34 |
| 1,19 | | | | | 35 |
| 0,962 | 160-161 | 23,9 | 1,461 ³⁷ | | 36 |

ЗМІСТ

| | |
|--|----|
| Пояснювальна записка | 3 |
| Робочий план лабораторного практикуму | 4 |
| Перелік синтезів для індивідуального плану | 5 |
| Основний посуд та прилади для проведення органічних синтезів | 7 |
| | |
| Методичні розробки лабораторних занять | 16 |
| <i>Лабораторна робота. Карбонові кислоти</i> | 16 |
| <i>Лабораторна робота. Амінокислоти та білки</i> | 18 |
| | |
| Методичні розробки синтезів органічних речовин | 22 |
| Синтез адипінової кислоти | 22 |
| Синтез аніліну | 23 |
| Синтез ацетаніліду | 25 |
| Синтез ацетону | 27 |
| Синтез бензімідазолу | 29 |
| Синтез бензоатної кислоти | 30 |
| Синтез бутилацетату | 32 |
| Синтез ізоамілацетату | 34 |
| Синтез етилацетату | 36 |
| Синтез етилброміду | 38 |
| Синтез йодбензену | 40 |
| Синтез метилоранжу | 42 |
| Синтез нафтолоранжу | 44 |
| Синтез <i>n</i> -нітроаніліну | 46 |
| Синтез <i>n</i> -нітроацетаніліду | 49 |
| Синтез нітробензену | 50 |
| Синтез <i>n</i> -нітрозодиметиланіліну | 52 |
| Синтез сульфанілової кислоти | 54 |
| Синтез 2,4,6-триброманіліну | 56 |
| Синтез 1,3,5-трибромбензену | 57 |
| Синтез фенолу | 59 |
| Синтез фенолфталеїну | 62 |
| | |
| <i>Лабораторна робота. Якісний елементний аналіз</i> | 64 |
| | |
| Список рекомендованої літератури | 67 |
| | |
| Додатки | 68 |