

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І. І. МЕЧНИКОВА  
ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ

В. В. Ведута, Н. Ф. Федько, О. В. Шевченко

## ПРАКТИКУМ З ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

для студентів спеціальності

102 Хімія, 014 Середня освіта (Хімія), 226 Фармація



ОДЕСА  
ОНУ  
2019

УДК 547(075.8)  
В261

Рекомендовано до друку Науково-методичною радою  
ОНУ імені І. І. Мечникова.  
Протокол № 5 від 13 грудня 2018 р.

**Рецензенти:**

**В. О. Гельмбольдт** – доктор хімічних наук, професор, завідувач кафедри фармацевтичної хімії Одеського національного медичного університету;

**М. В. Шестакова** – кандидат хімічних наук, доцент кафедри безпеки життєдіяльності, екології та хімії Одеського національного морського університету;

**І. М. Ракіпов** – кандидат хімічних наук, старший викладач кафедри органічних та фармацевтичних технологій Одеського національного політехнічного університету.

**Ведуга В. В.**

В261 Практикум з органічної хімії : метод. вказівки з органічної хімії для студентів II, III курсів ф-ту хімії та фармації (денного та заочного відділень) / В. В. Ведуга, Н. Ф. Федько, О. В. Шевченко. – Одеса : Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2019. – 80 с.

Методичні вказівки містять лабораторні роботи, що включені до плану практикуму з органічної хімії для студентів II, III курсів; коротко викладені основні методи і прийоми роботи з органічними речовинами, класичні методи розділення та ідентифікації органічних сполук. Запропонований набір лабораторних робіт охоплює широке коло органічних сполук і хімічних реакцій.

Рекомендований для студентів природничих спеціальностей, які вивчають курс «Органічна хімія».

УДК 547(075.8)

## ЗМІСТ

ВСТУП .....	5
Основні правила техніки безпеки в лабораторії органічної хімії. Перша допомога при нещасних випадках .....	6
<b>ЧАСТИНА 1. ЗАГАЛЬНІ ПРИНЦИПИ ТА МЕТОДИ РОБОТИ З ОРГАНІЧНИМИ РЕЧОВИНАМИ .....</b>	<b>8</b>
1.1. ПІДГОТОВКА ДО ПРАКТИЧНОЇ РОБОТИ .....	8
1.1.1. Планування експерименту .....	8
1.1.2. Нагрівання .....	9
1.1.3. Охолодження .....	11
1.1.4. Перемішування .....	12
1.1.5 Збирання приладів .....	13
1.2. ВИДІЛЕННЯ ТА ОЧИСТКА ОТРИМАНИХ СПОЛУК .....	13
1.2.1. Екстракція .....	14
1.2.2. Висушування .....	15
1.2.3. Видалення розчинника .....	17
1.2.4. Кристалізація .....	19
1.2.5. Фільтрування .....	21
1.2.6. Сублімація .....	23
1.2.7. Перегонка .....	24
1.2.8. Хроматографія .....	29
1.3. РОБОЧИЙ ЖУРНАЛ. План і приклад оформлення протоколу синтетичної роботи .....	32
<b>ЧАСТИНА 2. ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ.....</b>	<b>38</b>
ЛР № 1 ЯКІСНИЙ ЕЛЕМЕНТНИЙ АНАЛІЗ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК	38
ЛР № 2 МЕТОДИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ РІДИН.....	40
2.1. Визначення густини рідини .....	40
2.2. Визначення температури кипіння рідини .....	41

2.3. Визначення показника заломлення рідини .....	43
ЛР № 3 МЕТОДИ ВИДІЛЕННЯ, ОЧИСТКИ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЇ ТВЕРДИХ РЕЧОВИН.....	45
3.1. Визначення температури плавлення .....	45
3.2. Сублімація бензойної кислоти .....	46
3.3. Перекристалізація бензойної кислоти .....	47
3.4. Ідентифікація органічних речовин методом тонкошарової хроматографії.....	47
ЛР № 4 НАСИЧЕНІ ТА НЕНАСИЧЕНІ ВУГЛЕВОДНІ .....	48
ЛР № 5 СИНТЕЗ 1,2-ДИБРОМОЕТАНУ.....	50
ЛР № 6 АРОМАТИЧНІ ВУГЛЕВОДНІ.....	51
ЛР № 7 СИНТЕЗ <i>ОРТО</i> - і <i>ПАРА</i> -НІТРОФЕНОЛУ.....	52
ЛР № 8 СПИРТИ ТА ФЕНОЛИ.....	54
ЛР № 9 СИНТЕЗ БРОМОЕТАНУ.....	56
ЛР № 10 АЛЬДЕГІДИ ТА КЕТОНИ .....	57
ЛР № 11 СИНТЕЗ КОРИЧНОЇ (ЦИНАМОНОВОЇ) КИСЛОТИ.....	60
ЛР № 12 СИНТЕЗ ДИБЕНЗАЛЬАЦЕТОНУ.....	61
ЛР № 13 КАРБОНОВІ КИСЛОТИ.....	62
ЛР № 14 СИНТЕЗ ЕТИЛАЦЕТАТУ.....	64
ЛР № 15 ОТРИМАННЯ МИЛА .....	65
ЛР № 16 НІТРОГЕНОВМІСНІ ОРГАНІЧНІ СПОЛУКИ.....	68
ЛР № 17 СИНТЕЗ МЕТИЛОРАНЖУ .....	70
ЛР № 18 ГІДРОКСИКИСЛОТИ.....	72
ЛР № 19 ВУГЛЕВОДИ.....	73
ЛР № 20 АМІНОКИСЛОТИ ТА БІЛКИ.....	76
ЛІТЕРАТУРА .....	79

## ВСТУП

Органічна хімія є одним з базових предметів, що вивчають студенти хімічних спеціальностей. Він має дуже важливе значення в комплексі спеціальних дисциплін для формування фахівців в галузі хімії, а також у підготовці до виконання кваліфікаційних робіт.

Основна мета практикуму – ознайомлення студентів з властивостями органічних сполук, методами їх отримання, знайомство з технікою синтетичного експерименту та набуття досвіду і практичних навичок в таких видах діяльності: виконання синтезів органічних сполук, розділення, виділення та очищення цільових продуктів. У зв'язку з цим, в першому розділі розглядаються загальні принципи і методи роботи з органічними речовинами, а саме правила техніки безпеки, етапи підготовки і проведення синтетичного експерименту, починаючи з детального аналізу методики та послідовності операцій з реагентами, збирання приладу і закінчуючи загальними способами обробки реакційних сумішей і оформленням робочого журналу. Певну увагу присвячено методам виділення та очищення органічних сполук. Наведені в цьому посібнику відомості є досить скороченими, для більш докладного ознайомлення з особливостями та технікою тієї чи іншої операції наводяться посилання на літературні джерела, де допитливий студент може знайти більш докладні описи та пояснення.

Другий розділ посібника містить практичні вказівки до лабораторного практикуму, який передбачає самостійне виконання студентами якісних реакцій усіх вивчених класів органічних сполук, а також синтезів деяких органічних сполук заданої будови, основні хімічні властивості і методи отримання яких були розглянуті в лекційному курсі. Кожна практична робота включає схему реакції, кількість вихідних сполук, константи речовини, що має бути синтезована, рисунок або опис приладу. Це допоможе студентові досить свідомо і самостійно проводити синтез, а дані про вихід продукту дозволять оцінити власні зусилля. Наведені після роботи контрольні запитання, відповіді на які повинен обміркувати студент, допоможуть самостійно підготуватися до практичної лабораторної роботи і глибше зрозуміти сутність хімічних перетворень, що відбуваються в процесі її виконання.

## ОСНОВНІ ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ

Синтетична органічна хімія вимагає великої уваги й обережності експериментатора. Більшість речовин, які використовують в органічній хімії, є або легкозаймистими або токсичними, або тими й іншими одночасно. З такими речовинами можна працювати безпечно лише при дотриманні запобіжних заходів. Тому наведемо основні правила роботи з деякими хімічними речовинами і правила техніки безпеки при роботі в лабораторії органічного синтезу.

- У хімічній лабораторії в доступному місці повинні бути різні захисні засоби: вогнегасник, ковдра із вовни, ящик з піском, аптечка першої допомоги; студент зобов'язаний вміти ними користуватися.
- В лабораторії необхідно знаходитися в лабораторному халаті зі стійкого до загоряння матеріалу.
- Приймати їжу, пити і палити в лабораторії категорично забороняється!
- Кожний студент повинен працювати на закріпленому за ним робочому місці. Під час роботи не можна залишати працюючий прилад без нагляду.
- Не дозволяється нагрівати, змішувати та збовтувати реактиви поблизу від обличчя. Отвір посудини повинен завжди бути направленим від себе.
- Забороняється засмоктувати рідину в піпетку ротом, для цього користуються гумовою грушею або спеціальним дозатором.
- Будьте обережні з сильними кислотами або лугами, особливо при нагріванні. Забороняється нагрівати закупорені сосуди.
- Не можна додавати воду до концентрованих кислот або лугів! При змішуванні двох рідин необхідно дотримуватись правила: рідину з більшою густиною вливають у рідину з меншою густиною.
- Посуд з реактивами слід брати двома руками, причому однією за горловину, а другою підтримувати за дно.
- З речовинами, що виділяють шкідливі пари, з їдкими або токсичними матеріалами треба працювати тільки у витяжній шафі, надягаючи захисні рукавички. До таких речовин відносяться галогеніди фосфору, бром, усі хлорангідриди кислот, оцтовий ангідрид, нітратна кислота, концентрований розчин аміаку, аміни.
- Під час роботи з леткими та вибухонебезпечними речовинами надягають захисні окуляри, операції проводять у витяжній шафі.
- При проведенні процесів у вакуумі обов'язково надягти захисні окуляри, користуватися захисними екранами.
- Шматочки натрію не можна залишати на робочому столі, викидати у раковину або у ящик для сміття. Залишки натрію одразу ж після розрізання

кладуть у посуд з гасом і закупорюють. Маленькі шматочки натрію (обрізки) на фільтрувальному папері або залишки натрію в реакторі після реакції знищують розчиненням у великій кількості метилового чи етилового спирту (обов'язково у відкритому посуді). При загорянні натрію місце горіння засипають сухим піском.

- Газові пальники не варто залишати запаленими без потреби, забороняється виконувати біля відкритого вогню інші операції, не пов'язані з нагріванням.
  - Легкозаймисті речовини (ацетон, гексан, етер, спирт, бензол та ін.) не можна нагрівати на відкритому вогні. Для цього використовують водяну або масляну баню, або електроплитку з закритою спіраллю.
  - Забороняється збереження великих кількостей легкозаймистих розчинників і інших реактивів на робочих столах.
- Література [1, с. 546-547; 2, с. 5-13; 3, с. 16-23]

### **Перша допомога при нещасних випадках**

**Про будь-який навіть незначний на перший погляд випадок негайно повідомити викладача!**

- При попаданні хімічних реактивів на шкіру терміново і інтенсивно промити уражені місця під струменем води.
- При термічних опіках I ступеня (почервоніння, незначна припухлість) уражене місце протирають ваткою, змоченою етиловим спиртом. При опіках II-III ступеня треба накласти спиртовий компрес або стерильну пов'язку.
- При хімічних опіках уражене місце треба промити великою кількістю води, а потім нейтралізувати реактив: якщо опік причинив реактив кислотної природи – 3% розчином соди (натрій гідрокарбонату), а якщо луг – 3% розчином борної або оцтової кислоти.
- При опіках бромом промивання водою неефективне: треба промити уражене місце етиловим спиртом або 10% розчином натрій гідросульфїту. Якщо бром не нейтралізувати, він залишає рани, що довго не загоюються.
- У випадку попадання парів бром у дихальні шляхи треба негайно вийти на свіже повітря і вдихати спиртово-аміачний розчин.
- При порізах склом насамперед слід видалити з рани великі уламки скла і краї рани дезінфікувати 3% розчином йоду, а потім накласти стерильну пов'язку. При сильних кровотечах вище рани перетягнути джгутом, прикріпивши записку з точно вказаним часом накладення.
- У всіх випадках після надання першої допомоги потерпілого необхідно направити в медпункт або в поліклініку.

Література [1, с. 547-548; 2, с. 12-13; 3, с. 23-24]

# ЧАСТИНА 1

## ЗАГАЛЬНІ ПРИНЦИПИ ТА МЕТОДИ РОБОТИ З ОРГАНІЧНИМИ РЕЧОВИНАМИ

Синтез будь-якої органічної сполуки можна розділити на чотири етапи:

1. *Попередній етап*: ознайомлення з методикою синтезу, підготовка необхідної апаратури та реактивів, вивчення властивостей вихідних і кінцевих речовин, проведення розрахунків, вибір методів забезпечення необхідного температурного режиму та контролю за ступенем перетворення.
2. *Головний етап*: безпосереднє проведення синтезу, контроль за ступенем перетворення.
3. *Найвідповідальніший етап*: обробка реакційної суміші, відділення потрібного продукту від розчинників, побічних речовин або неорганічних продуктів.
4. *Фінальний етап*: додаткове очищення (якщо потрібне) та ідентифікація отриманої речовини.

### 1.1. ПІДГОТОВКА ДО ПРАКТИЧНОЇ РОБОТИ

#### 1.1.1. Планування експерименту

Планування хімічного експерименту починається з ґрунтовного, критичного читання методики синтезу, наступного її обговорення з викладачем. Потім виписують усі вихідні сполуки з їх необхідними кількостями та літературними константами для контролю ступеня їх чистоти. Вихідні сполуки тривалого збереження варто очистити (перегонкою, кристалізацією або хроматографічно). Більшість розчинників перед використанням треба перегнати, деякі потребують додаткової хімічної обробки (наприклад, етери треба попередньо очистити від пероксидів). В разі потреби проводять перерахунок кількостей вихідних речовин у залежності від наявності цих речовин у лабораторії або від потреби в речовині, що має бути синтезована. Обмірковують деталі реакційного приладу, способи перемішування і нагрівання. Кожна операція при проведенні синтезу повинна бути спочатку обміркована і обговорена з викладачем, весь необхідний посуд і пристрої повинні бути знайдені і підготовлені для використання. Прилад для синтезу має бути зібраний і випробуваний, приготований хімічний посуд – *чистий і сухий*. Після виконання синтезу посуд повинен бути вимитий і висушений.

Більш докладно про підготовку експерименту див. [1, с. 11-12; 3, с. 24-26.]

**Приступати до практичної роботи можна тільки з дозволу викладача.**

Кваліфіковане виконання хіміком-експериментатором практичних робіт неможливе без знання техніки проведення основних операцій. Тому треба вивчити і освоїти ряд найчастіше застосовуваних в органічній хімії операцій. Їх правильне і акуратне виконання необхідне для забезпечення безпечних умов праці.



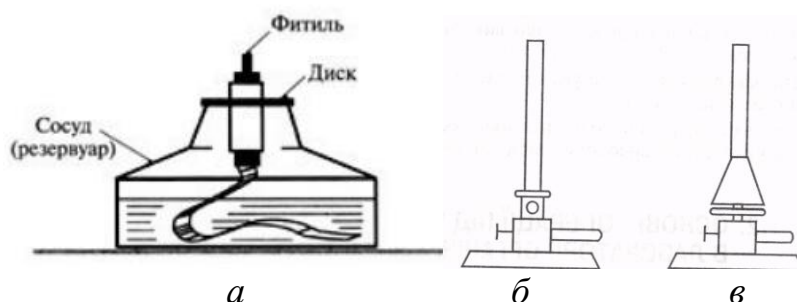
## 1.1.2. Нагрівання

Однією з умов перебігу хімічних реакцій у заданому напрямі є суворе дотримання певного температурного режиму. Для перебігу будь-якої реакції необхідно, щоб відбулося зіткнення молекул з достатньою енергією активації. Один із чинників підвищення цієї енергії – нагрівання. Залежність швидкості реакції від температури описується рівнянням Арреніуса і правилом Вант-Гоффа, згідно з яким при підвищенні температури на 10 °С швидкість реакції збільшується в 2 – 4 рази.

У хімічній лабораторії для нагрівання використовують різні пальники (газові або рідинні), електронагрівальні прилади та ін.

Пальники. *Спиртовий пальник* (рис. 1.1, а) — це резервуар з товстостінного скла, через шийку якого протягують нитяний гніт або ватяний тампон. Шийка закривається металевим чи притертим скляним ковпачком. Для швидкого нагрівання до відносно високих температур (~500 °С) застосовуються *газові пальники* Бунзена і Теклу (рис. 1.1, б, в), які є закріпленою на металевій підставці металеву трубку, у нижній частині якої містяться отвори з пристроями для регулювання подачі повітря.

*Увага! При поводженні з цими приладами треба дотримуватися правил техніки безпеки під час роботи з газом.*



**Рис. 1.1. Пальники:** а – спиртовий, б – газовий Бунзена, в – газовий Теклу

Електронагрівальні прилади. Серед електронагрівальних приладів найпоширеніші: *плитки, колбонагрівачі, сушильні шафи і бані*. При використанні для нагрівання безпосередньо електричних плиток або пальників може відбуватися місцевий перегрів і часткове розкладання органічних речовин. Для збільшення рівномірності нагрівання понад 100 °С застосовують азбестові сітки, *електроколбонагрівачі* зі скловолокна з уплетеними електричними спіралями.

Нагрівальні бані. При роботі з вибухонебезпечними, легкозаймистими речовинами для запобігання місцевого перегрівання використовують різного роду нагрівальні бані. Теплопровідним середовищем у них служить: повітря, пісок, вода, органічні рідини, метали, розплави солей та ін. Вибираючи певний тип бані, враховують властивості реакційної суміші і температурний режим, дотримання якого необхідне протягом тривалого часу. Рівень речовини в посуді,

що нагрівається, має бути нижчим або відповідати рівню теплоносія бані.

**Увага!** Слід пам'ятати: не можна зберігати вогнебезпечні речовини (етер, ацетон, бензол та ін.) поруч з місцями, де проводиться нагрівання.

Повітряні бані. Бані з жаростійкого скла з невеликою тепловою інерцією дозволяють збільшувати рівномірність нагрівання. Максимальна температура, що досягається при використанні повітряної бані з електричним обігрівом, складає 250 °С.

Піщані бані, обладнані електричними плитками або газовими пальниками, мають велику теплову інерцію і дозволяють підтримувати температуру до 400 °С. Посудину з речовинами і термометр занурюють на глибину 2–5 см у попередньо прожарений від органічних домішок, а потім просіяний білий пісок.

Рідинні бані нагрівають газовими пальниками або електроплитками. Якщо в експерименті необхідно підтримувати температуру, що не перевищує 100 °С, використовують киплячі водяні бані (рис. 1.2). Ємкість з вогнебезпечною речовиною (діетиловий етер, етанол та ін.) поступово занурюють у попередньо нагріту водяну баню, усунувши джерела нагрівання. Контролюють температуру суміші і в разі потреби змінюють остиглу воду на гарячу. *Не можна використовувати водяні бані під час проведення експерименту з металічним калієм або натрієм.*

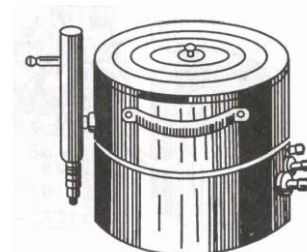
Масляні бані мають відносно велику теплову інерцію і використовуються для нагрівання в інтервалі 100–250 °С. Температура, що максимально досягається, залежить від виду теплоносія (гліцерол – до 200 °С, парафін – до 220 °С, силіконове масло – до 300 °С).

Варто звертати увагу на те, що при потраплянні води нагріті мінеральні масла піняться і розбризкуються, тому на нижній кінець зворотного холодильника надягають манжету з фільтрувального паперу.

Для тривалого підтримування температури в заданому інтервалі використовують термостати.

**Увага!** Місцевий перегрів рідин вище їхньої температури кипіння може призвести до вибуху. Щоб цього уникнути, у холодну рідину занурюють запаяні з одного боку довгі скляні капіляри відкритим кінцем униз або поміщають дрібні шматочки випаленого неглазурованого фарфору, цегли, так звані «кип'ятильники». Нагріваючись, вони виділяють дрібні бульбашки повітря, що забезпечують перемішування. «Кип'ятильники» використовуються одноразово, тому що при охолодженні рідина заповнює їхні пори. У вакуумі кипіння регулюється барботуванням повітря або інертного газу через капіляр.

Більш докладно див. [1, с. 11-15; 2, с. 30-32]



**Рис. 1.2. Водяна баня з регулятором рівня води**

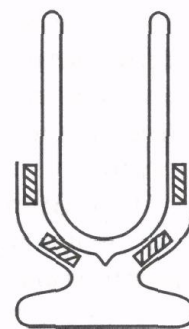
### 1.1.3. Охолодження

При проведенні багатьох хімічних експериментів необхідне охолодження. Ця операція використовується для прискорення кристалізації, збільшення виходу речовин з маточного розчину, розділення продуктів з різною розчинністю тощо. В екзотермічних реакціях виділення значної кількості тепла може призвести до перегріву реакційної суміші, а отже, стати причиною низького виходу кінцевого продукту. У цих випадках потрібне зниження температури. Кількість тепла, що відводиться, і необхідна температура визначають вибір охолоджувального засобу.

Найпростішим дешевим і теплоємним агентом служить вода. Реакційну посудину охолоджують під струменем проточної води або періодично занурюючи в холодну воду. Циркулююча холодна вода використовується для охолодження і конденсації парів у оболонці холодильників. При підвищенні температури парів понад 150 °С не рекомендується застосовувати холодильники з водяним охолодженням, тому що внаслідок різкого перепаду температур можливе розтріскування скла. Для зниження температури реакційного середовища до 0 °С використовується покритий лід. Суміш, що складається з льоду і невеликої кількості води, має ефективнішу охолоджувальну здатність, тому що досягається більший контакт зі стінками колби або пробірки.

Використання спеціальних сумішей (табл. 1.1), якими заповнюють охолоджувальні бані, дозволяє досягти температур, близьких до 0 °С і нижче. Значного зниження температури (нижче -70 °С) досягають додаванням твердого карбон (IV) оксиду, так званого «сухого льоду», до окремих розчинників: ацетону (-78 °С), етеру (-77 °С), метанолу (-72 °С). Холодоємність цих сумішей невелика, тому холодоагент – карбон (IV) оксид – беруть у надлишку. Змішування компонентів проводять у посудині Дьюара (рис. 1.3), дотримуючись особливої обережності.

*Увага! При контакті холодоагенту з розчинником відбувається сильне спінення.*



**Рис.1.3. Посудина Дьюара**

*Таблиця 1.1*

#### Деякі охолоджувальні суміші

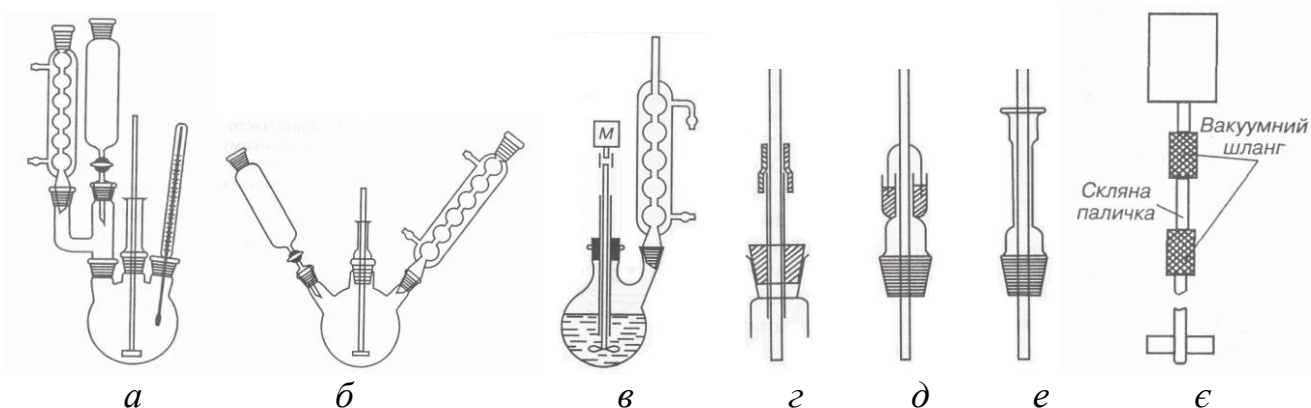
Компоненти суміші	Масове співвідношення	Мінімальна температура, °С
H <sub>2</sub> O, CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	1:2,5	-12,4
H <sub>2</sub> O, NH <sub>4</sub> Cl, NH <sub>4</sub> NO <sub>3</sub>	1:1:1	-25,0
Лід(сніг), NaCl(техн.)	1:1,2	-40,3
Лід(сніг), CaCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O	1:1,4	-55,0

Більш докладно див. [1, с. 15-17; 2, с. 32-33; 3, с. 32-33]

### 1.1.4. Перемішування

Для перемішування малих і середніх об'ємів гомогенних реакційних сумішей рекомендується використовувати магнітні мішалки з відповідним розміром магнітиків. При великих завантаженнях і неоднорідних розчинах, що містять багато зваженої твердої речовини, або для перемішування реакційних сумішей у круглодонних колбах застосовують механічні мішалки з затвором (рис. 1.4). Механічні мішалки виготовляють із скляної палички діаметром 4–10 мм і надають руху за допомогою електричного мотора і лабораторного трансформатора.

Більш докладно див. [1, с. 26-36; 2, с. 29-30]



**Рис. 1.4. Установки для проведення реакцій:** з механічним перемішуванням (а-в), способи ущільнення мішалок (г – за допомогою гумової трубки, д – рідинний затвор, е – за допомогою циліндричного шліфа), схема кріплення мішалки до мотору (е)

### 1.1.5. Збирання приладів

У методиці синтезу звичайно приводиться детальний опис приладу, що використовується. Якщо в методиці цього не вказано, розмір реакційних колб вибирають таким чином, щоб вони були максимально заповнені на дві третини (робота при нормальному тиску) або на половину об'єму (при роботі у вакуумі). При реакціях, що супроводжуються сильним спінюванням і виділенням газу, об'єм заповнення повинен бути зменшений.

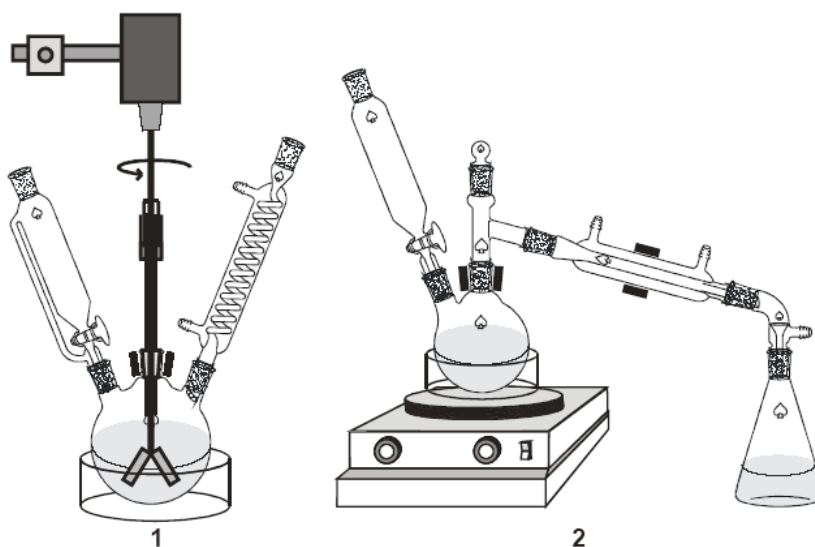
***Не використовуйте колби з тріщинами або подряпинами!***

Перед завантаженням реагентів у прилад варто перевірити насамперед нормальну роботу механічних і магнітних мішалок, краплинних лійок і надійність з'єднання шліфів. Шліфи при збиранні приладу промащуються спеціальним змащенням. Якщо реакція йде у водному розчині, то шліфи змащують ланоліном або вазеліном, а якщо у неводному, то використовують змащення на основі гліцеролу та крохмалю. При правильному з'єднанні і змащенні шліфи повинні бути прозорими.

Більш докладно див. [1, с. 566-574; 2, с. 22-27; 3, с. 289-307]

Багато органічних реакцій (наприклад, реакція Грін'єра, синтез на основі малонового естеру та ін.) проводять у повній відсутності слідів води. Для цього використовують сухі реагенти й абсолютні розчинники. Зворотний холодильник і краплинну ліжку захищають від доступу вологи хлоркальцієвими трубками. Хлоркальцієві трубки заповнюють прожареним гранульованим кальцій хлоридом, поміщеним між двома ватними кульками, що повинні пропускати повітря.

**При проведенні синтезу прилад не повинний бути цілком герметизований!**



**Рис. 1.5. Прилади для проведення реакцій:** 1 – для синтезу з механічним перемішуванням, можливістю додавання реагенту і кип'ятіння реакційної суміші; 2 – для синтезу на магнітній мішалці з можливістю додавання реагенту і відгонки продукту в процесі реакції (Ланки штативів зображені на рисунку чорними прямокутниками. Баня зображена прозорою)

## 1.2. ВИДІЛЕННЯ ТА ОЧИСТКА ОТРИМАНИХ СПОЛУК

Мета синтетичного експерименту – виділення продукту з максимально високим виходом і високим ступенем чистоти. Препаративні органічні реакції рідко приводять до повного перетворення вихідних сполук у кінцевий продукт. Отже, суміш, що отримана в результаті реакції, яка протікає навіть з гарним виходом (70–80%), може бути досить складною. Вона складається з розчинника, який використовується в реакції, основного і побічного продуктів, вихідних речовин, які не прореагували, а також полімерів, смол і, можливо, неорганічних речовин, що утворились у результаті реакції.

У більшості випадків для виділення кінцевого продукту потрібні операції, що включають послідовне застосування різних методів. Методи, що використовуються при обробці реакційних сумішей, залежать від властивостей отриманих сполук. Насамперед, варто звернути увагу на наступні властивості синтезованих сполук:

- леткість (наприклад, при відгонці розчинника);
- полярність (наприклад, при екстракції з водної фази);
- стійкість стосовно води, кислот і основ;
- термостійкість (важливо при перегонці);
- відношення до світла і кисню повітря (важливо при сушінні та зберіганні).

***Варто запам'ятати: помилки при обробці реакційної суміші часто приводять до значного зниження виходу синтезованих продуктів!***

Загальними методами обробки реакційних сумішей є :

- а) обробка реакційних сумішей органічними розчинниками, водою або водними розчинами кислот і лугів з наступною екстракцією;
- б) відгонка розчинників і очищення залишку перегонкою, кристалізацією або хроматографічно;
- в) безпосереднє виділення перегонкою (рідкі продукти) або перекристалізацією (тверді продукти).

Виділення нестабільних у водному середовищі речовин проводять відповідно до пунктів б) і в).

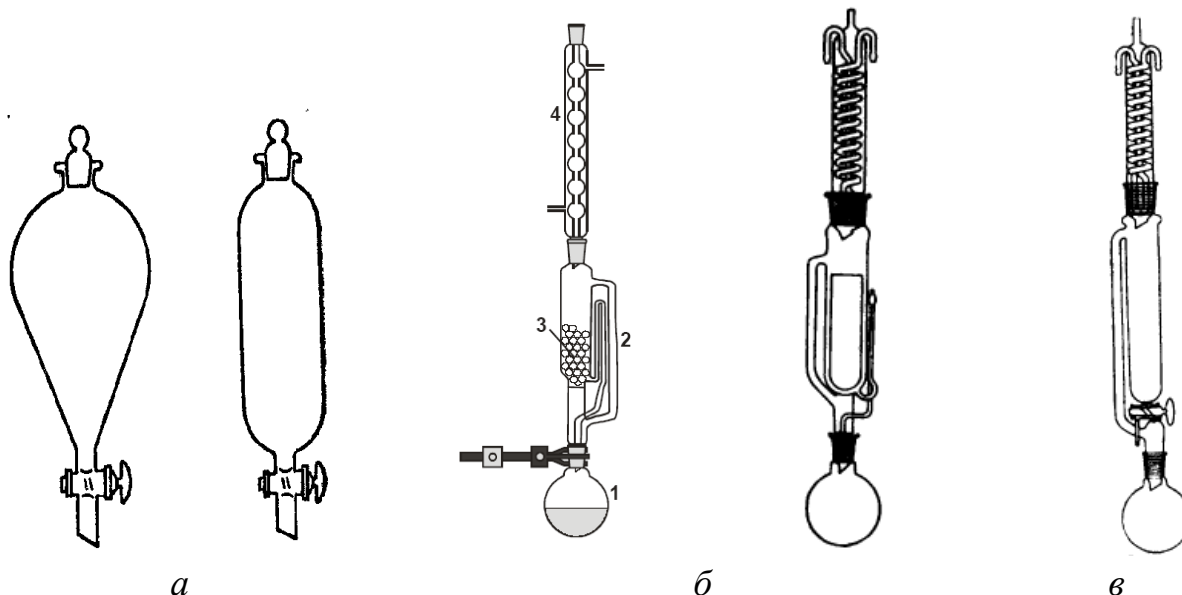
Більш докладно див. [1, с. 60-98; 2, с. 40-60; 4, с. 17-33; 5, с. 35-79]

### 1.2.1. Екстракція

Екстракцію проводять з водної (нейтральної, кислої або основної) фази розчинником, що не змішується з водою (наприклад, дихлорометан, диетиловий етер, бензол, етилацетат, хлороформ та ін.). У випадку полярних продуктів (наприклад, спирти, карбонові кислоти, аміни) водну фазу перед екстракцією насичують натрій хлоридом, щоб зменшити розчинність органічної речовини в воді і таким чином підвищити вихід органічного продукту.

Екстракцію можна проводити дискретно в ділильній лійці або безупинно, користуючись насадкою-екстрактором Сокслета або Тілепане (рис. 1.6). Процес екстракції в ділильній лійці полягає в змішанні органічного розчину з водою (або розведеними кислотами і лугами), струшуванні лійки, щоб цілком перемішати обидва шари, відстоюванні суміші до повного поділу шарів і відділенні нижнього шару. *Ділильну лійку заповнюють не більше ніж на дві третини її об'єму, попередньо перевіривши кран лійки на герметичність!*





**Рис. 1.6. Ділильні лійки (а), апарати Сокслета (б), насадка Тілепане (в).**

Після заповнення ділильну лійку закривають пробкою і, дотримуючи пробку однією рукою і закритий кран іншою, перевертають лійку пробкою вниз і плавними круговими рухами обертають її протягом декількох секунд, щоб утворився вир (але не трясуть її). При переверненій нагору лійці обережно відкривають кран, щоб забрати тиск (тиск може значно зрости при використанні летких розчинників, наприклад, етеру). Потім кран закривають, обертають лійку більш енергійно і знову в переверненому положенні (краном нагору) відкривають кран. Ця процедура повторюється до припинення збільшення тиску.

Після цього ділильну лійку струшують ще раз, але не занадто енергійно, щоб не утворилася емульсія, яку звичайно важко зруйнувати. Потім лійку затискають лапкою або поміщають у кільце і дають постояти, щоб відбувся розподіл двох фаз і між ними утворилася чітка грань. Нижній шар може бути водним або органічним, у залежності від їх густини, у випадку сумніву варто відокремити небагато рідини і переконатися, змішується вона з водою чи ні). Процес екстракції звичайно повторюють три рази, поєднуючи порції екстракту. *До завершення роботи необхідно зберігати обидва розділених шари.*

Видалення кислоти з органічної фази проводять струшуванням з насиченим водним розчином натрій гідрокарбонату (так відокремлюють карбонові кислоти або сульфокислоти від нейтральних продуктів). Видалення основ проводять струшуванням з 1 М розчином соляної кислоти (це неприпустимо у випадку речовин, нестійких у кислому середовищі). Після цього об'єднані органічні фази (витяжки) промивають насиченим розчином натрій хлориду і висушують.

Безперервну екстракцію твердої речовини проводять в апараті Сокслета (рис. 1.6, б), або Тілепане (рис. 1.6, в). Розчинник в колбі (1) частково випаро-

вується при кипінні; конденсат стікає на речовину, що підлягає екстракції і знаходиться в екстракційній гільзі (3), проходить крізь нього і стікає назад у колбу. При цьому концентрація необхідної речовини в розчиннику підвищується. Насадка Тілепане діє за принципом проточного екстрактора: гарячий концентрат безперервно стікає в колбу. Екстрактор Сокслета відрізняється наявністю бокової сифонної трубки (2), через яку екстракт зливається в колбу періодично: лише тоді, коли рівень рідини в насадці підніметься до верхнього коліна сифона. Речовина, що екстрагується таким чином, повинна бути важчою ніж розчинник.

Більш докладно див. [1, с. 85-90; 2, с. 46-49; 5, с. 54-57; 6, с. 86-91]

### 1.2.2. Висушування

По закінченні водної екстракції органічний шар містить деяку кількість води як у вигляді невеликих крапель, так і в розчиненому стані. Воду можна видалити додаванням невеликої кількості неорганічного осушувача, який потім відфільтровують.

Як осушувачі використовують неорганічні безводні солі, що здатні утворювати з водою кристалогідрати. *Натрій сульфат* (осушувач середньої сили) застосовується для висушування речовин, чутливих до кислот і лугів. Перевагу віддають безводному *магній сульфату*, тому що він дешевий, ефективний і нейтральний стосовно більшості функціональних груп і має гарну здатність висушувати. Для сушки ацетону та амінів досить часто використовують *поташ – калій карбонат*.

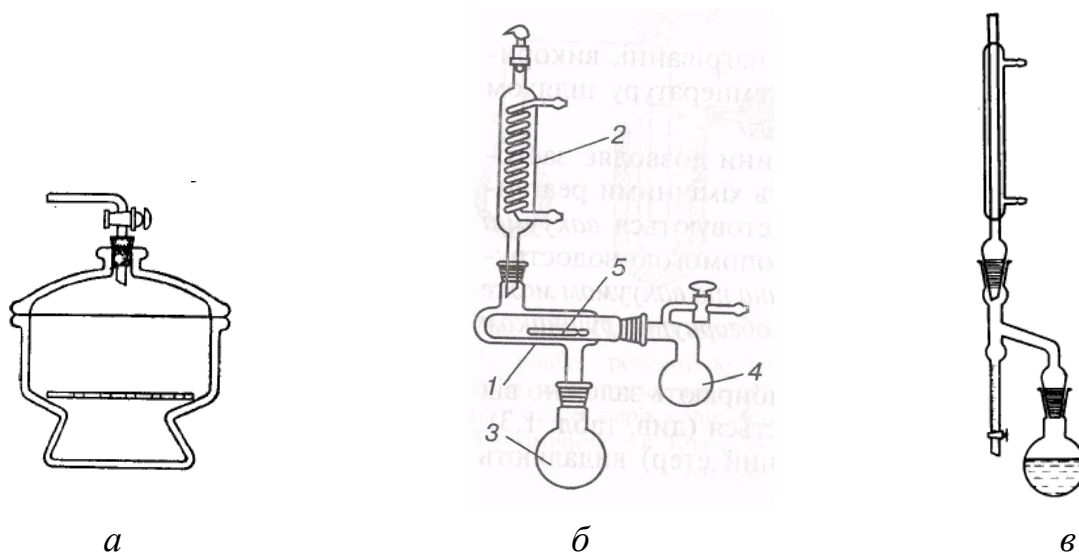
Для швидкого (15–30 хвилин) висушування сильно зволжених ефірних розчинів особливо ефективний *кальцій хлорид*, але його не рекомендують використовувати для висушування органічних кислот, спиртів, фенолів, амінів, амідів, альдегідів, кетонів і естерів, тому що він містить домішки, що мають лужний характер.

Процедура висушування полягає в наступному: органічний розчин поміщають у суху конічну колбу і додають приблизно 1 моль осушувача на 10 моль розчину. Суміш залишають на 15–30 хвилин (для повного висушування на 10 годин), час від часу помішуючи або струшуючи колбу, а потім фільтрують через паперовий складчастий фільтр або через суху лійку Бюхнера чи Шотта під вакуумом.

Висушування твердих речовин проводять у простому або вакуумному ексикаторі (рис. 1.7, а) з використанням в якості осушувачів *кальцій хлориду*, *концентрованої сульфатної кислоти* або *пентаоксиду фосфору*. Для цієї мети тверду речовину насипають у скляну або фарфорову чашку тонким шаром (при висушуванні у вакуумі накривають годинним склом) і поміщають в ексикатор,



що містить на дні осушувач. Ексикатор, поміщений у захисний кожух або обмотаний рушником, вакуумують за допомогою водоструминного насоса до тиску 10–12 мм рт. ст. Між водоструминним насосом та ексикатором обов'язково повинна бути встановлена запобіжна склянка (див. рис.1.12, 7). Перед заповненням ексикатора повітрям спочатку перекривають його кран, потім відкривають кран на повітря на манометрі і від'єднують водоструминний насос. Далі закривають кран ексикатора шматочком фільтрувального паперу (він запобігає розпиленню речовини й осушувача) і обережно його відкривають. Термостабільні сполуки сушать у вакуумному сушильному приладі (пістолет Фішера) (рис. 1.7, б).



**Рис. 1.7.** *а* – вакуумний ексикатор; *б* – пістолет Фішера (1 – внутрішня пробірка; 2 – зворотний холодильник; 3 – колба з рідиною; 4 – колба з осушувачем; 5 – речовина, що висушується); *в* – прилад для азеотропної сушки з насадкою Дина-Старка

Для висушування рідин, особливо органічних розчинників, що утворюють з водою азеотропні суміші, використовують азеотропну сушку, яку проводять у приладі з насадкою Дина-Старка (рис. 1.7, в). Так, бензол утворює з водою азеотропну суміш складу 91:9 і т. кип. 69,2 °С, що на 11 °С нижче, ніж температура кипіння більш леткого компоненту – бензолу. При охолодженні ця суміш розділяється на два шари – водний (знизу) і бензольний (зверху). При накопиченні достатньої кількості води нижній шар зливають і продовжують кип'ятіння до досягнення стану, при якому кількість водної фази залишатиметься постійною протягом 10–20 хвилин. Таким чином можна розділяти суміші з водою тільки таких речовин, що мають меншу густину, ніж вода (бензол, толуол, ксилол). Для відділення води від сумішей з більш важкими хлороформом і тетрахлорметаном існують спеціальні пристрої, які тут не наводяться. За допомогою приладу з насадкою Дина-Старка можна також спостерігати за протіканням реакцій, в яких виділяється вода. Наприклад, при

проведенні естерифікації, постійно видаляючи воду з зони реакції, можна зміщувати рівновагу хімічної реакції в потрібному напрямку.

Докладніше див. [1, с.52-59; 2, с.34-37; 5, с.45-49; 6, с.46-51].

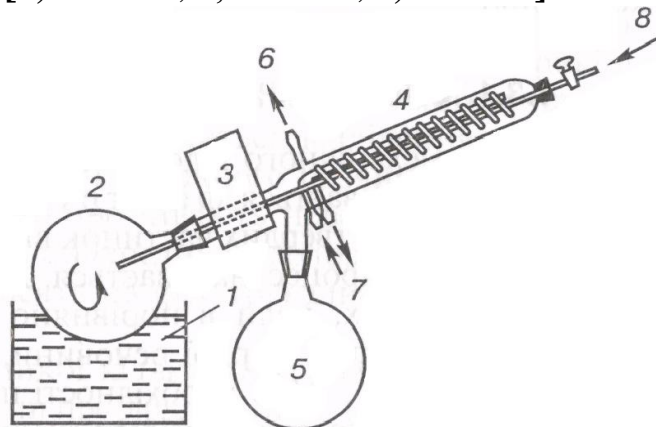
### 1.2.3. Видалення розчинника

Розчинники видаляють або простою відгонкою, або найчастіше відгонкою на роторному випарнику. Роторний випарник (рис. 1.8) – це пристрій для швидкого видалення розчинників при відгонці у вакуумі. При роботі на роторному випарнику дотримуються наступної послідовності операцій:

- 1) Розчин для випарювання поміщають у круглодонну колбу відповідного розміру, заповнену *не більш ніж наполовину*, і приєднують її до приладу, закріпивши хомутиком або гумкою.
- 2) Підключають воду до холодильника, включають водострумний насос і мотор, що забезпечує обертання колби.
- 3) Тільки після встановлення вакууму під колбу поміщають баню з теплою (не гарячою!) водою або етиленгліколем і встановлюють необхідну температуру нагріву. Для розрахунку температури кипіння в залежності від тиску користуються номограмою, наведеною в розділі 1.2.7.

При обертанні на внутрішній поверхні колби завжди залишається плівка рідини, а зовнішня поверхня підігривається банею. Це підвищує швидкість відгонки розчинника та виключає місцевий перегрів і спінювання рідини в колбі. Підключення роторного випарника до водострумного насоса створює вакуум, що дозволяє легко видаляти "леткі" розчинники з температурою кипіння до 100 °С при температурі бані 50–60 °С. При необхідності, водострумний насос може бути замінений на вакуумний (при роботі з вакуумним насосом використовувати захисні окуляри!)

Докладніше див. [1, с. 52-59; 4, с. 45-47, 5, с. 49-50]



**Рис. 1.8. Роторний вакуум-випарник:** 1 – баня; 2 – колба з розчином; 3 – електромотор з приводом; 4 – водяний зворотній холодильник; 5 – колба-приймач дистилляту; 6 – відвід до вакуум-насоса; 7 – вхід і вихід води; 8 – кран для врівноваження тиску, або для подачі упарюваної рідини

### 1.2.4. Кристалізація

Перекристалізація – один з найважливіших методів очищення твердих речовин як у лабораторних, так і в промислових умовах. Він ґрунтується на різній розчинності речовин залежно від температури. Забруднену речовину при нагріванні розчиняють у відповідному розчиннику й одержують насичений розчин. Гарячий розчин фільтрують, звільняючи від нерозчинних домішок (якщо вони присутні), потім фільтрат охолоджують. При охолодженні насиченого розчину розчинність речовини зменшується і певна частина розчиненої речовини випадає у вигляді осаду, що містить менше домішок, ніж вихідна речовина. Далі відділяють кристали від маточного розчину фільтруванням і сушать їх. Метод застосовується для речовин, розчинність яких істотно зростає з підвищенням температури. Для того щоб досягти високого ступеня чистоти, може знадобитися кількаразова перекристалізація.

Для успішної кристалізації надзвичайно важливим є правильний вибір розчинника, в якому речовина, що очищається, легко розчиняється при нагріванні і практично не розчиняється на холоді й в якому добре розчинні домішки. На практиці розчинник підбирають шляхом серії пробних кристалізацій. Загальна закономірність: "подібне розчиняється в подібному", тобто полярні сполуки більш розчинні в полярних розчинниках, ніж у неполярних, і навпаки.

Необхідно пам'ятати, що більшість розчинників, особливо тетрахлорометан, бензол і хлороформ, є токсичними і працювати з ними потрібно акуратно.

Таблиця 1.2

#### Розчинники, які застосовуються для перекристалізації

Властивості	Клас сполук	Розчинники
Гідрофобні	Вуглеводні, галогенопохідні вуглеводнів, етери	Вуглеводні, етер, галогенопохідні вуглеводнів
	Аміни, естери, нітросполуки	Естери
	Нітрили, кетони, альдегіди	Спирти, діоксан, оцтова кислота
	Феноли, аміни, спирти, карбонові кислоти, сульфо кислоти	Спирти, вода
Гідрофільні	Солі	Вода

*Готування насиченого розчину.* Після підбору розчинника твердий продукт, що очищається, перш за все зважують, а потім поміщають у конічну колбу зі шліфом потрібного об'єму. Додають мінімальну кількість розчинника, щоб покрити їм тверду речовину. Приєднують до колби зворотний холодильник і нагрівають суміш на водяній бані або електроплитці до кипіння. Нагрівають протягом декількох хвилин і при цьому частина твердої речовини розчиняється.

Потім через зворотний холодильник піпеткою додають розчинник невеликими порціями до повного розчинення твердої речовини. Після кожного додавання розчинника дають можливість вмістові в колбі кипіти протягом декількох хвилин для розчинення твердої речовини. *Пам'ятайте, що необхідно використовувати мінімальний об'єм розчинника.*

Якщо в розчині присутні нерозчинні домішки, потрібно провести фільтрування гарячого розчину. Інтенсивно зафарбовані розчини, що містять домішки смоли, знебарвлюють деревним вугіллям. Для цього розчин трохи охолоджують, додають порошкоподібне деревне вугілля (1-3% від маси органічної твердої речовини), доводять розчин до кипіння і кип'ятять зі зворотним холодильником протягом 10–20 хвилин. Деревне вугілля видаляють гарячим фільтруванням.

Кристалізацію проводять двома способами:

- після гарячого фільтрування насичений розчин повільно охолоджують до кімнатної температури, а потім поміщають у холодильник (*Занадто сильне і швидке охолодження часто не приводить до кристалізації*);
- у насичений розчин при кімнатній температурі додають по краплях другий розчинник, у якому речовина погано розчиняється, доти, поки не з'явиться слабка опалесценція, а потім ще додають одну або дві краплі першого розчинника, щоб усунути помутніння (утворення двох фаз не повинне відбуватися).

У деяких випадках кристали при охолодженні розчину не утворюються, навіть якщо розчин перенасичений. Це може відбуватися через відсутність центрів, що ініціюють утворення кристалів. Для прискорення процесу кристалізації застосовують кілька способів:

- додають "затравочний" кристал тієї ж самої речовини (для цієї мети корисно залишати невелику кількість неочищеної речовини),
- потирають скляною паличкою з гострими краями по внутрішній стороні колби на рівні рідини, що приводить до утворення нерівностей на скляній поверхні, що служать центрами росту кристалів,
- розчин переохолоджують (до  $-70^{\circ}\text{C}$ ) і повільно нагрівають до кімнатної температури з одночасним потиранням скляною паличкою.

Температура для найкращого утворення зародків кристалів лежить на  $\sim 100^{\circ}\text{C}$ , а для найкращого росту кристалів на  $\sim 50^{\circ}\text{C}$  нижче температури плавлення сполуки, що кристалізується.

Варто звернути увагу на те, щоб температура кипіння розчинника була нижче температури плавлення речовини, яку необхідно перекристалізувати, як мінімум на  $30^{\circ}\text{C}$ . При порушенні такого інтервалу температур речовина, як правило, виділяється у вигляді масла.

Після проведення кристалізації кристали відфільтровують, сушать і зважують. Низький вихід речовини, що очищується, вказує на те, що використаний розчинник не був ідеальним або його було взято занадто багато. У таких випадках з фільтрату (маточного розчину) можна додатково виділити кристали після видалення надлишку розчинника на роторному випарнику й охолодженні розчину, що залишився. Як правило, ці наступні порції речовини менш чисті, ніж виділені раніше.

Докладніше див. [1, с. 52-59; 4, с. 45-47, 5, с. 49-50, 6, с. 35-40]

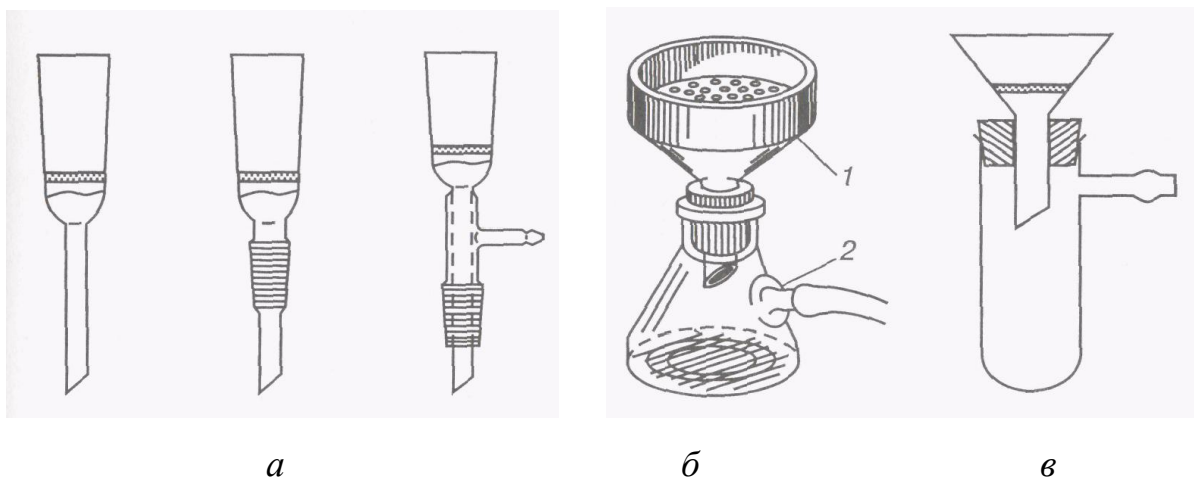
### 1.2.5. Фільтрування

Після завершення кристалізації кристали відокремлюють від маточного розчину простим чи вакуумним фільтруванням (рис. 1.8).

Для простого фільтрування використовують лійку зі складчастим фільтром.

Для вакуумного фільтрування звичайно використовують два типи фільтрувальних лійок, обидва типи мають широкий набір можливих розмірів:

- зі скляною пористою пластинкою різного ступеня пористості [від 1 (грубозернисті) до 5 (дрібнозернисті), пористість 3 є найпоширенішою] (рис. 1.9, а),
- лійки типу Бюхнера (рис. 1.9, б, для великих кількостей речовин) і Хирша (рис. 1.9, в), для малих кількостей речовин), із вкладеними в них кружками фільтрувального паперу.



**Рис. 1.9.** Скляні фільтри (а); прилад для фільтрування в вакуумі (б, 1 – лійка Бюхнера, 2 – колба Бунзена); (в) пробірка для фільтрування з лійкою Хирша

Лійки з пористим скляним фільтром, більш відомі як "лійки Шотта", варто використовувати у випадку агресивних стосовно фільтрувального паперу розчинів, що містять концентровані кислоти, оцтовий ангідрид тощо. Важливо, щоб фільтр був чистим і вільно пропускав рідину.

Фільтрувальна лійка з'єднується з фільтрувальною колбою Бунзена (рис. 1.9, б) або з фільтрувальною пробіркою з відводом (рис. 1.9, в). Відсмоктування забезпечується вакуумним водострумним насосом. При фільтруванні через лійку Бюхнера або Хирша фільтрувальний папір на дні лійки повинен покривати всю сітчасту пластинку, не загинаючись на стінки. Фільтрувальний папір перед початком фільтрування необхідно змочити чистим розчинником, щоб він прилип до дна.

Перед початком фільтрування підключають до системи слабкий вакуум і акуратно переносять розчин із кристалами в лійку. Вакуум встановлюють таким, щоб через фільтр проходив рівний струмінь фільтрату. Кристали в лійці промивають невеликою порцією холодного чистого розчинника. Для цього відключають вакуум, додають розчинник, щоб він тільки покрив поверхню кристалів, потім акуратно перемішують шпателем або паличкою, не допускаючи розриву фільтрувального паперу, і знов підключають вакуум. Промивають кристали мінімальною кількістю розчинника з великою обережністю, тому що, якщо речовина помітно розчиняється в холодному розчиннику, це може привести до значних втрат. Кристали на фільтрі віджимають від розчинника плоскою стороною скляної пробки.

В деяких випадках, особливо коли розчинник для кристалізації має низьку леткість, для того, щоб прискорити стадію висушування, осад на фільтрі промивають більш летким розчинником, що добре змішується з використаним при кристалізації. Так, якщо для кристалізації використовували оцтову кислоту (т. кип. 118 °С), то випаровування залишків розчинника з поверхні кристалів може затягнутись на кілька днів. Для видалення слідів оцтової кислоти осад на фільтрі промивають водою (т. кип. 100 °С, звичайно органічні сполуки дуже погано розчиняються у воді) до нейтральної реакції, і, якщо відфільтрована речовина погано розчиняється в холодному етанолі (т. кип. 78 °С) або ацетоні (т. кип. 56 °С), можна далі промити осад одним з цих розчинників. Тоді висушування кристалів від залишків розчинника значно скоротиться. Але рішення щодо промивання іншим розчинником можна приймати тільки при умові, що цільова речовина не розчиняється або дуже погано розчиняється в даному розчиннику. Тут згодяться спостереження, отримані при пробних кристалізаціях.

Для очищення і видалення інтенсивно зафарбованих забруднень розчин фільтрують через кізельгур або силікагель. Для цього адсорбент насипають тонким шаром у фільтрувальну лійку Шотта або поміщають у короткий скляний стовпчик.

### 1.2.6. Сублімація

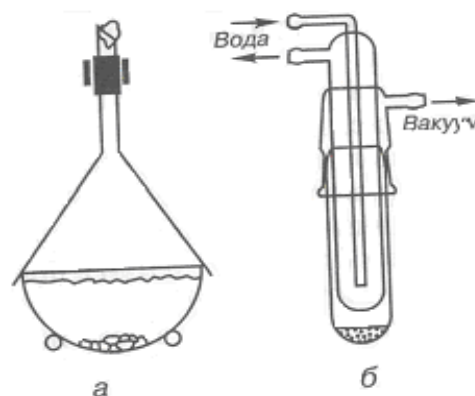
Сублімацією називається процес випаровування твердої речовини з наступною конденсацією її парів безпосередньо у тверду речовину, минаючи рідку фазу. Сублімація можлива для речовин, тиск парів яких над твердою фазою порівняно великий. Цю властивість мають речовини з молекулярними кристалічними ґратками, в яких діють порівняно слабкі ван-дер-ваальсові сили (хінони, багатоядерні вуглеводні, ароматичні кислоти). Наприклад, *транс*-стильбен сублімують при температурі 100 °С і тиску 20 мм рт. ст.

Сублімацію застосовують для очищення тих органічних речовин, кристалізація яких утруднена.

Для сублімації невеликої кількості речовини при атмосферному тиску її вміщують у фарфорову чашку і накривають кружечком фільтрувального паперу з дрібними отворами, пробитими голкою. Зверху поміщають перекинуту скляну лійку, носик якої щільно закривають ватяним тампоном (рис. 1.10, *а*). Чашку обережно нагрівають. Пари речовини, що сублімується, проходять крізь отвори на фільтрі і конденсуються на внутрішніх стінках лійки. Перегородка з фільтрувального паперу захищає кристали чистої речовини від падіння в зону нагрівання.

Швидкість сублімації обернено пропорційна зовнішньому тиску. Для збільшення швидкості процесу можна підвищувати температуру, пропускати над речовиною слабкий струмінь повітря або знижувати тиск. Проведення сублімації у вакуумі (рис. 1.10, *б*) дозволяє також понизити температуру, що дуже важливо для речовин, які розкладаються. Як і при будь-якому випаровуванні, швидкість сублімації пропорційна площі поверхні, що випаровується, тому речовину перед сублімацією необхідно ретельно подрібнити і не допускати її плавлення.

Сублімацію у вакуумі проводять в приладі (рис. 1.10, *б*). Забруднену речовину подрібнюють у порошок, поміщають на дно колби і вставляють "пальчиковий" холодильник. Перед сублімацією з речовини, що очищається, видаляють розчинники й інші леткі продукти щоб уникнути забруднення сублімату. Прилад підключають до водоструминного насоса і, повільно перекириваючи кран, створюють вакуум у приладі. Після вакуумування субліматор повільно нагрівають доти, поки на поверхні "пальчикового" холодильника не припиниться осадження кристалів. Температуру нагрівання підвищують повільно, щоб уникнути



**Рис. 1.10. Прилади для сублімації:** *а* – при атмосферному тиску, *б* – у вакуумі



розбризування речовини. Після завершення сублімації прилад охолоджують, *дуже обережно виключають вакуум і відкривають*. При відкриванні субліматора уникають різкого струшування (*при необхідності прогрівають шліф!*), щоб не викликати опадання кристалів з холодного "пальчикового" холодильника. Потім сублімовану речовину переносять шпателем на годинне скло або фільтрувальний папір.

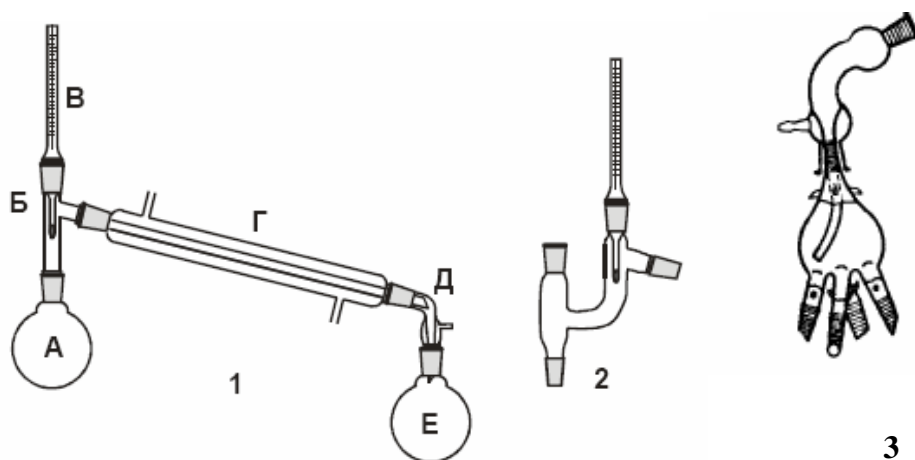
Вадами сублімації є відносно велика тривалість процесу й обмеженість застосування. Однак цей метод очищення вигідно відрізняється від перегонки нижчою температурою проведення процесу, а від перекристалізації – відсутністю контакту речовини з розчинником і високим кінцевим виходом.

### 1.2.7. Перегонка

Перегонка є найбільш важливим і широко використовуваним методом очищення органічних рідин і розділення рідких сумішей. Цей метод полягає в кип'ятінні і випаровуванні рідини з наступною конденсацією пари в дистилат. При зниженні тиску температура кипіння знижується, що дозволяє переганяти висококиплячі рідини і масла. Такий метод називається вакуумною перегонкою.

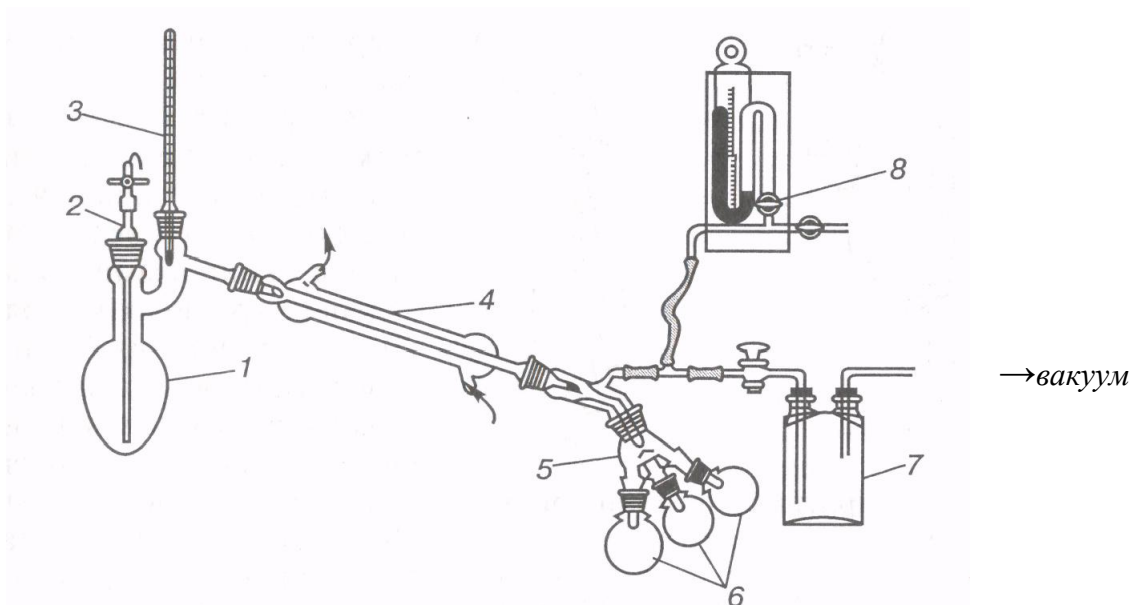
Проста прямоточна перегонка застосовується для виділення або очищення рідин з температурою кипіння 40–150 °С. Вище 150 °С більшість речовин вже помітно розкладаються, а рідини з температурою кипіння менш ніж 40 °С не можна перегнати без значних втрат в звичайних приладах.

Якщо рідина кипить вище 150 °С, її переганяють під зменшеним тиском: у вакуумі водоструминного (8 – 20 мм рт. ст.) або ротаційного вакуумного насоса (0,01 – 5 мм рт. ст.). При перегонці у вакуумі (рис. 1.12), замість простого алонжа використовують так званий «павук» (рис.1.11, 3), що являє собою алонж з кількома відводами і дозволяє збирати в окремі приймачі кілька порцій дистилату.



**Рис. 1.11. Прилад для простої перегонки (1: А – круглодонна колба, Б – насадка Вюрца, В – термометр, Г – холодильник Лібіха, Д – алонж, Е – колба-приймач); насадка Кляйзена (2); «павук» (3)**



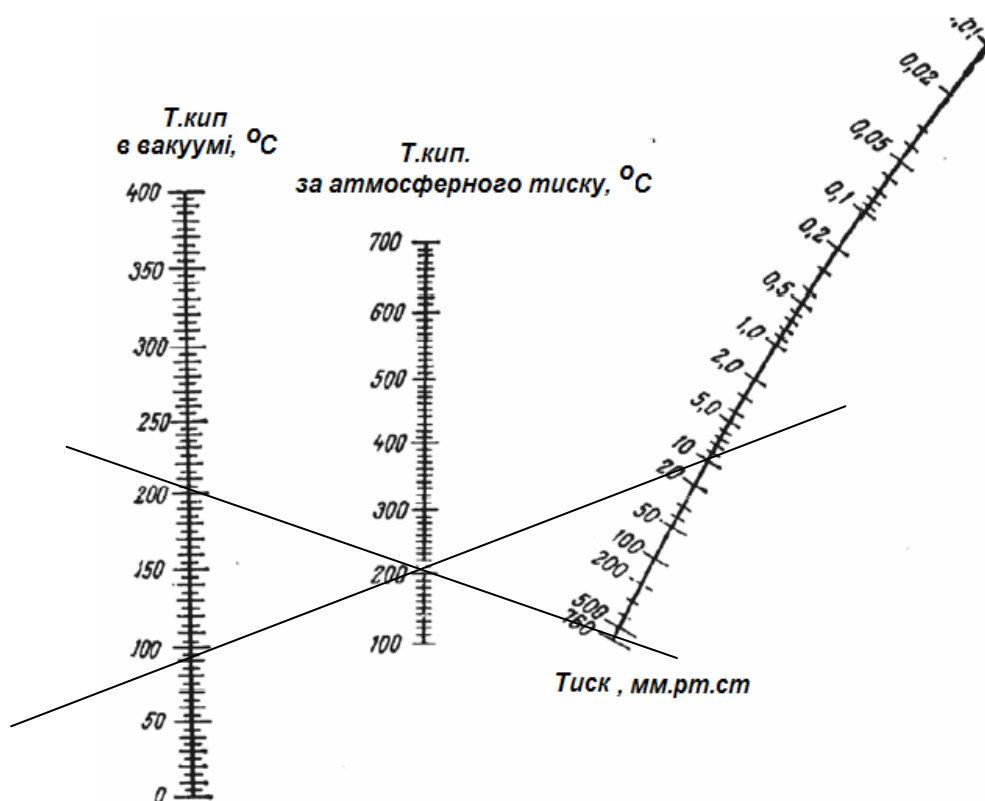


**Рис. 1.12. Прилад для перегонки у вакуумі:** 1 – перегінна колба (або колба з насадкою Кляйзена); 2 – капіляр; 3 – термометр; 4 – холодильник; 5 – алонж («павук»); 6 – приймачі; 7 – запобіжна склянка; 8 – ртутний манометр

Для перегонки у вакуумі використовують колбу Кляйзена або круглодонну колбу з відповідною насадкою. У колбу поміщають тонкий капіляр (відтягнута скляна трубка з дуже тонким отвором знизу) так, щоб він не доходив до дна на 2–3 мм. При підключенні вакууму через капіляр у прилад надходить повітря і виникає потік дрібних пухирців, що сприяють рівномірному кипінню. Для кожної перегонки необхідно відтягувати новий капіляр. При перегонці твердих, легкоплавких речовин (т. пл.  $\sim 30 - 70^\circ\text{C}$ ) в вакуумі водострумного насоса прилад повинен бути обладнаний запобіжною склянкою Тищенка (див. рис. 1.12, 7), а при використанні електричного вакуумного насоса – уловлювачем, що охолоджується в посуді Дьюара з рідким азотом або сумішшю ацетону з твердою вуглекислою (див. розділ 1.1.3). Рідина, призначена для вакуумної перегонки, не повинна містити легкокиплячих розчинників (їх попередньо відганяють на роторному випарнику), тому що при виникненні вакууму різке зниження тиску приведе до неконтрольованого спінювання вмісту колби і його викиду через дефлегматор у холодильник і приймачі. *Вакуум відключають від приладу тільки після його охолодження обережним поворотом крана на манометрі, а не перекриванням крана водострумного насоса.*

Якщо відома температура кипіння при відповідному тиску, її величину при другому тиску можна розрахувати або приблизно визначити за допомогою відповідної *номограми* (рис. 1.13). Практично це виглядає так: на номограму накладають коротку лінійку таким чином, щоб вона пересікала праву шкалу в точці, що відповідає тиску, при якому спостерігалася дана температура кипіння, а ліву – в точці, що відповідає цій температурі. Точка перехрестя лінії з середньою

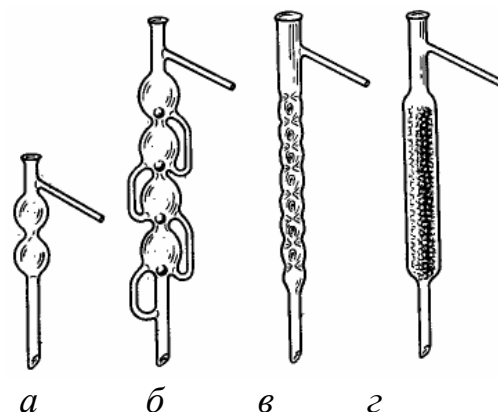
шкалою дає *приблизну* температуру кипіння цієї речовини за атмосферного тиску. Обертаючи лінійку відносно цієї точки на середній шкалі, отримуємо значення температури кипіння речовини за різного тиску.



**Рис. 1.13. Номограма тиск – відповідна температура кипіння**

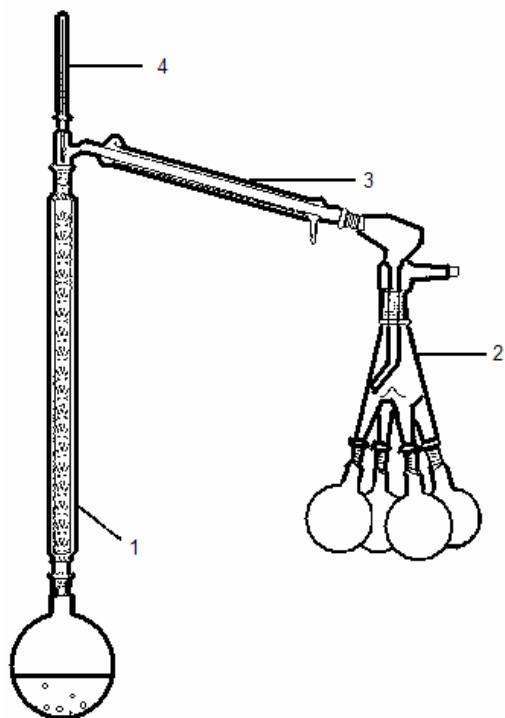
Проста перегонка для розділення суміші двох рідких речовин є ефективною тільки в тому випадку, якщо компоненти поділюваної суміші відрізняються по температурах кипіння не менш, ніж на  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . В усіх інших випадках речовини піддають *фракційній перегонці* з використанням різного типу дефлегматорів (рис. 1.14). Найпростішим стовпчиком може бути колонка з наповнювачем, так звана насадочна (дефлегматор Вігре, рис. 1.14, *г*). За допомогою вискоєфективного набивного стовпчика розділяють компоненти з дуже близькими температурами кипіння (розходження в температурах до  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Колбу для фракційної перегонки (*обов'язково круглодонну!*) заповнюють не більше ніж на дві третини. Для виміру температури кипіння речовини в насадку (дефлегматор) встановлюють термометр. Для правильного виміру температури кипіння кулька термометра повинна знаходи-



**Рис. 1.14. Типи дефлегматорів:**  
*а, б* – кулькові, *в* – ялинковий;  
*г* – насадочна колонка

тися трохи нижче бічного відводу насадки. Перед перегонкою при атмосферному тиску в колбу поміщують кілька шматочків битого фарфору ("кип'ятельників") для того, щоб забезпечити рівномірне кипіння. Якщо



**Рис. 1.15. Прилад для фракційної перегонки:** 1 – перегінна колонка (дефлегматор), 2 – «павук» з приймачами; 3 – перегінна насадка з холодильником; 4 – термометр

діл досягається при швидкості 10 крапель на хвилину.

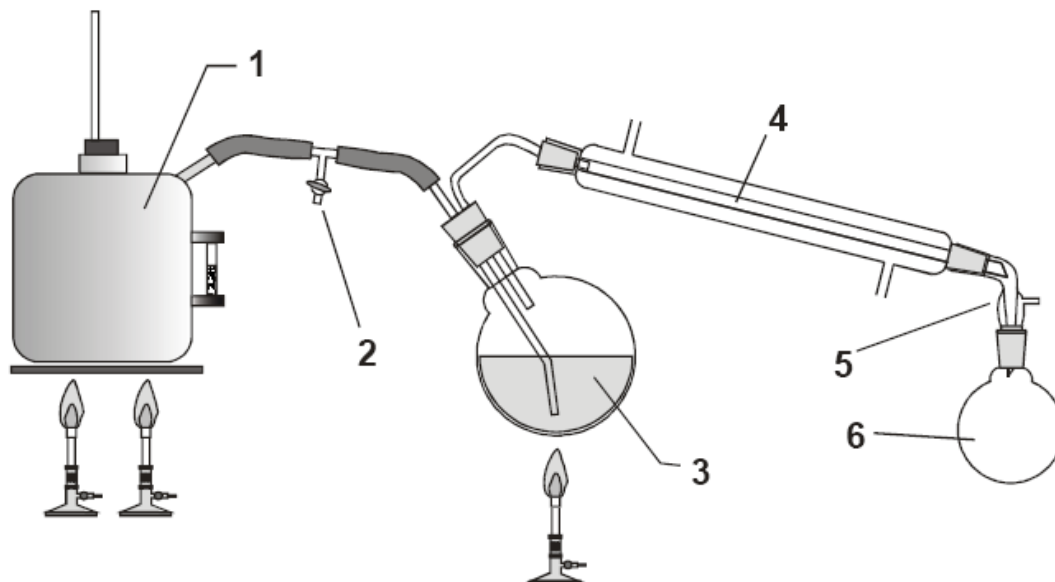
Перегонка з водяною парою являє собою перегонку води з твердими або рідкими органічними сполуками, що не змішуються з водою. Перевага такої перегонки полягає в можливості перегонки чуттєвих до нагрівання сполук, що переганяються при цьому нижче їхньої температури кипіння при атмосферному тиску, а саме при температурі кипіння води. Так, наприклад, лімонен (т. кип. 178 °С при 760 мм рт. ст.) переганяється з водою (т. кип. 100 °С при 760 мм рт. ст.) при температурі 98 °С. При цьому кількісне співвідношення в дистилаті (у грамах) лімонен:вода складає 1:1,54. Перегонка з водяною парою має також важливе значення при відділенні легкокиплячих продуктів від смолистих речовин, що важко відокремлюються перегонкою або кристалізацією.

Перегонку з водяною парою проводять у приладі (рис. 1.16). Металічний пароутворювач (його можна замінити звичайною круглодонною колбою об'ємом 1,5-2 л) має запобіжну і водомірну трубки. Запобіжна трубка доходить майже до дна пароутворювача і дозволяє системі уникнути різкого підвищення

перегонку переривають, то перед її поновленням у колбу поміщують свіжі "кип'ятельники". *Ніколи не додавайте кип'ятельники в перегріту або киплячу рідину, тому що це приведе до бурхливого скипання і викиду рідини з колби!*

Для перегонки звичайно використовують холодильник Лібіха, причому вода надходить у нижній відвід і виходить з верхнього. Перед початком перегонки перевіряють підключення води до холодильника. Коли рідина закипить, нагрівання зменшують і, контролюючи температуру бані, установлюють повільну і стабільну перегонку. Для забезпечення необхідної швидкості перегонки температура в бані не повинна бути більшою ніж на 30 °С вище температури кипіння речовини. Найкращий по-

тиску, викликаного сильним нагріванням – це підвищення компенсується підняттям води по запобіжній трубці. Пароутворювач з'єднаний з перегінною колбою за допомогою гумової трубки. Трубка, якою пара вводиться до колби, повинна доходити майже до самого дна. Необхідно не допускати перекидання рідини, що переганяється, в приймач. Для цього колба повинна мати довгу шию і бути розташована під кутом (рис. 1.16), щоб бризки не попадали до паровідвідної трубки, з'єднаної з холодильником. Колбу наповнюють рідиною не більш ніж на  $\frac{1}{3}$  її об'єму. Між пароутворювачем і колбою поміщають скляний трійник. Його боковий відросток має кран або гумову трубку з зажимом. Цей трійник виконує роль водовідвідника (на початку перегонки конденсується певна кількість води, яку необхідно злити) і, що важливо: *перед припиненням нагрівання пароутворювача кран або зажим трійника відкривають, так як у іншому разі рідина з колби 3 буде «засмоктана» в пароутворювач 1.*



**Рис. 1.16. Прилад для перегонки з водяною парою:** 1 – пароутворювач; 2 – трійник з краном або гумовою трубкою і зажимом; 3 – перегінна колба; 4 – холодильник, 5 – алонж; 6 – приймач

Перегонку з водяною парою проводять наступним чином: пароутворювач заповнюють водою приблизно на  $\frac{2}{3}$  його об'єму і нагрівають до температури кипіння. Одночасно нагрівають перегінну колбу. Весь цей час трійник відкритий. Коли вода в пароутворювачі закипить, закривають гумову трубку (або кран) і починають перегонку. Водяна пара з речовиною конденсується в холодильнику і поступає в приймач у вигляді емульсії. Якщо речовина осаджується в холодильнику у вигляді кристалів, то на короткий час припиняють подачу води у холодильник, і пара речовини, що поступає з колби, розтоплює кристали. При цьому треба слідкувати, щоб гаряча пара не потягнула з собою речовину, що переганяється. Впускання холодної води в холодильник

належить проводити з обережністю. Перегонку ведуть до тих пір, доки з холодильника не почне витікати чиста вода. Після закінчення перегонки спочатку відкривають трійник, а потім гасять пальники.

Дистилят розділюють за допомогою ділильної лійки, водну фазу при необхідності екстрагують придатним розчинником, який потім упарюють.

### 1.2.8. Хроматографія

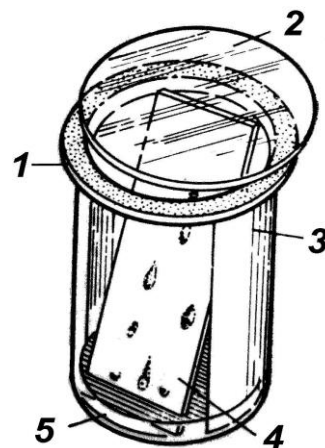
Хроматографічні методи широко використовуються в органічній хімії для аналізу реакційних сумішей і препаративного виділення продуктів реакції, зокрема для:

- а) контролю за повнотою протікання реакції;
- б) перевірки отриманих сполук на чистоту;
- в) розділення суміші речовин.

Хроматографія ґрунтується на розподілі компонентів сумішей речовин між двома фазами, що не змішуються – нерухомою і рухомою. В залежності від природи рухливої фази, що містить цільову органічну речовину, розрізняють рідинну хроматографію (тонкошарову на пластинках і колоночну) і газову хроматографію.

*Тонкошарова хроматографія* (ТШХ) – один з найбільш широко використовуваних методів у практикумі. Незамінна для контролю за повнотою протікання реакції та перевірки отриманих сполук на наявність домішок. Поділ проводять на пластинці з готовим шаром сорбенту (силікагель або оксид алюмінію), нанесеним на пластмасову підкладку або алюмінієву фольгу.

У хроматографічну склянку попередньо наливають стільки розчинника (елюента), щоб покрити дно склянки не більш ніж на 5 мм. Великі пластинки розрізають на смужки потрібного розміру приблизно 5×7 см ножицями або спеціальним різак. На відстані 8–10 мм від нижнього краю пластинки м'яким олівцем проводять стартову лінію таким чином, щоб краї майбутніх плям не занурювалися в елюент. Розведений розчин аналізованої речовини (1–2%) у легкому розчиннику (ацетон, етанол, хлороформ, т.і.) наносять за допомогою капіляра на стартову лінію пластинки, відступаючи від краю пластинки приблизно на 1 см і намагаючись, щоб діаметр плями був якнайменший. Плями діаметром не більше 2–3 мм розташовують на лінії старту на відстані 1–2 см одна від одної. Після нанесення аналізованого розчину



**Рис. 1.17. Процес хроматографування:**

1 – хроматографічна камера; 2 – кришка; 3 – фільтрувальний папір; 4 – хроматографічна пластинка; 5 – елюент

пластинку сушать на повітрі і занурюють у склянку з елюентом, намагаючись розташувати пластинку вертикально. Коли фронт розчинника підніметься майже до верха пластини, її виймають із склянки і відразу ж олівцем відзначають положення фронту розчинника.

Пластинку сушать і проявляють, тобто визначають розташування плям речовин в УФ світлі (254 нм) або поміщають у закриту посудину з йодом (кілька кристаликів). Пари йоду розчиняються в органічних "плямах", зафарбовуючи їх у жовтий колір. Висота, на яку піднімається по пластинці "пляма" сполуки, залежить від спорідненості останньої до сорбенту і полярності розчинника або суміші розчинників (елюенту).

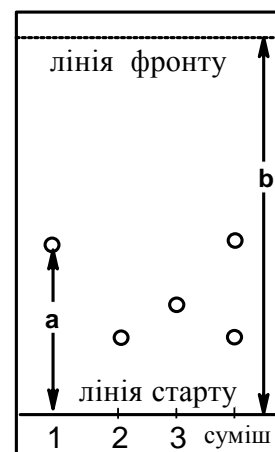
Для чистих розчинників існує елюотропний ряд, у якому елюенти розташовуються по полярності, що збільшується: н-гексан, циклогексан, тетрахлорометан, бензол, дихлорометан, хлороформ, диетиловий етер, піридин, ацетон, етилацетат, метанол, вода. У наведеному ряді кожний попередній розчинник витісняється з сорбенту наступним.

Характеристикою кожної речовини при ТШХ служить значення  $R_f$  (ratio of fronts – відношення фронтів):

$$R_f = \frac{\text{Відстань від центру "плями" речовини до лінії старту (a)}}{\text{Відстань від лінії фронту елюенту до лінії старту (b)}}$$

Різні сполуки, що знаходяться в суміші, піднімаються з різними швидкостями в залежності від їхньої спорідненості до сорбенту. Ідентичність значення  $R_f$  речовини, що знаходиться в суміші, із значенням  $R_f$  речовини порівняння дає певну підставу вважати, що вони однакові. Однак, оскільки сорбенти можуть бути різні, а склад суміші розчинників і умови хроматографування (температуру, вологість, якість пластин) важко відтворити точно, необхідно довести, що значення  $R_f$  однакові. Для цього хроматографують суміш і речовину порівняння поруч одна з однією на одній і тій же пластинці, щоб упевнитися в точному збігу значень  $R_f$ . У даному випадку (рис. 1.18) можна зробити висновок, що суміш містить речовини **1** і **2** і не має слідів присутності речовини **3**.

*Колоночна хроматографія* – це метод для розділення сумішей з препаративною метою. Існує кілька різновидів препаративної колоночної хроматографії, що розрізняються по типах колонок і особливо по методах пропускання елюенту: колоночна хроматографія з "гравітаційним елююванням", (тобто під дією власної сили тяжіння), більш швидкі й ефективні флеш-хроматографія, хроматографія середнього тиску і флеш-хроматографія на сухих колонках. Стандартною практикою є колоночна хроматографія з "гравітаційним



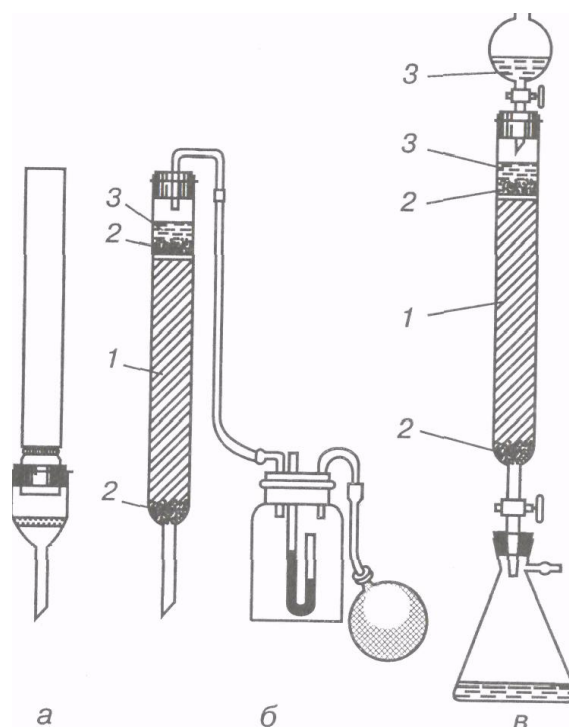
**Рис. 1.18.**  
**Хроматограма**



елююванням". Розділення виконують на колонці, що представляє собою скляну трубку, заповнену сорбентом (оксид алюмінію або силікагель), що виконує роль пористого шару, через який протікає рухлива фаза (елюент). Довжина і діаметр колонок впливають на способи їх заповнення і ступінь розділення досліджуваних речовин.

Відповідно до класичної схеми в нижню частину колонки (трубки різних розмірів – 15×1; 25×2; 40×3; 60×4 см та ін.) поміщають нещільний тампон звичайної чи скляної вати або сітчасту пластинку. Потім колонку заповнюють гранульованим, порошкоподібним або приготовленим у вигляді однорідної суспензії адсорбентом до утворення стовпчика рівномірної щільності. Сухий адсорбент завантажують у колонку, заповнену на 2/3 місткості розчинником, який має вилитися краплями з нижньої частини колонки. Після завантаження колонки адсорбент покривають ватою або крупним піском. Щоб уникнути утворення в адсорбенті тріщин, через колонку з певною швидкістю (1 мл/хв для колонки діаметром 1 см) постійно пропускають елюент. На заповнену колонку наносять пробу концентрованої розчину досліджуваної суміші (не більше 1/15 місткості колонки). Операцію проводять за допомогою шприца або піпетки. При введенні проби дотримуються співвідношення кількості речовини, яка адсорбується, до адсорбенту 1:100. Для розчинення речовин використовуються розчинники з найменш можливою елюотропною силою (менш полярні).

Швидкість руху елюента в колонці підбирається оптимальною, щоб досягалася адсорбційна рівновага (для колонки з висотою 40 см приблизно 3-4 мл/хв). Кожен компонент суміші переноситься вниз по стовпчику елюентом зі швидкістю, що залежить від його спорідненості до сорбенту та розчинності в елюенті. В ідеальному випадку суміш розділяється на окремі компоненти (шари), що повільно просуваються вниз і в остаточному підсумку збираються в приймач. Таким чином отримують окремі сполуки у фракціях по 0,5 – 10 мл кожна (приблизно 1/10 місткості колонки). У відібраних фракціях визначають вміст сполук, що



**Рис. 1.19. Колонки для хроматографування:** *а* – при атмосферному тиску; *б* – при підвищеному тиску; *в* – при невеликому вакуумі (1 – сорбент; 2 – вата або скловата; 3 – розчинник)

розділюють, методом тонкошарової хроматографії, фотометрії, рефрактометрії та ін.). Потім порції, що мають однаковий склад, поєднують, видаляють розчинник на роторному випарнику і виділяють речовину. Для того, щоб не втратити яку-небудь сполуку з поділюваної суміші, її зважують перед початком хроматографування і після розділення зважують кожен компонент. При необхідності (якщо елююючі фракції містять лише розчинник) елюотропну здатність розчинника підвищують, поступово додаючи, починаючи з 1–2%, інший, більш полярний, розчинник доти, поки всі компоненти не будуть отримані (*метод градієнтного елюювання*).

Полярні сполуки, що сильно адсорбуються (спирти, аміни, карбонові кислоти), просуваються повільніше, ніж менш полярні речовини (карбонільні сполуки, етери, вуглеводні), що адсорбуються менш сильно. Приблизний ряд спорідненості досліджуваної речовини із сорбентом:  $RH < RNaI < ROR < R_3N < RNO_2 < RCOOR' < RNH_2 < RCONH_2 < ROH < RCOOH$ .

Більш докладний опис методів хроматографування див. [4, с. 31-42; 6, с. 94-111].

### 1.3. Робочий журнал

При проведенні синтезу важливою умовою є запис усіх спостережень в лабораторний журнал. Тут не варто сподіватися на пам'ять. При повторенні синтезу до нагоди можуть стати ті зауваження, що на перший погляд здавалися незначними.

У журнал, як правило, вносять наступні дані :

- Дату і назву синтезу, наприклад, " Синтез фенілбензоату".
- Посилання на літературне джерело, де приведений даний синтез, по можливості, повний бібліографічний опис джерела.
- Рівняння реакції зі структурними формулами і молекулярними масами.
- Дані розрахунку по вихідних реагентах (у грамах і молях), а також розчинники (у мілілітрах або літрах); варто також звертати увагу на методи очищення і критерії чистоти вихідних сполук та розчинників.
- Прилади для проведення реакцій (відповідно їхні малюнки).
- Вказівки для проведення експерименту (опис експерименту, послідовності операцій, методів контролю повноти протікання реакції, час проведення синтезу).
- Виділення й очищення кінцевих продуктів, дані по виходу (наприклад, 42,7 г, 86% від теорії, вважаючи на сирий продукт).
- Дані по методах очищення: перегонка (т. кип., °С/мм рт. ст., показник заломлення  $n_D^{20}$ ); кристалізація (розчинник, т. пл., °С); доцільно також оцінити втрати при очищенні.
- Дані по хроматографії (адсорбенти, елюенти, значення  $R_f$ ).
- Спектральні дані (мас-, ІЧ, УФ, ЯМР  $^1H$ ), якщо є.



- Дані про похідні синтезованої сполуки з фізичними константами (т. кип.,  $n_D^{20}$ , т. пл.), якщо є.
- Зауваження по механізму реакції.

Записи в робочому журналі варто вести по ходу проведення експерименту так, щоб по них можна було відтворити проведений синтез. Вони повинні вноситися в робочий журнал безпосередньо при проведенні практичної роботи. Ведення записів у журналі по пам'яті є небажаним. Як журнал використовують загальний зошит; забороняється ведення записів на окремих аркушах. При оформленні журналу обов'язково вказують на токсичність, пожежонебезпеку та інші властивості вихідних реагентів.

*Оцінка чистоти (критерії чистоти).* Після завершення синтезу продукт має бути охарактеризовано. Якщо це відома речовина, її макроскопічні характеристики (температура кипіння або плавлення, показник заломлення) повинні співпадати з літературними даними. В випадку синтезу невідомої сполуки, крім молекулярних характеристик (спектральних даних), обов'язковим є задовільний елементний аналіз. При цьому розходження з розрахунковими даними допускається в межах 0,4% по Карбону і 0,2% по Гідрогену.

Підтвердження структури проводять за допомогою спектральних методів (ІЧ, УФ, ЯМР та мас). Для ІЧ спектрів звичайно приводять поглинання характеристичних груп, для УФ – максимуми поглинання з відповідними молярними коефіцієнтами екстинкції, для спектрів ЯМР – хімічні зсуви та відносну інтенсивність сигналів, разом з мультиплетністю і константами спінової взаємодії, для мас-спектрів – молекулярний іон та найбільш інтенсивні сигнали з відносними інтенсивностями.

Більш докладні рекомендації до оформлення протоколу синтетичної роботи наведені в [3, с. 26-27; 6, с. 265-268].

### **План і приклад оформлення протоколу синтетичної роботи**

#### **РОБОТА № \_\_\_\_\_**

#### **Синтез (отримання) \_\_\_\_\_**

*Літературне джерело* (вказати прізвища авторів, назву видання, видавництво, рік видання, сторінки – за ГОСТом)

*Роботу почато* \_\_\_\_\_ (дата)

**Підготовка до роботи** (включає запис методики синтезу, її осмислення, приведення схем хімічних реакцій, механізмів реакцій, схему приладу, отримання конкретного завдання на синтез певної кількості цільового продукту, розрахунок необхідних кількостей початкових речовин відповідно до завдання)

*Опис синтезу, методика з літературного джерела*

**Стадійність процесу** (схема основної та проміжної реакції з наведенням структурних формул, назв і констант вихідних речовин)

**Механізм основної реакції (якщо відомий)***Побічні реакції (якщо можливі)***Вихідні речовини**

Формула сполуки	Кількість						Надлишок	
	За рівнянням			За методикою			в	в %
	моль	г	мл	моль	г	мл	молях	

*Схема приладу, список необхідного посуду та обладнання***Виконання роботи** (спостереження за ходом синтезу, опис дій, що привели або не привели до успіху, їх аналіз)**Результати синтезу**

Продукт (назва, структурна і брутто-формули, молекулярна маса, зовнішній вигляд)	Вихід (масова доля виходу)				Константи	
	г	мл	від теоре- тично мо- жливого	від на- веденого в методиці	Визна- чені в роботі	за літе- ратур- ними даними

**Звіт** (висновок щодо досягнення поставленої мети)

*Роботу завершено* \_\_\_\_\_ *Препарат здано* \_\_\_\_\_  
 (дата) (підпис лаборанта)

*Протокол прийнято* \_\_\_\_\_  
 (підпис викладача)

У пункті «Виконання роботи» описують очищення вихідних речовин (якщо проводилося). Приводять особливості перебігу реакції, відхилення від наміченого плану (з поясненням причин). При описі слід звернути увагу на зовнішні зміни в ході реакції (зміна кольору, розігрівання, випадання або розчинення осаду і т. д.), на наслідки (позитивні або негативні), викликані відхиленням від методики. Якщо синтез переривають і відкладають до іншого дня, слід точно вказати, на якій стадії він перерваний. Детально описують очищення сирого продукту, тривалість окремих операцій (скільки часу зайняла перегонка речовини, її очищення, висушування і т. д.). Відзначають відхилення від розрахункових кількостей реагуючих речовин, розчинників і так далі. Указують також кількість реагентів, витрачених на очищення продукту. Приводять вихід сирого продукту (у грамах або мілілітрах) і розрахунок виходу очищеного продукту.

У розділі «Звіт» стисло резюмують підсумок роботи. Вихід і властивості отриманого продукту поміщають в таблицю. Здають препарат і обговорюють результати з викладачем.

Нижче приведений приклад оформленого протоколу синтетичної роботи.

2. 2011.

## Практична робота №1

### Синтез 1,2-диброметана

Література: Франшиников Н. Д. Практикум по органической химии. - М., Госхимиздат, 1956. - с. 65.

В трехгорюю круглодонную колбу помещают 20 г сухого крупного песка або таку ж кількість безводного сульфату алюмінію, який має каталитичну дію. Далі обережно при перемішуванні додають 15 мл спирту і 45 мл концентрованої сульфатної кислоти. Вміст колби нагрівають до  $160^{\circ}\text{C}$  (при високій температурі можливе утворення діетилового етеру) і, як тільки почнеться виділення етилену, через крапельну лійку обережно і повільно, по краплях додають суміш 30 мл спирту і 45 мл сульфатної кислоти. Етилен пропускають через запобіжну склянку Дрекселя, далі через 4 н. розчин натрію гідроксиду для поглинання  $\text{SO}_2$ . Очищений етилен пропускають через склянку Дрекселя з бромом, над яким знаходиться невеликий шар води для зменшення втрати бромової за рахунок випаровування. Пропускання етилену ведуть до тих пір, поки він повністю не реагує з бромом (це помітно по зникненню кольору бромової).

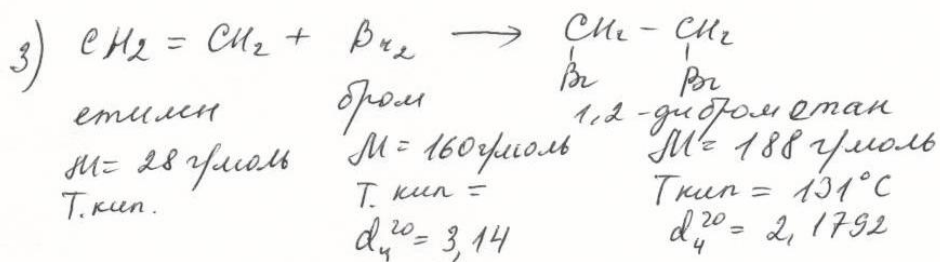
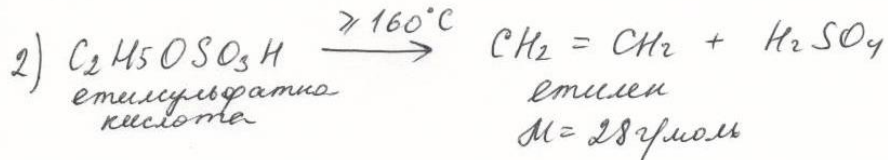
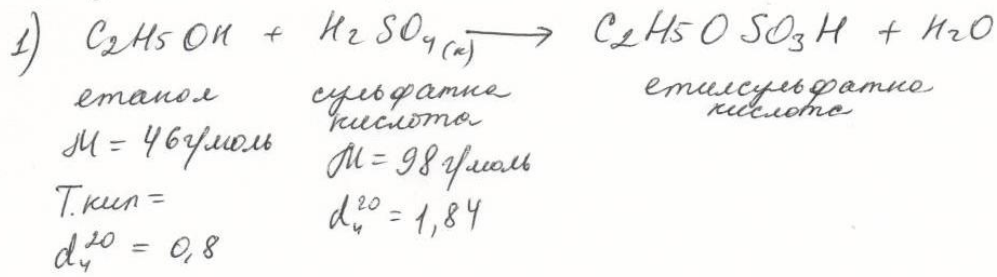
Отриманий 1,2-диброметан промивають водою, розведеним (10% - вим) розчином натрію гідроксиду, знову водою. Органічний шар відокремлюють, сушать над прокаленим  $\text{CaCl}_2$  і потім переганяють, збираючи фракцію, що кипить в межах  $129-132^{\circ}\text{C}$ .

Практичний вихід: 30 г (81% від теоретичного)

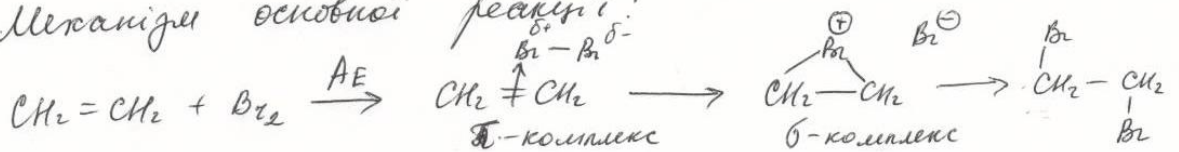
$T_{\text{кип.}} 131^{\circ}\text{C}$ ;  $n_D^{20} = 1,5379$ ;  $d_4^{20} = 2,1792$

Синтез проводимо із розрахунку  $1/2$  від методички

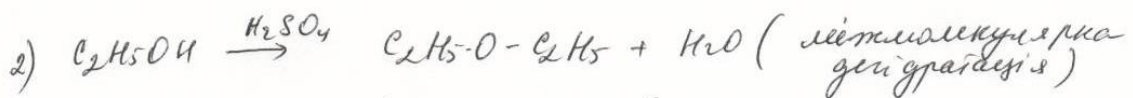
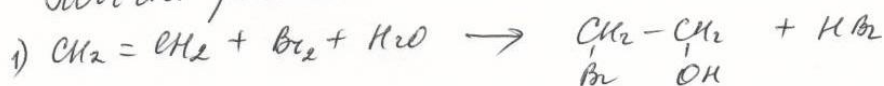
## Стадії ність процесу



Механізм основної реакції:



Додаткові реакції:

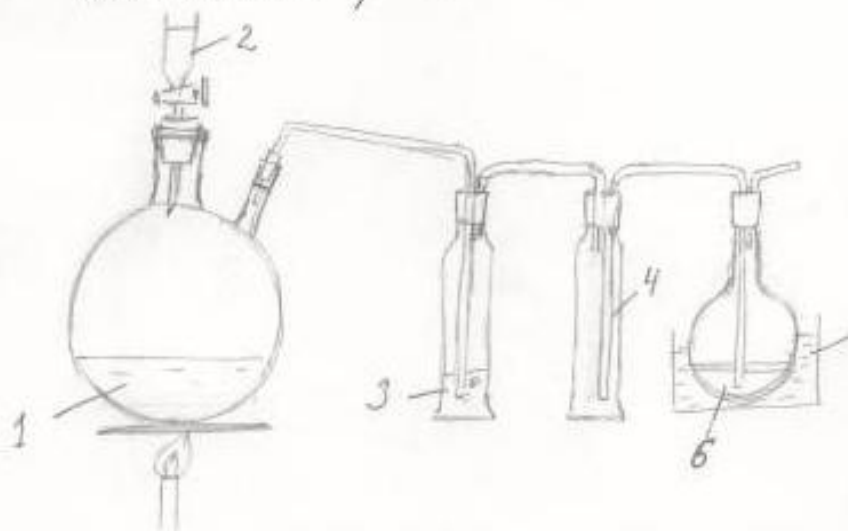


Вихідні реговини:

Назва, ф-ла реговини	Кількість						Надмішок	
	За рівняннями			За методикою			в моль	в %
	моль	г	мл	моль	г	мл		
етанол, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	0,1	4,6	5,75	0,39	18	$\frac{45}{2} = 22,5$	0,29	290%
сульфатна к-та, $\text{H}_2\text{SO}_4$	0,1	9,82	5,3	0,83	81	$\frac{90}{2} = 45$	0,73	730%
бром, $\text{Br}_2$	0,1	15,7	5	<u>0,1</u>	15,7	$\frac{10}{2} = 5$	-	-



## Виконання роботи



1. Круглодонна колба з піскою
2. Крапельна ліжка з сумішшю  $C_2H_5ONa$  і  $H_2SO_4$
3. Промивна склянка з розчином  $NaOH$
4. Запобіжна склянка
5. Водяна баня з хлоридною водою
6. Колба з бромом і зверху шаром води.

Після екстракції, промивання, висушування та перегонки отримали 6 мл продукту

$$m(C_2H_4Br_2)_{екст} = 6 \text{ мл} \cdot 2,1992 \text{ г/мл} = 13,2$$

$$m(C_2H_4Br_2)_{теор} = 0,1 \text{ моль} \cdot 188 = 18,8 \text{ г}$$

$$\omega_{теор} = \frac{13,2}{18,8} \cdot 100\% = 69\%$$

$$m(C_2H_4Br_2)_{літ} = 30/2 = 15,2$$

$$\omega_{літ} = \frac{13,2}{15,2} \cdot 100\% = 87\%$$

### Результати синтезу:

Продукт	Вихід (масова доля виходу)				Константи	
	г	мл	% від теор.	% від літ.	визначені	літер.
$C_2H_4Br_2$ - $C_2H_4Br_2$ 1,2-дидібро- етан безбарвна рідина	13	6	69	87	$T_{кип} = 130-132$ °C	$T_{кип} = 131$ °C

Звіт: синтезовано 1,2-дидіброетан без істотних відхилень від методички

Роботу завершено 8.10.2011р.

Препарат здаю: *Авф*

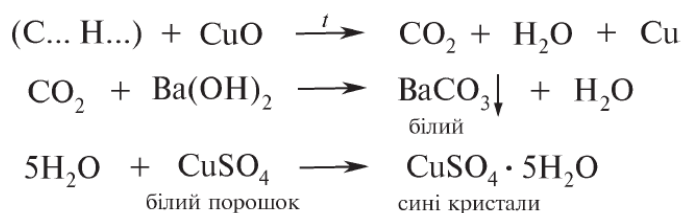
Протокол прийнято: *Ян*

## ЧАСТИНА 2 ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1 ЯКІСНИЙ ЕЛЕМЕНТНИЙ АНАЛІЗ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК

#### 1. Виявлення Карбону і Гідрогену в органічних сполуках

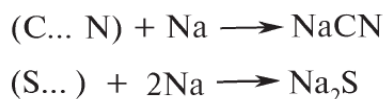
Метод ґрунтується на реакції окиснення органічної речовини порошком купрум (II) оксиду. В результаті окиснення Карбон, що входить до складу аналізованої речовини, утворює карбон (IV) оксид, а Гідроген – воду. Якісно Карбон визначають за утворенням білого осаду барій карбонату чи кальцій карбонату при взаємодії карбон (IV) оксиду з баритовою чи вапняною водою. Гідроген виявляють за утворенням кристалогідрату  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  синього кольору.



**Методика виконання.** Приблизно 0,2 г досліджуваної речовини ретельно змішують з 1 г порошку купрум (II) оксиду. Суміш вміщують у суху пробірку з щільною пробкою з газовідвідною трубкою. У верхню частину пробірки поміщають невеликий шматочок вати, на яку тонким шаром насипають білий порошок безводного купрум (II) сульфату. Кінець газовідвідної трубки вводять у пробірку з прозорою вапняною чи баритовою водою таким чином, щоб кінець трубки був занурений у рідину. Суміш обережно нагрівають, спостерігаючи проходження газу через вапняну воду. Утворення білого осаду кальцій чи барій карбонату вказує на наявність Карбону в досліджуваній речовині. Пробірку з досліджуваною речовиною продовжують нагрівати доти, поки пари води не досягнуть безводного купрум (II) сульфату. Зміна забарвлення кристалів купрум сульфату з білого на синій вказує на присутність води у продуктах, а отже, на наявність Гідрогену в досліджуваній речовині.

#### 2. Виявлення Нітрогену та Сульфуру в органічних сполуках

Метод ґрунтується на сплавленні органічної речовини з металічним натрієм. При сплавленні Нітроген переходить у натрій ціанід, Сульфур - у натрій сульфід.



Натрій ціанід визначають, перетворюючи його на берлінську лазур (сине забарвлення). Сульфур при сплавленні з натрієм утворює сульфід, який визначають за допомогою плюмбум (II) ацетату або натрій нітропрусиду.

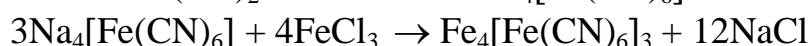
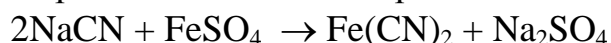
**Методика виконання.** Близько 2 г досліджуваної органічної речовини, яка містить Нітроген та Сульфур, вміщують у суху пробірку, тримаючи її

пошило, і кладуть туди ж (трохи вище) шматочок металевого натрію, висушеного фільтрувальним папером та очищеного від окисної плівки. Тримаючи пробірку майже горизонтально, спочатку нагрівають натрій до його плавлення, а потім повертають пробірку вертикально, щоб крапля натрію впала на речовину. Після цього пробірку нагрівають до червоного розпикання і швидко опускають у ступку з 20 – 30 мл дистильованої води так, щоб пробірка розтріскалася. Цей дослід треба проводити у витяжній шафі та працювати у захисних окулярах.

Чорні кусочки плаву роздрібнюють товчачиком та відфільтровують одержану лужну рідину крізь складчастий фільтр. Фільтрат використовують для визначення Нітрогену та Сульфуру.

### **Проба на Нітроген**

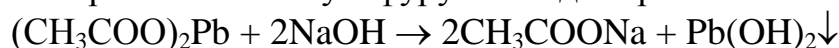
До частини фільтрату додають кристалик ферум (II) сульфату, кип'ятять суміш 1 – 2 хв, охолоджують, залишаючи на повітрі 3 – 5 хв, та підкислюють розведеною хлоридною кислотою. Утворення синього осаду берлінської лазурі вказує на те, що вихідна речовина містить Нітроген.



Якщо вміст Нітрогену у речовині незначний, то розчин після окиснення забарвлюється у зелений колір, а синій осад випадає лише через деякий час.

### **Проби на Сульфур**

а) До 1 мл плюмбум (II) ацетату чи нітрату приливають концентрований розчин натрій гідроксиду до розчинення білого осаду плюмбум (II) гідроксиду, який утворюється спочатку. Потім додають декілька крапель досліджуваної речовини. Появлення коричневого забарвлення або чорного осаду плюмбум (II) сульфідів свідчать про наявність Сульфуру в вихідній речовині.



б) До 1 мл досліджуваної рідини додають декілька крапель розчину натрій нітропрусиду. У присутності Сульфуру розчин відразу ж або поступово набуває червоно-фіолетового забарвлення.

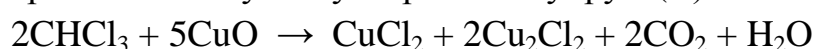


натрію нітропрусид

комплекс  
червоно-фіолетового кольору

### **3. Виявлення галогенів за допомогою проби Бейльштейна**

Метод виявлення атомів Хлору, Брому і Йоду в органічних сполуках ґрунтується на здатності купрум (II) оксиду при високій температурі розкладати галогеновмісні органічні сполуки з утворенням купрум (II) галогенідів.



За наявності галогенів в органічній речовині купрум (II) галогеніди, що утворюються, відновлюються до купрум (I) галогенідів, які, випаровуючись, забарвлюють полум'я в синьо-зелений (CuCl, CuBr) чи зелений (CuI) колір. Флуор-

органічні сполуки не забарвлюють полум'я, тому що купрум (I) фторид нелеткий.

**Методика виконання.** Для досліду беруть мідний дротик, довжиною приблизно 10 см, один кінець якого загинають у петлю, а другий вставляють у невеличкий корок. Тримаючи за корок, прожарюють петлю дротика у полум'ї пальника до зникнення побічного забарвлення полум'я. На петлю, яка остигла і покрилася чорним нальотом купрум (II) оксиду, поміщають досліджувану речовину і вносять її у полум'я пальника. Відразу ж з'являється характерне яскраво-зелене забарвлення полум'я внаслідок утворення леткої сполуки Купруму з галогеном.

### Контрольні запитання

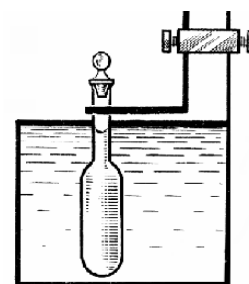
1. Яким методом користуються для аналізу речовини на вміст Карбону? Яку якісну реакцію при цьому здійснюють?
2. Як визначають присутність атомів Гідрогену в органічній речовині? Наявність якої речовини в продуктах реакції доводить присутність атомів Гідрогену?
3. Наведіть приклади інших речовин, що можуть бути використані як «індикатори» на присутність води замість безводного купрум (II) сульфату?
4. Яка якісна реакція підтверджує наявність атомів Сульфуру в органічній сполуці?
5. У вигляді яких йонів визначається присутність атомів Нітрогену в органічних сполуках?
6. Що таке проба Бейльштейна, як її здійснюють? Чи буде кухонна сіль давати реакцію Бейльштейна?
7. Чи можна якісно підтвердити присутність Оксигену в органічних речовинах загальними методами?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2 МЕТОДИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ РІДИН

### 2.1. Визначення густини рідини [8, с. 57]

Густина відноситься до характерних констант чистої сполуки. Її величина залежить від температури. Частіше всього визначають відносну густину рідини за водою, густина якої при 4 °С майже дорівнює одиниці ( $0,99997 \text{ г/см}^3$ ).

Визначення густини речовини проводять в пікнометрі об'ємом 1 – 2 мл. Пікнометр попередньо промивають ацетоном, спиртом, етером, після чого його просушують в сушильній шафі або продувають повітря за допомогою гумової груші і трубки з капіляром, який вводять всередину пікнометра. Сухий пікнометр зважують на аналітичних вагах при кімнатній температурі. Далі визначають «водне число пікнометра», яке є постійним для кожного пікнометра і відповідає масі води в



**Рис. 2.1.**  
**Визначення густини**



об'ємі пікнометра при 20 °С, приведеної до маси води при 4 °С (температурі, яка відповідає максимальній густині води). Для цього невелику кількість дистильованої води кип'ятять у склянці для видалення розчиненого в ній повітря протягом 10 – 15 хв. Охолодженою до 20 °С водою заповнюють пікнометр на 3 – 5 мм вище мітки, нанесеної на шийку. Пікнометр закріплюють у спеціальному держаку і занурюють в термостатовану склянку з водою на 10 хв при 20 °С так, щоб рівень води в шийці пікнометра був нижче рівня води в термостаті (рис. 2.1). Не виймаючи пікнометр зі склянки, доводять рівень води в шийці пікнометра до мітки, відбираючи зайву воду за допомогою капіляру чи фільтрувального паперу. Далі шліф і шийку пікнометра ретельно протирають шматочком фільтрувального паперу як ззовні, так і зсередини. Пікнометр закривають пробкою, виймають із термостата, ретельно витирають ззовні і через 20 – 25 хв зважують на аналітичних вагах. Для обчислення маси води в об'ємі пікнометра («водного числа» В) при 4 °С складають пропорцію:

$$\frac{\text{Маса води в об'ємі пікнометра при } 20\text{ }^{\circ}\text{C}}{\text{Маса води в об'ємі пікнометра при } 4\text{ }^{\circ}\text{C (В)}} = \frac{\text{Густина води при } 20\text{ }^{\circ}\text{C}}{\text{Густина води при } 4\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{0,99823}{1}$$

Отримана величина «водного числа» В є «водною константою» пікнометра.

Для визначення густини досліджуваної рідини зважують сухий чистий пікнометр та звіряють його з масою, визначеною при обчисленні «водної константи». Далі пікнометр заповнюють досліджуваною рідиною і проводять ті ж виміри, які описані вище для води.

Відношення маси речовини в об'ємі даного пікнометра до «водного числа» відповідає відносній густині даної речовини:

$$d_4^{20} = \frac{m - m_n}{B},$$

де В – водне число пікнометра; m – маса пікнометра з речовиною; m<sub>n</sub> – маса порожнього пікнометра.

В лабораторній практиці густину речовин часто визначають за допомогою набору ареометрів, відградуєваних при певній температурі та на певну величину густини.

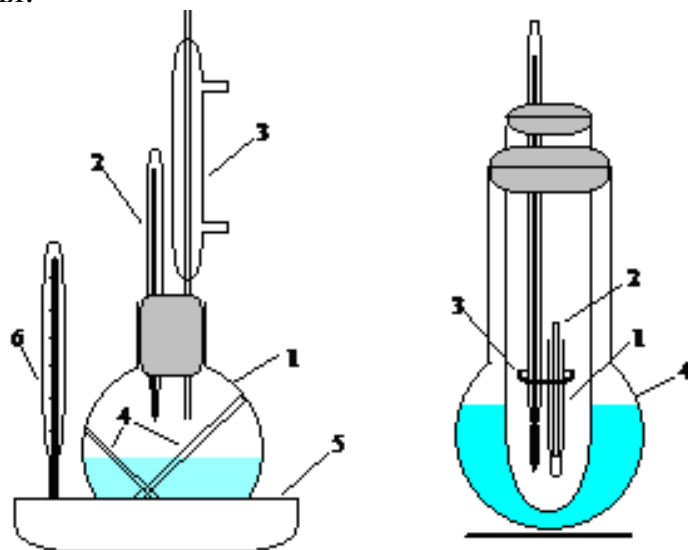
### Контрольні запитання

1. Як змінюється густина рідини в залежності від температури?
2. Як проводять вимірювання густини рідини за допомогою пікнометра?
3. Яка величина називається «водним числом» пікнометра?
4. В яких одиницях вимірюється відносна густина рідини?

## 2.2. Визначення температури кипіння рідини [4, с. 231]

Температура кипіння речовини, на відміну від температури плавлення, значно залежить від тиску, і її точне визначення пов'язане з певними труднощами. В більшості випадків за температуру кипіння речовини приймається температурний інтервал при її перегонці. При цьому виникають

помилки, пов'язані з перегрівом парів, недоліками приладу, неточним вимірюванням тиску та введенням поправок для показань термометру. Тому в літературі часто для однієї і тієї ж речовини зустрічаються різні значення температури кипіння.



**Рис. 2.2. а) Прилад для визначення температури кипіння**

1 – колба; 2 – термометр; 3 – холодильник; 4 – капіляри; 5 – масляна баня; 6 – технічний термометр.

**б) Прилад для визначення температури кипіння за Сиволобовим**

1 – пробірка; 2 – капіляр; 3 – гумове кільце; 4 – прилад для визначення температури плавлення

Найпростішим приладом для визначення температури кипіння є прилад а) (рис. 2.2). Він складається з круглодонної колби 1 з широкою горловиною, яка закривається корковою пробкою з термометром 2 і холодильником 3. Об'єм колби повинен бути не менше 50 мл. Рідиною, температуру кипіння якої потрібно визначити, заповнюють колбу приблизно на 1/4 її об'єму. При визначенні температури кипіння чистої рідини резервуар термометра повинен знаходитись на невеликій відстані від поверхні рідини і не торкатись її. При проведенні вимірювання в рідину поміщають декілька капілярів 4 (запаяними кінцями вгору), а обігрів проводять на масляній або повітряній бані, не допускаючи перегріву. При фіксуванні температури кипіння потрібно стежити за тим, щоб краплі конденсату з холодильника не потрапляли безпосередньо на термометр. Інтенсивність нагрівання регулюють так, щоб з кінця холодильника падало 20 – 30 крапель за хвилину. За температуру кипіння приймають приведену до нормального тиску значення температури, яка залишалася незмінною протягом 5 – 8 хвилин.

Метод Сиволобова (рис. 2.2, б) є більш економним методом визначення температури кипіння. За цим методом, маленьку скляну пробірку 1 довжиною 50 мм і діаметром 3 мм наповнюють досліджуваною рідиною на висоту 7 – 10 мм і поміщають в неї запаяний з одного кінця капіляр 2 (довжиною 55 мм, діаметром 1 мм) так, щоб його відкритий кінець був занурений в рідину. Гумовим або металевим кільцем 3 пробірку прикріплюють до термометра, поміщають у прилад для визначення температури плавлення 4 і нагрівають. За 10 – 15 °С до передбачуваної температури кипіння швидкість нагрівання

зменшують до 1 °С за хвилину. Поблизу точки кипіння з капіляра починають виділятися окремі бульбашки повітря, число яких дуже швидко збільшується, а потім з'являється безперервний ланцюжок маленьких бульбашок парів досліджуваної рідини. Цей момент вважають точкою кипіння речовини і відзначають показання термометра. Визначення повторюють кілька разів, застосовуючи щоразу новий капіляр і нову порцію досліджуваної речовини. Остаточним результатом вважають середнє арифметичне з усіх визначень. Цю величину, приведену до нормального тиску, приймають за температуру кипіння.

Для цього спочатку тиск приводять до температури 0 °С, віднімаючи з показань барометра:

2 мм рт.ст. при температурі навколишнього середовища	11 – 20 °С;
3 мм рт.ст.	- “ - 21 – 28 °С;
4 мм рт.ст.	- “ - 29 – 35 °С.

Таблиця 2.1

Поправки для приведення температури кипіння до нормального тиску

Температурні межі кипіння, °С	Поправка °С на кожен мм рт.ст.	Температурні межі кипіння, °С	Поправка °С на кожен мм рт.ст.
10 – 30	0,035	130 – 150	0,050
30 – 50	0,038	150 – 170	0,052
50 – 70	0,040	170 – 190	0,054
70 – 90	0,042	190 – 210	0,057
90 – 110	0,045	210 – 230	0,059
110 – 130	0,047	230 – 250	0,062

Далі, користуючись таблицею, в значення спостережуваної температури кипіння вносять поправку на кожен міліметр ртутного стовпчика різниці між нормальним тиском (760 мм рт. ст.) і спостережуваним, приведеним до 0 °С. При тиску нижче 760 мм рт. ст. поправку додають, в іншому випадку – віднімають.

### Контрольні запитання

1. Що таке температура кипіння? Як вона залежить від складу та будови речовин?
2. Якими способами можна визначити температуру кипіння? Які переваги та недоліки у кожного з них?
3. Як температура кипіння залежить від тиску? Як приводять результати вимірювань до нормального тиску?

### 2.3. Визначення показника заломлення рідини [7, с. 59]

Показником заломлення  $n$  називають відношення швидкості поширення світла у вакуумі  $C_1$  до швидкості поширення світла в досліджуваній речовині  $C_2$ . Це абсолютний показник заломлення. Монохроматичний промінь світла, проходячи з одного середовища в інше під гострим кутом, змінює не тільки

свою швидкість, але й свій напрям (рис. 2.3). Показник заломлення є важливою фізичною константою для ідентифікації та визначення чистоти рідких речовин.

$$n = \frac{C_1}{C_2} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

На практиці визначають відносний показник заломлення, тобто відношення швидкості поширення світла в повітрі до швидкості поширення світла в досліджуваній речовині.

Значення показника заломлення залежить від температури (зі збільшенням температури його величина зменшується) та від довжини хвилі світла, при яких проводять визначення. У розчинах показник заломлення залежить також від концентрації речовин і природи розчинника.

Частіш за все вимірювання проводять при температурі 20 °С і довжині хвилі, що відповідає спектральній лінії жовтого натрієвого полум'я (D-лінія), 589,3 нм. Показник заломлення, визначений за таких умов, позначається  $n_D^{20}$ .

Для вимірювання показника заломлення використовують прилади – рефрактометри. Їх настраюють за еталонними рідинами, доданими як комплект до приладів, або за дистильованою водою ( $n_D^{20} = 1,3330$ ).

Під час вимірювання слід підтримувати постійну температуру. Для рідких органічних речовин показник заломлення коливається від 1,3 до 1,8. Зазвичай на лабораторному рефрактометрі показник заломлення визначають до четвертого знака після коми.

Значення показника заломлення і густини використовують для знаходження величини молекулярної рефракції  $MR_D$ , яка є також характеристикою речовини:

$$MR_D = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{M_r}{d}$$

де  $M_r$  – відносна молекулярна маса речовини;  $d$  – його густина;  $n$  – показник заломлення. Молекулярну рефракцію можна розрахувати за адитивною схемою:

$MR_D = \sum AR_D$ , де  $AR_D$  – це атомні рефракції атомів, що входять до молекули досліджуваної речовини, і порівняти зі значенням, знайденим за першою формулою.

### Контрольні запитання

1. Дайте визначення поняттю “показник заломлення”. Для чого використовують цю величину?
2. Як на практиці визначають показник заломлення? Який прилад для цього використовують?
3. Від яких факторів залежить показник заломлення?

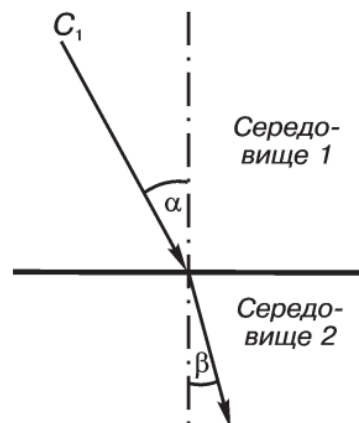


Рис.2.3. Показник заломлення

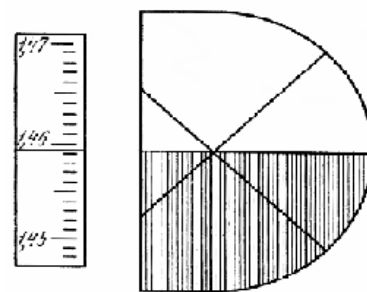


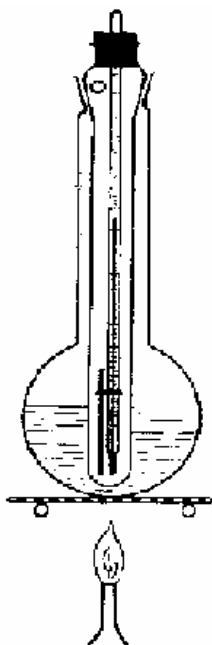
Рис.2.4. Зняття показань з рефрактометру

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3 МЕТОДИ ВИДІЛЕННЯ, ОЧИСТКИ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЇ ТВЕРДИХ РЕЧОВИН

### 3.1. Визначення температури плавлення [7, с. 53]

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

Температуру плавлення визначають в скляному капілярі з внутрішнім діаметром 1 мм і висотою 40 – 50 мм, витягнутому на пальнику зі скляної трубки. Один кінець капіляра запаюють, обережно вносячи його збоку в полум'я пальника. На годинному склі подрібнюють кристалічну речовину за допомогою скляної палички. Відкритий кінець капіляра опускають у речовину. Щоб перемістити речовину на дно капіляра і щільно утрамбувати його, капіляр з речовиною кілька разів кидають запаєним кінцем вниз через скляну трубку довжиною 50 – 70 см, поставлену вертикально на скло. Таким чином щільно набивають речовину стовпчиком висотою 0,3 – 0,5 см.



**Рис. 2.5. Прилад для визначення температури плавлення**

Для визначення температури плавлення використовують прилад з подвійними стінками (рис. 2.5). Прилад складається з довгогорлої круглодонної колби зі вставленою в неї широкою пробіркою, куди поміщається термометр з капіляром. У колбу наливають сульфатну кислоту, силіконове масло, дибутилфталат або гліцерин. Прилади, що містять вищевказані рідини, можна нагрівати не вище 250 °С. Капіляр закріплюють на термометрі гумовим кільцем. Кінець капіляра повинен бути на рівні або трохи вище кульки термометра. Потім закріплюють термометр з капіляром в горлі пробірки на пробці з вирізом. Внутрішній простір колби має сполучатися з атмосферою.

При визначенні температури плавлення в приладах, що містять рідини, потрібно обов'язково надягати захисні окуляри або маски. Для речовин, що плавляться вище  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ , визначення температури плавлення проводять в приладах з подвійними стінками без рідини або у спеціальних металевих блоках. Блок являє собою металевий циліндр з двома вертикальними і одним горизонтальним каналом. В один вертикальний канал вставляють термометр, а в інший – капіляр. Знизу блок нагрівають пальником. Через горизонтальний канал спостерігають за плавленням, освітлюючи ззаду капіляр.

Прилади нагрівають так, щоб підвищення температури відбувалося на  $5 - 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  за хвилину, а поблизу очікуваної температури плавлення – на  $1 - 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  за хвилину. Температурою плавлення даної речовини вважається температурний інтервал з моменту появи рідкої фази до повного розплавлення речовини. Чим чистіша речовина, тим вужчий цей інтервал (для чистих речовин він становить  $0,1 - 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Капіляр з речовиною, що розкладається при плавленні, слід вносити в прилад, вже нагрітий до температури на  $10 - 15\text{ }^{\circ}\text{C}$  нижче очікуваної температури плавлення речовини. Речовини, які сублимуються, плавлять в запаяних капілярах.

Можна попередньо провести грубе приблизне визначення температури плавлення речовини. Для цього на кульку термометра поміщають декілька крупинок речовини і, тримаючи термометр в горизонтальному положенні, повільно нагрівають його на пальнику з азбестовою сіткою маленьким полум'ям пальника або на електроплитці до розплавлення речовини. При цьому стежать за показаннями термометра. Таким шляхом можна визначити температуру плавлення з точністю до  $2 - 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Існують прилади, в яких спостереження за плавленням ведуть під мікроскопом.

### Контрольні запитання

1. Від яких чинників залежить температура плавлення?
2. Назвіть основні деталі приладу для визначення температури плавлення.
3. Чим відрізняються прилади для визначення температури плавлення легкоплавких та тугоплавких речовин?
4. Чому для визначення температури плавлення бензойної кислоти капіляр запаюють з обох кінців?
5. В чому полягає метод змішаної проби, для чого він використовується?

### 3.2. Сублімація бензойної кислоти [8, с. 52]

*Сублімація* – це процес переходу твердої речовини в пароподібний стан, минаючи рідкий стан. Сублімацією користуються як методом очищення твердих речовин (детальніше розд. 1.2.6).

Забруднену бензойну кислоту поміщають в чашку, закриту широким кінцем скляної воронки (рис. 2.6). Вузкий кінець воронки нещільно закривають ватою, а для того, щоб

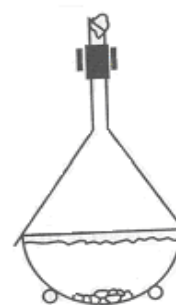


Рис. 2.6. Прилад для сублімації

сублімована речовина не потрапляла назад у чашку, чашку закривають круглим листком фільтрувального паперу з декількома отворами в ньому. Чашку обережно нагрівають, не допускаючи плавлення речовини. Пари сублімованої чистої бензойної кислоти конденсуються на холодних стінках воронки.

### 3.3. Перекристалізація бензойної кислоти [8, с. 53]

Метод *перекристалізації* застосовується для очищення твердих речовин і заснований на різній розчинності речовини і домішок (детальніше розд. 1.2.4).

В пробірку поміщають 0,5 г бензойної кислоти і додають 5 – 6 мл води. Суміш нагрівають до кипіння, кислота розчиняється. Гарячий розчин фільтрують. Фільтрат ділять на дві частини. Одну частину швидко охолоджують зануренням пробірки в баню з холодною водою. Іншу залишають повільно охолоджуватися на повітрі. Порівнюють кристали, відфільтрувавши їх. Визначають температуру плавлення бензойної кислоти (т. пл. 121 °С).

#### Контрольні запитання

1. Що таке сублімація? В яких випадках для очищення речовин використовують сублімацію?
2. Яким основним обладнанням користуються при сублімації за атмосферного тиску?
3. Чи можна для розділення суміші піску та цукру використати сублімацію?
4. В чому полягає основний принцип очищення речовин за допомогою перекристалізації?
5. Якими правилами керуються при виборі розчинників для перекристалізації?
6. Чому для перекристалізації беруть мінімальний об'єм розчинника?
7. Якими діями можна ініціювати утворення кристалів в насиченому розчині?

### 3.4. Ідентифікація органічних речовин методом тонкошарової хроматографії

*Тонкошарова хроматографія* (ТШХ) – різновид адсорбційної хроматографії, часто використовується для препаративних цілей, ідентифікації речовин, визначення їхньої чистоти, якісного та кількісного складу (детальніше розд. 1.2.8)

Обладнання та реактиви: Пластинки «Silufol UV 254», камера для хроматографування (на 200 мл), гексан, ацетон, хроматоскоп, мікропіпетки або капіляри, аценафтен, аценафтенон, моноацетат *цис*-аценафтиленгліколю, суміш похідних аценафтену або аценафтилену невідомого складу, склянка для приготування розчину суміші.

Методика роботи. На пластинку силуфолу довжиною 6 – 7 см і шириною 4 – 6 см наносять за допомогою мікропіпетки або капіляра розчин суміші похідних аценафтену і аценафтилену. Пластинку поміщають в камеру для хроматографування, попередньо заповнену елюентом. Рівень елюенту в камері не повинен доходити на 2 – 4 мм до лінії старту на пластинці. Процес хроматографування ведуть до тих пір, поки лінія фронту елюента не буде

знаходиться на відстані 3 – 5 мм до кінця пластинки. Пластинку виймають з камери, відзначають лінію фронту і сушать. Виявлення речовин на пластинці ведеться в ультрафіолетовому світлі за допомогою хроматоскопа. При цьому слід враховувати, що оксид аценафтилену та аценафтилен викликають світіння в УФ світлі, всі інші похідні аценафтену гасять його (темні плями). Процеси хроматографування суміші ведуть в елюентах різного складу (гексан:ацетон в об'ємному співвідношенні 1:4, 1:3, 1:1, 2:1, 3:1, 4:1). Оптимальним для процесу розділення даної суміші є елюент того складу, при якому на хроматографічній пластинці виявляється найбільша кількість хроматографічних плям, причому їх форма повинна якомога ближче наближатися до кіл. Цей елюент надалі використовується при розділенні суміші та її ідентифікації.

Ідентифікацію компонентів суміші проводять на підставі розрахованих з отриманих хроматограм величин  $R_f$  і порівнянні їх з величинами  $R_f$  «свідків» (відповідних чистих речовин), отриманими за аналогічних умов. Найкраще вести процес хроматографування суміші і «свідків» на одній і тій же пластинці силуфолу.

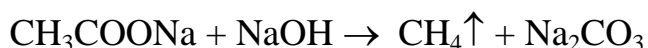
### Контрольні запитання

1. Що таке показник  $R_f$ ? Як він розраховується і для чого служить? Чи має він універсальний характер?
2. За якими критеріями обирають елюент для проведення хроматографічного розділення методом ТШХ?
3. Яким чином роблять висновок про чистоту речовини за допомогою ТШХ?
4. Як можна ідентифікувати речовину у суміші методом ТШХ?
5. Які способи «проявлення» хроматограм Вам відомі?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4 НАСИЧЕНІ ТА НЕНАСИЧЕНІ ВУГЛЕВОДНІ

### 1. Синтез метану та вивчення його властивостей

Синтез метану в лабораторних умовах найбільш просто здійснити за методом Дюма. Для цього в суху пробірку з газовідвідною трубкою вміщують суміш з 1 частини безводного натрій ацетату і двох частин попередньо прожареного натронного вапна ( $\text{NaOH} + \text{Ca}(\text{OH})_2$ ). Нагрівають пробірку, тримаючи її з невеликим нахилом. З газовідвідної трубки починає виділятися метан.



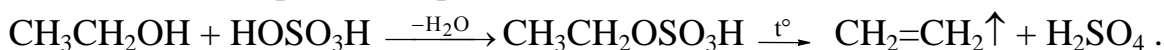
Здобутий метан пропускають через розчини  $\text{KMnO}_4$  та бромної води. Забарвлення розчинів не змінюється. Підпалюють метан і в його полум'я вносять фарфорову платівку. На ній не утворюється чорної плями.

### 2. Синтез етилену та вивчення його властивостей

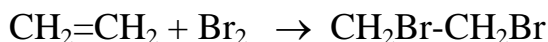
У пробірку з газовідвідною трубкою вливають 5 – 6 мл суміші однієї частини етанолу та трьох частин конц. сульфатної кислоти, вміщують



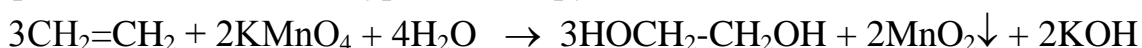
кип'ятильники та обережно нагрівають.



Етилен, що виділяється, пропускають у пробірки з бромною водою та розчином калій перманганату. Бромна вода знебарвлюється внаслідок приєднання броду до подвійного зв'язку:



При взаємодії етилену з калій перманганатом забарвлення розчину зникає і утворюються осад  $\text{MnO}_2$  бурого кольору:



Підпалюють етилен. На фарфоровій платівці, яку вносять в полум'я етилену, з'являється пляма сажі.

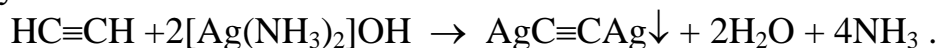
### 3. Синтез ацетилену та вивчення його властивостей

В колбу Вюрца вміщують декілька кусочків кальцій карбіді і закривають пробкою з крапельною лійкою, яка наповнена водою. Відвідну трубку колби з'єднують з газовідвідною трубкою. По краплях починають приливати до карбіді воду.



З ацетиленом здійснюють досліди, які описані для етилену. При приєднанні броду до ацетилену спочатку утворюється дибромоетилен  $\text{CHBr}=\text{CHBr}$ , а далі – тетрабромоетан  $\text{CHBr}_2-\text{CHBr}_2$ . При окисненні розчином калій перманганату в кислому та нейтральному середовищах утворюється  $\text{CO}_2$  і мурашина кислота, а в лужному – спочатку гліколевий альдегід  $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CHO}$ , а далі – щавлева кислота  $\text{HOOC}-\text{COOH}$ .

Утворення аргентум (I) ацетиленіду. У пробірку вміщують 3-4 мл розчину  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH}]$  і пропускають ацетилен. Утворюється осад аргентум (I) ацетиленіду:

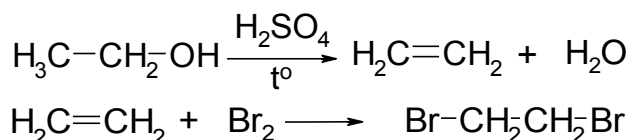


Ацетиленіди – вибухові речовини. При вибуху утворюються вуглець і метал у вільному стані. Після досліду знищують залишки аргентум ацетиленіду, розкладаючи його розведеною  $\text{HCl}$  або вибухом.

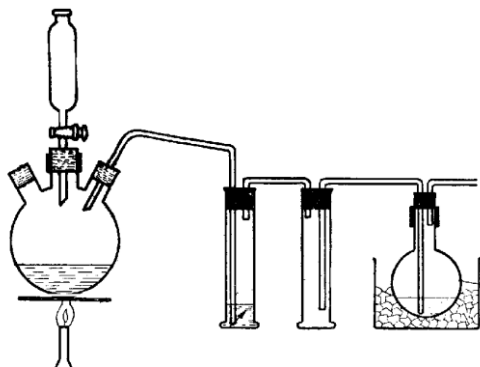
### Контрольні запитання

1. Який загальний метод добування насичених вуглеводнів використовується в лабораторії для добування метану? Чиє ім'я носить ця реакція?
2. Які хімічні властивості характерні для насичених вуглеводнів? За якими механізмами протікають реакції галогенування і нітрування алканів?
3. Якими реакціями користуються для якісного виявлення ненасичених вуглеводнів?
4. Які хімічні властивості відрізняють ацетилен від етилену? Поясніть причину цих розходжень. Підтвердіть рівняннями хімічних реакцій рухливість атома Гідрогену в ацетилені.
5. Порівняйте характер полум'я при горінні метану, етилену й ацетилену.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5. СИНТЕЗ 1,2-ДИБРОМОЕТАНУ [9, с. 65]



Етиловий спирт ( $d_4^{20} = 0,79$ )	45 мл
Сульфатна кислота конц. (98%, $d_4^{20} = 1,84$ )	90 мл
Бром ( $d_4^{20} = 3,14$ )	10 мл
Натрій гідроксид (4 н. розчин, 10% розчин)	



**Рис. 2.7. Прилад для отримання 1,2-дибромоетану**

В трьохгорлу круглодонну колбу поміщують 20 г сухого крупного піску або таку ж кількість безводного алюміній сульфату, який має каталітичну дію. Далі обережно при перемішуванні додають 15 мл спирту і 45 мл концентрованої сульфатної кислоти. Вміст колби нагрівають до 160 °С (при невисокій температурі можливе утворення діетилового етеру) і, як тільки почнеться виділення етилену, через крапельну лійку повільно по краплях додають суміш 30 мл спирту і 45 мл сульфатної кислоти. Етилен пропускають через запобіжну склянку Дрекселя, далі через 4 н. розчин натрій гідроксиду для поглинання сульфур діоксиду. Очищений етилен пропускають через склянку Дрекселя з бромом, над яким знаходиться невеликий шар води для зменшення втрати бромом за рахунок випаровування (рис. 2.7). Пропускання етилену ведуть до тих пір, поки бром повністю не прореагує (це помітно по зникненню кольору бромом).

Отриманий 1,2-дибромоетан промивають водою, розведеним (10%) розчином натрій гідроксиду, знову водою. Органічний шар відокремлюють, сушать над прокаленим кальцій хлоридом і потім переганяють, збираючи фракцію, що кипить в межах 129 – 132 °С. Вихід: 30 г (81% від теоретичного). Т. кип. 131 °С;  $n_D^{20}$  1,5379;  $d_4^{20}$  2,1792.

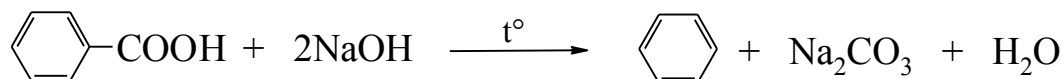
### Контрольні запитання

1. Яким чином можна якісно довести присутність атомів Бромом в отриманому 1,2-дибромоетані?
2. Для чого потрібна пуста склянка Дрекселя після склянки з розчином лугу?
3. Чому сульфатну кислоту беруть у більш ніж 2-кратному надлишку відносно етанолу?
4. Які побічні речовини можуть утворюватись в описаних умовах?
5. Чому для промивання отриманого 1,2-дибромоетану використовують розведений розчин лугу?
6. Чому 1,2-дибромоетан погано розчиняється в воді?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6. АРОМАТИЧНІ ВУГЛЕВОДНІ

### 1. Синтез бензолу за способом Дюма

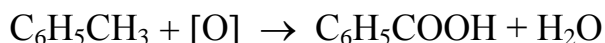
У фарфоровій ступці розтирають 2–3 г бензойної кислоти з 4–5 г попередньо прожареного натронного вапна. Суміш вміщують у пробірку з газовідвідною трубкою та обережно нагрівають. Кінець трубки опускають у пробірку-приймач, яка занурена у стакан з холодною водою. Бензол, який утворюється, легко впізнати по запаху:



В повітрі бензол горить кіптявим полум'ям.

### 2. Здатність до окиснення ароматичних вуглеводнів

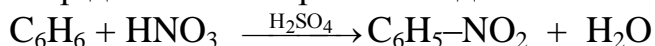
Вміщують у дві пробірки по 1 мл розчину  $\text{KMnO}_4$  і по 1 мл розведеної  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Додають в одну пробірку кілька крапель бензолу, а в другу – таку ж кількість толуолу. Одна суміш швидко змінює забарвлення, що насамперед видно на поверхні розподілу. Так, толуол окислюється до бензойної кислоти:



Забарвлення іншої суміші не змінюється, що вказує на стійкість бензолу до окиснення.

### 3. Нітрування бензолу

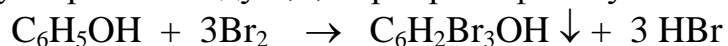
У пробірку до охолодженої нітруючої суміші (суміш конц.  $\text{HNO}_3$  і  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:2) приливають по краплях при постійному збовтуванні 1 мл бензолу, збовтують ще 5 хвилин. Вміст пробірки виливають у 10–15 мл води. Нітробензол падає на дно склянки у вигляді важкої маслянистої краплі. Він має жовтуватий колір і своєрідний запах гіркої мигдалю:



### 4. Якісні реакції на фенол

#### 4.1. Взаємодія фенолу з бромною водою

У пробірку наливають 2–3 мл 2% розчину фенолу і, струшуючи, поступово додають бромну воду. Жовтий колір бромної води зникає. Рідина мутніє внаслідок утворення осаду 2,4,6-трибромфенолу:



Ця реакція використовується для кількісного визначення фенолу.

#### 4.2. Взаємодія фенолу з ферум (III) хлоридом

У пробірку наливають 2–3 мл 2% розчину фенолу і додають 2–3 краплі 2% розчину  $\text{FeCl}_3$ . З'являється фіолетове забарвлення внаслідок утворення комплексного ферум (III) феноляту:

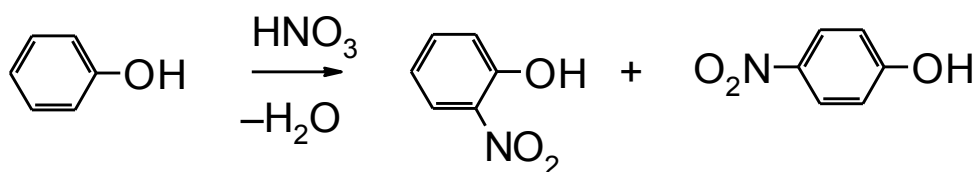


### Контрольні запитання

1. Що таке нітруюча суміш? Як її готують і для чого використовують?

- В яких умовах перебігає реакція нітрування бензолу, опишіть її механізм. Яку роль виконує сульфатна кислота в реакції нітрування?
- Порівняйте умови нітрування бензолу, толуолу та нітробензолу. Чим вони обумовлені?
- Поясніть причину різного відношення бензолу і толуолу до калій перманганату. Які особливості реакцій окиснення гомологів бензолу калій перманганатом?
- Як розрізнити між собою наступні речовини: а) бензол і толуол; б) толуол і стирол; в) толуол і фенол?

**ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7**  
**СИНТЕЗ *орто*- і *пара*-НІТРОФЕНОЛІВ [9, с. 119]**

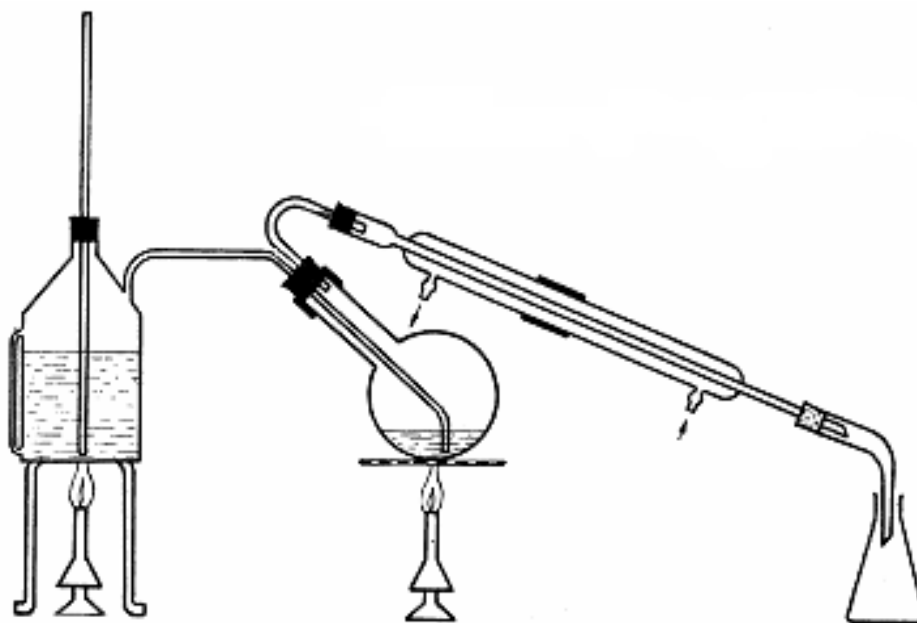


Фенол	28,2 г
Розведена нітратна кислота (20% розчин, $d_4^{20}=1,11$ )	185 мл
Натрій гідроксид, активоване вугілля, хлоридна кислота	

До 28,2 г фенолу додають 5 мл води, нагрівають до плавлення і суміш поступово при перемішуванні вносять в 185 мл нітратної кислоти. Колбу з нітратною кислотою охолоджують водою, слідкуючи за тим, щоб температура реакційної суміші весь час була нижчою за 20 °С. Суміш, забарвлену в темний колір, залишають стояти на декілька годин в холодній воді, періодично збовтуючи. По закінченні реакції ретельно зливають кислоту, маслянисту частково осмолену масу промивають декілька разів водою і піддають її перегонці з водяною парою (рис. 2.8 та рис. 1.16, стор. 28). В приймач переходить *о*-нітрофенол у вигляді жовтого масла, що швидко кристалізується. Якщо продукт почне кристалізуватися в холодильнику, то на деякий час припиняють подачу води в нього; гарячий конденсат розтоплює кристали *о*-нітрофенолу і він переходить в приймач. Осад *о*-нітрофенолу відфільтровують на лійці Бюхнера, віджимають між листами фільтрувального паперу і сушать на повітрі.

Вихід ~9 г. Т. пл. чистого *о*-нітрофенолу 45 °С. Якщо отриманий продукт плавиться при нижчій температурі, його перекристалізують із метанолу.

Для виділення *п*-нітрофенолу залишок реакційної маси в колбі кип'ятять з 170 мл 10% розчину натрій гідроксиду і невеликою кількістю активованого вугілля і фільтрують гарячим. Гарячий темний фільтрат упарюють до тих пір, поки крапля розчину по охолодженні не буде застигати. Розчин охолоджують, осад натрій *п*-нітрофеноляту відфільтровують, промивають декілька разів невеликими порціями 10% розчину натрій гідроксиду і добре віджимають на



**Рис. 2.8. Прилад для перегонки з водяною парою**

фільтрі. Отриману сіль переносять в склянку і при нагріванні розкладають 10% хлоридною кислотою. Утворений *n*-нітрофенол по охолодженні застигає. Водний розчин зливають і перекристалізують *n*-нітрофенол із гарячої 1 – 2% хлоридної кислоти. Після охолодження розчину *n*-нітрофенол виділяється у вигляді довгих безбарвних голок.

Вихід *n*-нітрофенолу 3,5 – 4 г. Т. пл. 114 °С.

### Контрольні запитання

1. Поясніть, чому при нітруванні фенолу розведеною нітратною кислотою утворюються саме *o*- і *n*-нітрофеноли.
2. Чому при нітруванні фенолу використовують розбавлену нітратну кислоту, а при нітруванні бензолу – нітрувальну суміш? Які процеси можуть відбуватися при реакції фенолу з концентрованою нітратною кислотою?
3. Чому синтез *o*- і *n*-нітрофенолів ведуть при температурах нижче 20 °С? Які процеси можуть йти при більш високих температурах, чому? Наведіть рівняння відповідних реакцій.
4. Чому для виділення *o*-нітрофенолу з реакційної маси, отриманої при синтезі *o*- і *n*-нітрофенолів, застосовують метод перегонки з водяною парою?
5. З якою метою після відокремлення *o*-нітрофенолу з реакційної маси, отриманої в ході синтезу *o*- і *n*-нітрофенолів, залишок кип'ятять з 10% розчином натрій гідроксиду та активованим вугіллям?
6. З якою метою реакційну масу, отриману після виділення *o*-нітрофенолу та кип'ятіння залишку з активованим вугіллям і розчином NaOH, обробляють при нагріванні розчином 10% хлоридної кислоти?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8 СПИРТИ ТА ФЕНОЛИ

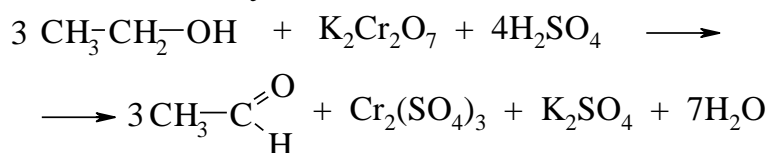
### 1. Окиснення спиртів

А. Калій перманганатом. Змішують у пробірці 2 мл етанолу, 2 мл розчину  $\text{KMnO}_4$  і нагрівають суміш. Хід реакції окиснення виявляється в зміні забарвлення розчину і за характерним запахом ацетальдегіду, що утворився при цьому:



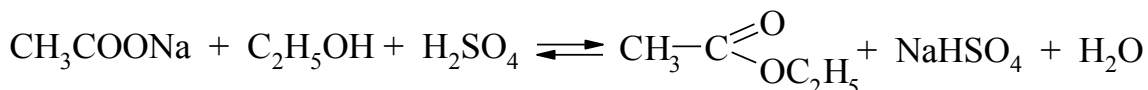
Якщо є надлишок калій перманганату, оцтовий альдегід, який утворюється, окислюється до оцтової кислоти. Дуже енергійно проходить реакція окиснення етанолу твердим  $\text{KMnO}_4$  у присутності конц. сульфатної кислоти – спирт самозапалюється.

Б. Хромовою сумішшю. У пробірку вміщують 0,5 мл конц. сульфатної кислоти, 0,5 мл етанолу та 2 г роздрібненого  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Суміш перемішують. Спостерігається зміна забарвлення розчину (помаранчевий колір розчину переходить на зелений, що вказує на відновлення  $\text{Cr}^{6+}$  до  $\text{Cr}^{3+}$ ), відчувається характерний запах ацетальдегіду:



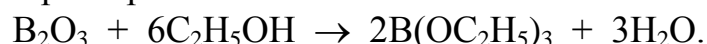
### 2. Естерифікація спиртів

У суху пробірку вміщують 0,1 – 0,2 г натрій ацетату та 3 – 5 крапель етанолу. Додають 2 краплі конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та нагрівають. З'являється приємний запах етилового естеру оцтової кислоти:



### 3. Отримання етилового етеру борної кислоти

Розплавляють в пробірці 1,5 – 2,0 г борної кислоти. Охолоджують пробірку на повітрі, плав твердне, частково розтріскуючись. Додають 3 – 4 мл етанолу, 2 мл конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і вносять кип'ятильний камінець. Пробірку закривають пробкою з газовідвідною трубкою і нагрівають суміш. Підпалюють біля виходу газовідвідної трубки етер борної кислоти – його полум'я має яскраво-зелене забарвлення. Борна кислота  $\text{H}_3\text{BO}_3$  при нагріванні дегідратується, утворюючи метаборну кислоту  $\text{HBO}_2$ , тетраборну кислоту  $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$  і, нарешті, борний ангідрид  $\text{B}_2\text{O}_3$ . У кислому середовищі спирти взаємодіють з  $\text{B}_2\text{O}_3$ , утворюючи леткі етери борної кислоти:

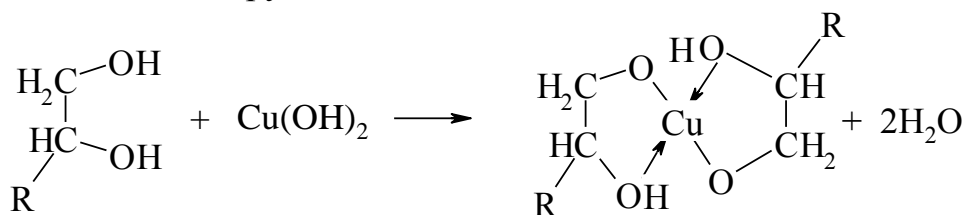


### 4. Взаємодія багатоатомних спиртів з купрум (II) гідроксидом

Багатоатомні спирти, які мають гідроксигрупи на сусідніх атомах Карбону, утворюють купрум (II) гліколяти, які розчиняються у воді. Такий розчин має яскраво-синій колір. Гліколяти є стійкими в лужному середовищі, в

кислому – розкладаються на вихідні сполуки.

У пробірку вміщують 3 краплі розчину купрум (II) сульфату, 3 краплі 10% розчину NaOH, збовтують, додають 3 краплі гліцеролу. Блакитний осад свіжоосадженого купрум (II) гідроксиду розчиняється і розчин набуває інтенсивно синього кольору.



### 6. Розчинність фенолу у воді та його кислий характер

У пробірку вміщують 0,5 г кристалічного фенолу, 3 мл води. При струшуванні фенол частково розчинюється. Утворюється два шари – нижній-фенол, верхній-розчин фенолу у воді. Якщо обережно нагрівати пробірку, то фенол повністю розчиняється, а при охолодженні рідина знов розшаровується. Водний розчин фенолу досліджують за допомогою індикаторного паперу.

### 7. Взаємодія фенолу ферум (III) з хлоридом

(Див. лабораторну роботу № 6, дослід 4.2)

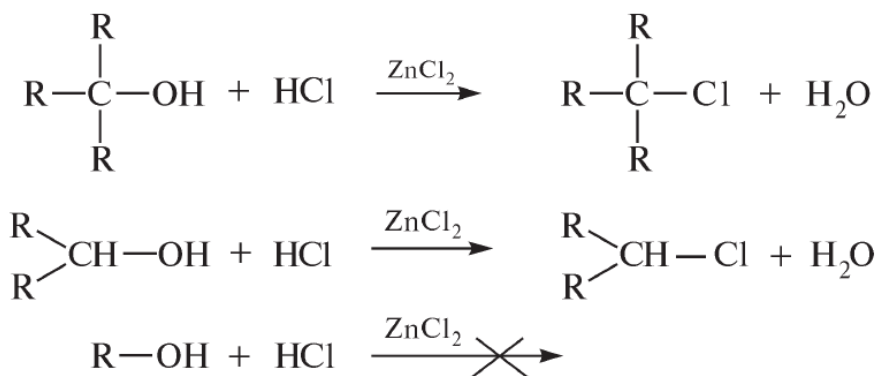
### 8. Взаємодія фенолу з бромною водою

(Див. лабораторну роботу № 6, дослід 4.1)

### 9. Проба Лукаса

У три пробірки окремо вміщують по 3 – 4 краплі етилового, ізопропілового і *трет*-бутилового спирту, додають по 6 крапель реактиву Лукаса (розчин цинк хлориду в концентрованій хлоридній кислоті). Вміст пробірок збовтують і спостерігають за змінами, що відбуваються в пробірках протягом 5 хв.

Первинні, вторинні і третинні спирти, що містять менше 6 атомів Карбону, з різними швидкостями утворюють з реактивом Лукаса хлоралкани. Цю особливість використовують для ідентифікації спиртів. Третинні спирти реагують майже відразу ж з виділенням шару хлоралкану, що не змішується з водою. Вторинні спирти – повільніше, приблизно через 5 хв, з виділенням крапель хлоралкану і помутнінням розчину. Первинні спирти, за винятком алілового і бензилового, при кімнатній температурі не взаємодіють з реактивом Лукаса:

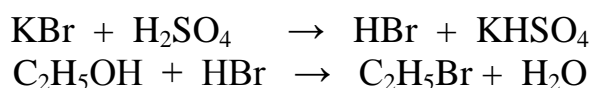




## Контрольні запитання

1. Як відносяться первинні, вторинні і третинні спирти до дії окисників (наприклад,  $\text{KMnO}_4$  у кислому середовищі)? Які продукти при цьому утворюються?
2. Що таке проба Лукаса, для чого вона використовується? Напишіть рівняння реакцій наступних спиртів з хлороводнем: а) етанол; б) ізопропанол; в) *трет*-бутанол. У якому випадку реакція буде йти швидше всього, а в якому — повільніше, чому?
3. Що таке реакція естерифікації? Напишіть рівняння реакції естерифікації оцтової кислоти з метанолом, етанолом, бутан-2-олом.
4. Наведіть приклади багатоатомних спиртів. Які їхні відмінності від одноатомних? За допомогою яких реакцій можна розрізнити одно- і багатоатомні спирти?
5. Запропонуйте, за допомогою яких хімічних проб можна відрізнити наступні сполуки: а) циклогексанол і циклогексан; б) пропан-1-ол і 2-пропен-1-ол (аліловий спирт); в) пропан-1,2-діол і пропан-1,3-діол; г) *трет*-бутанол і ізобутанол; д) етанол і гліцерол.
6. Чому фенол взаємодіє з бромною водою, а бензол та етанол – ні?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9 СИНТЕЗ БРОМОЕТАНУ [10, с. 73]



Етиловий спирт ( $d_4^{20}=0,79$ )	40 мл
Калій бромід	60 г
Сульфатна кислота конц. (98%, $d_4^{20}=1,84 \text{ г/см}^3$ )	75 мл

В колбу Вюрца об'ємом 300 мл вливають 40 мл спирту, додають 35 мл води і при постійному перемішуванні і охолодженні повільно приливають 75 мл концентрованої сульфатної кислоти. Суміш охолоджують до кімнатної температури і при перемішуванні додають дрібно розтертий калій бромід. Бромоетан надзвичайно легкий, тому для зменшення втрат за рахунок випаровування його відганяють в крижану воду. Для цього в приймач наливають воду, додають декілька шматочків льоду і занурюють в воду кінець алонжу.

Реакційну суміш нагрівають на азбесті до тих пір, поки в приймач не перестануть переходити маслянисті краплі, що спускаються на дно. Якщо

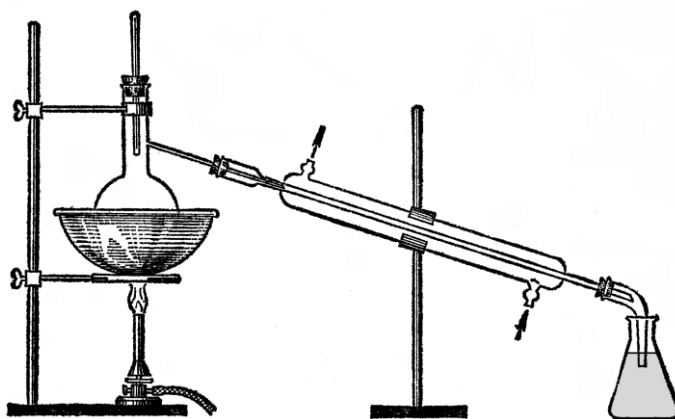


Рис. 2.9. Прилад для отримання бромоетану

реакційна суміш в колбі почне надто спінюватись, то на деякий час припиняють нагрівання.

По закінченні реакції відділяють бромоетан від води за допомогою ділильної лійки, сушать його безводним кальцій хлоридом і переганяють з маленької колби Вюрца, збираючи в приймач, що занурений в охолоджену воду.

Практичний вихід: 45 г (82% від теоретичного).

Т. кип. 38,4 °С;  $n_D^{20}$  1,4239;  $d_4^{20}$  1,4555.

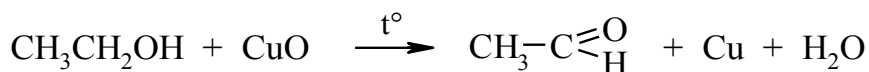
### Контрольні запитання

1. Чому бромистий етил має значно меншу температуру кипіння, ніж етанол (78 °С), хоча молярна маса бромоетану значно більша ніж етанолу?
2. Які побічні процеси можуть проходити при синтезі бромоетану? Які речовини, як домішки, можуть бути присутні у перегнаному бромоетані?
3. При отриманні бромистого етилу він завжди має значні домішки діетилового етеру та етанолу (їх температури кипіння 36 °С та 78 °С відповідно). Запропонуйте, як очистити отриманий продукт від цих домішок.
4. Чому в ході синтезу етилброміду береться значний надлишок сульфатної кислоти (згідно з рівнянням, необхідно брати кількість  $H_2SO_4$ , еквімолярну  $KBr$ , але реагенти беруть у співвідношенні  $KBr:H_2SO_4 = 1:2,8$ )?
5. Поясніть, чому спирт при синтезі етилброміду взаємодіє з  $HBr$  береться в значному надлишку (на 1 моль  $HBr$  – 1,4 моль  $C_2H_5OH$ ).
6. Яким чином якісно довести присутність атомів Броду в отриманому бромоетані?

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 10 АЛЬДЕГІДИ ТА КЕТОНИ

### 1. Отримання альдегіду окисненням спирту

У пробірку наливають 2 – 3 мл етанолу. З мідного дроту роблять спіраль і нагрівають її у полум'ї газового пальника до червоного розпикання (мідь окислюється до купрум (II) оксиду). Розжарену спіраль занурюють у пробірку зі спиртом, яку нещільно прикривають пробкою. Відбувається окиснення спирту до альдегіду та відновлення купрум (II) оксиду до вільної міді.

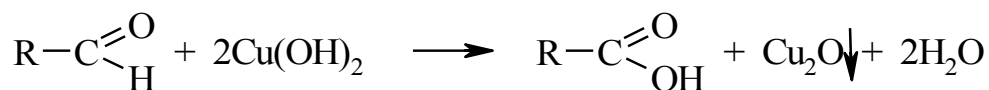


Утворення альдегіду визначають за запахом чи забарвленням безбарвного розчину за допомогою фуксинусульфітної кислоти. При цьому розчин забарвлюється у червоно-фіолетовий колір.

### 2. Окиснення альдегіду до кислоти

а) Купрум (II) гідроксидом. У пробірку наливають 2 – 3 мл розчину оцтового альдегіду, стільки ж 10% розчину  $NaOH$  і додають по краплях 2%

розчин купрум (II) сульфату до появи муті. Суміш нагрівають. З'являється осад купрум (I) оксиду червоного кольору:



Мурашиний альдегід відновлює купрум (I) оксид до металічної міді, утворюючи мідне дзеркало.

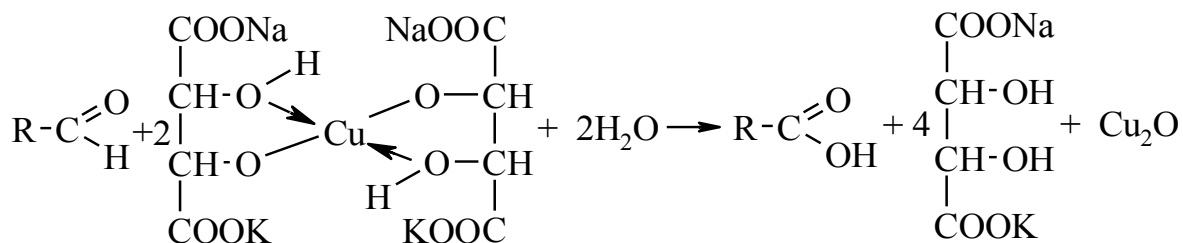
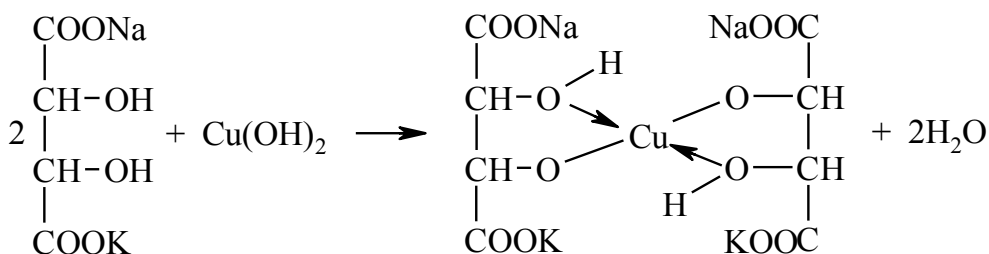
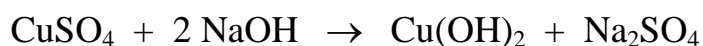
б) Аміачним розчином аргентум (I) гідроксиду (реакція Толленса). Аміачний розчин аргентум (I) гідроксиду окислює альдегід до кислоти:



До 1 мл аміачного розчину аргентум (I) гідроксиду додають декілька крапель ацетальдегіду і обережно нагрівають на водяній бані при 60 – 70 °С. Металеве срібло, яке утворюється при цьому, осідає на стінках посудини у вигляді дзеркального шару (реакція «срібного дзеркала»).

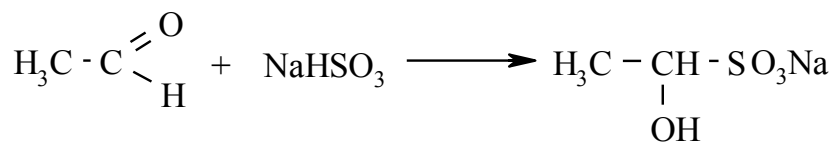
в) Фелінговою рідиною. Приготування реактиву Фелінга: осаджують у пробірці блакитний купрум (II) гідроксид, діючи на розчин купрум (II) сульфату надлишком розведеного розчину NaOH. Після цього додають розчин натрій-калій тартрату. Купрум (II) гідроксид розчиняється, утворюючи темно-синю рідину.

У пробірку вливають 3 – 4 мл свіже виготовленого реактиву Фелінга і додають 1 мл оцтового альдегіду. Реакційну суміш нагрівають. Одразу розчин забарвлюється у зелений, а потім у жовтий колір і, нарешті, випадає купрум (I) оксид червоного кольору.



### 3. Утворення гідросульфідних похідних

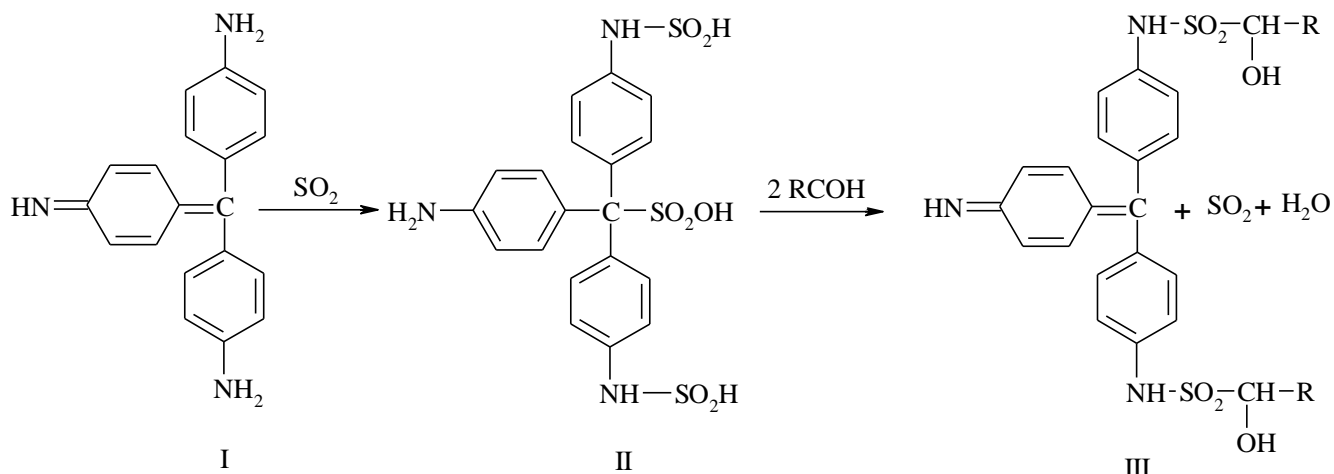
До 5 крапель ацетальдегіду додають 1 мл насиченого розчину натрій гідросульфїту і сильно збовтують суміш. З'являються білі кристали гідросульфїтного похідного:



#### 4. Реакція з фуксиносультитною кислотою

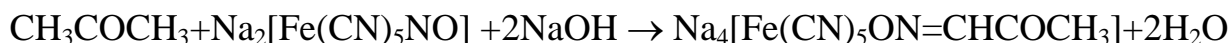
Усі альдегіди та метилкетони ( $\text{CH}_3\text{-CO-R}$ ) дають кольорову реакцію з розчином фуксиносультитної кислоти. До 1 мл фуксиносультитної кислоти додають краплю ацетальдегіду та струшують. З'являється інтенсивне рожево-фіолетове забарвлення.

Для приготування фуксинсультитної кислоти використовують розчин пара-фуксину (формула I), який має червоне забарвлення. До цього розчину додають водний розчин сульфур (IV) оксиду або пропускають газоподібний  $\text{SO}_2$ . При цьому утворюється безбарвна фуксиносультитна кислота (формула II), яка при взаємодії з альдегідами та метилкетонами утворює хіноїдний барвник (формула III) рожево-фіолетового кольору.



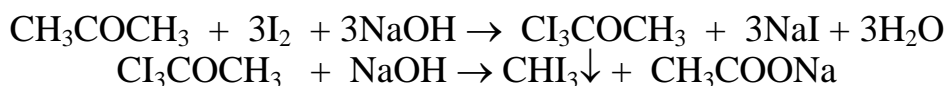
#### 5. Виявлення ацетону за допомогою натрій нітропрусида (проба Легалья)

У лужному середовищі ацетон утворює з натрій нітропрусидом червоне забарвлення. У пробірку вливають 1 мл ацетону, 1 – 2 краплі 1% розчину натрій нітропрусида та декілька крапель 10% розчину  $\text{NaOH}$ . З'являється червоне забарвлення розчину, яке при підкисленні оцтовою кислотою переходить у вишнево-червоне:



#### 6. Утворення йодоформу (йодоформна реакція)

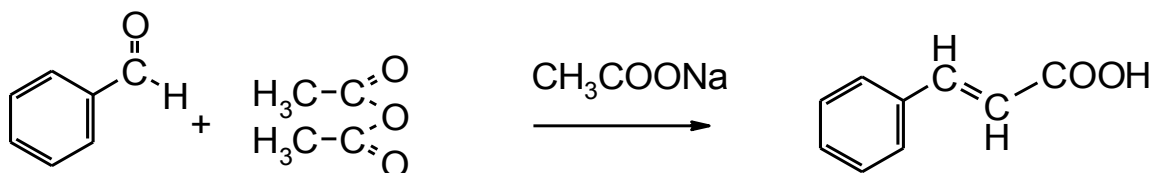
До 1 – 2 мл розведеного розчину речовини, що досліджується (ацетону, ацетальдегіду), додають 1 мл розчину йоду і декілька крапель розчину лугу до зникнення забарвлення. Утворюється жовтий осад йодоформу  $\text{CHI}_3$ , який має характерний запах:



### Контрольні запитання

1. Які якісні реакції використовують для виявлення альдегідів? Яка особливість хімічної поведінки відрізняє їх від кетонів? Напишіть відповідні рівняння реакцій.
2. Яке практичне застосування має реакція з натрій гідросульфідом? Чи всім альдегідам та кетонам властива ця реакція?
3. Які гідрокси- і оксопохідні вуглеводнів можна відкрити за допомогою йодоформної проби? Напишіть схему йодоформної реакції на прикладі бутанону.
4. Чи буде заважати проведенню реакції з реактивом Толленса наявність у молекулі активного атома галогену? Кінцевого потрійного зв'язку?
5. Як готують реактиви Толленса і Фелінга? Які якісні реакції з ними проводять?

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 11 СИНТЕЗ КОРИЧНОЇ (ДИНАМОНОВОЇ) КИСЛОТИ [8, с. 212]



Бензальдегід ( $d_4^{20}=1,05$ )	10 мл
Оцтовий ангідрид ( $d_4^{20}=1,082$ )	15 мл
Натрій ацетат безводний	5,0 г
Натрій гідроксид, хлоридна кислота конц.	

В круглодонну колбу об'ємом 200 мл, обладнану зворотним повітряним холодильником, поміщують бензальдегід, оцтовий ангідрид і натрій ацетат. Занурюють колбу в попередньо розігріту до 180 °С масляну баню і витримують 2 години при цій температурі. Реакційній суміші дають охолонути до 100 °С (температура бані), додають 140 мл 2 н. розчину натрій гідроксиду і з тієї ж колби відганяють з водяною парою непрореагований бензальдегід. До залишку в перегінній колбі додають активоване вугілля і кип'ячать протягом 10–15 хвилин. Реакційну суміш відфільтровують гарячою від вугілля, дають охолонути. В охолодженій до кімнатної температури фільтрат додають концентровану хлоридну кислоту до кислої реакції (близько 30 мл). Кристали коричної кислоти відфільтровують на лійці Бюхнера і сушать на повітрі.

Практичний вихід: ~6 г (41% від теоретичного). Т. пл. 133 °С.

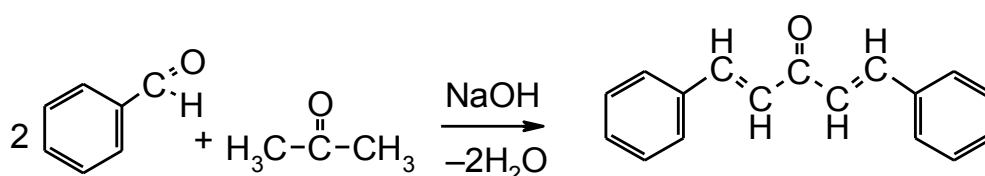
### Контрольні запитання

1. Напишіть схеми якісних реакцій, які підтверджують ненасичений характер коричної кислоти.
2. Поясніть, чому при конденсації Перкіна, на відміну від інших аналогічних

конденсацій (альдольно-кетонова, Кляйзена), як каталізатор використовується не NaOH чи алкоголяти металів, а сіль – натрій ацетат.

3. На яких фізико-хімічних властивостях бензальдегіду ґрунтується його відгонка з реакційної маси з водяною парою? Як можна попередньо перевірити, чи буде якась сполука переганятись з водяною парою?
4. З якою метою перед відгонкою бензальдегіду з реакційної маси при синтезі коричної кислоти додають розчин натрій гідроксиду? Напишіть рівняння відповідної (відповідних) реакції.
5. З якою метою при синтезі коричної кислоти в фільтрат, отриманий після кип'ятіння реакційної маси з активованим вугіллям, додають концентровану хлоридну кислоту? Наведіть відповідне рівняння реакції.

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 12 СИНТЕЗ ДИБЕНЗАЛЬАЦЕТОНУ [8, с. 208-209]



Бензальдегід ( $d_4^{20}=1,05$ )	7,5 мл
Ацетон ( $d_4^{20}=0,79$ )	2,8 мл
Натрій гідроксид	7,5 г
Етанол, етилацетат	

В склянку об'ємом 250 мл, обладнану мішалкою і термометром, наливають охолоджений до кімнатної температури розчин 7,5 г натрій гідроксиду в 75 мл води і 60 мл етилового спирту і занурюють у водяну баню. При температурі суміші 20 – 25 °С (при більш низькій температурі продукт виділяється у вигляді масла) і перемішуванні додають половину об'єму суміші, приготованої з 7,5 мл бензальдегіду і 2,8 мл ацетону; залишок суміші зберігають. Через 2 – 3 хв суміш починає мутніти з утворенням пластівчастого осаду. При надлишку бензальдегіду може утворюватись липкий продукт. Температура суміші не повинна підвищуватись, тому що при температурі вище 30 °С йде побічна реакція, що знижує вихід продукту. Через 15 хв перемішування приливають залишок суміші бензальдегіду і ацетону. Склянку, в якій знаходилась суміш, ополіскують невеликою кількістю спирту і приливають в реакційну масу. Реакційну суміш перемішують ще 30 хвилин. Жовтий кашкоподібний осад дибензальацетону відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають дистильованою водою і сушать між листами фільтрувального паперу.

Практичний вихід: 7 г (81% від теоретичного). Для отримання чистого продукту дибензальацетон перекристалізують із етилацетату або ацетону.

Дибензальацетон – кристалічна речовина жовтого кольору, кристалізується з ацетону у вигляді пластинок, розчинний в хлороформі, ацетоні, мало розчинний в етері, спирті, нерозчинний у воді. Т. пл. 112 °С, при перегонці розкладається.

### Контрольні запитання

1. Яку роль в цій реакції виконує натрій гідроксид? Наведіть механізм реакції, що відбувається. Як називають реакції такого типу?
2. Для прискорення сушіння дибензальацетону продукт на фільтрі можна промити спочатку водою, а потім — невеликою кількістю спирту. Чи можна замість спирту (т. кип. 78 °С) промити продукт ацетоном (т. кип. 56 °С) або етером (т. кип. 36 °С)?
3. Яка побічна реакція відбувається при температурі >30 °С?
4. Яка речовина береться в надлишку в цьому синтезі? Чому?
5. Чому непрореагований бензальдегід не відганяють з водяною парою, як це робили в синтезі коричної кислоти за Перкіним?
6. Чи будуть відбуватись якісь перетворення з бензальдегідом при дії концентрованого розчину натрій гідроксиду? Якщо так, то напишіть рівняння цієї реакції і вкажіть умови, при яких вона можлива.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 13 КАРБОНОВІ КИСЛОТИ

### 1. Реакція з натрій гідрокарбонатом

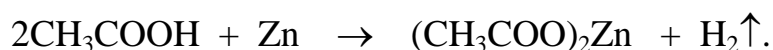
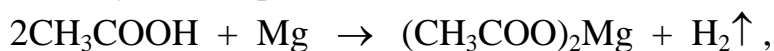
Карбоніві кислоти реагують з натрій гідрокарбонатом, при цьому виділяється CO<sub>2</sub>:



У пробірку вливають 1 мл розчину натрій гідрокарбонату і 5 крапель оцтової кислоти. Спостерігають виділення CO<sub>2</sub>.

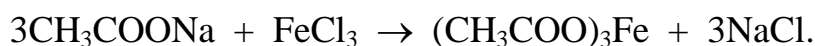
### 2. Утворення солей карбонових кислот

а) Взаємодія кислот з металами. У дві пробірки вливають по 2-3 мл розведеної оцтової кислоти. В одну додають шматочок магнієвої стружки, в другу – шматочок цинку, спостерігають виділення водню:



Якщо з цинком реакція відбувається повільно, то реакційну суміш нагрівають.

б) Взаємодія солей карбонових кислот з солями мінеральних кислот. До 3 мл розчину натрій ацетату додають 2 – 3 мл 2 % розчину ферум (III) хлориду. Утворюється сіль ферум (III) ацетату, яка забарвлена у червоно-бурий колір:



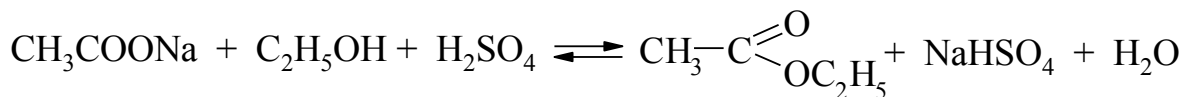


Якщо цей розчин прокип'ятити, то утворюється основна сіль, яка випадає у вигляді осаду червоно-бурого кольору:



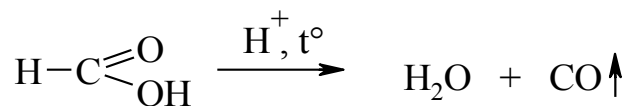
### 3. Утворення естерів

У суху пробірку вміщують 0,1 – 0,2 г натрій ацетату та 3 – 5 крапель етанолу. Додають 2 краплі конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та нагрівають. З'являється приємний запах етилацетату:

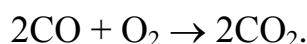


### 4. Досліди з мурашиною кислотою

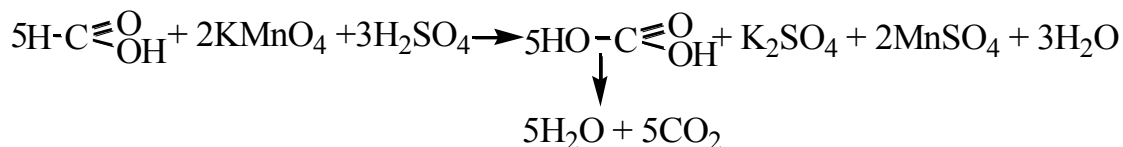
а) Розкладання мурашиної кислоти. У пробірку з газовідвідною трубкою вливають 2 мл мурашиної кислоти, додають 1 – 2 мл конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та нагрівають:



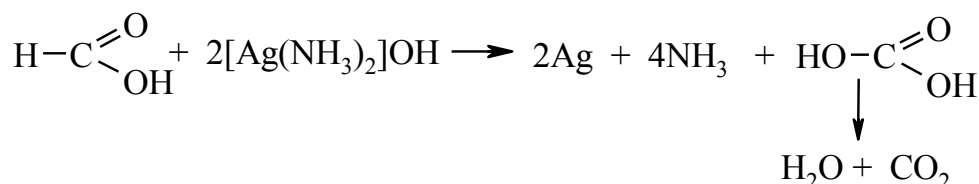
При підпалюванні карбон (II) оксид згоряє блакитним полум'ям до карбон (IV) оксиду:



б) Окиснення мурашиної кислоти  $\text{KMnO}_4$ . У пробірку з газовідвідною трубкою вливають 2 – 3 мл мурашиної кислоти, додають 2 мл 10% розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та 4 – 5 мл 5% розчину  $\text{KMnO}_4$ . Реакційну суміш нагрівають, вона знебарвлюється, а газ, що виділяється, можна пропустити через вапняну воду, спостерігаючи утворення осаду  $\text{CaCO}_3$ :

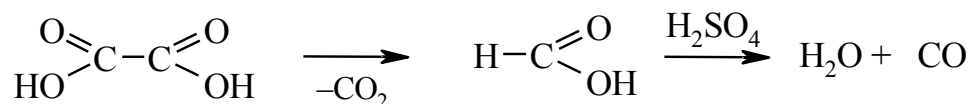


в) Відновлення аміачного розчину аргентум (I) гідроксиду. До 2 – 3 мл свіжовиготовленого аміачного розчину аргентум (I) гідроксиду додають ~1 мл мурашиної кислоти, нагрівають. Випадає чорний осад металевого срібла:



### 5. Розкладання щавлевої кислоти при нагріванні

Нагрівають у пробірці з газовідвідною трубкою 1 – 2 г щавлевої кислоти. Карбон (IV) оксид, що утворюється, пропускають крізь розчин вапняної води:

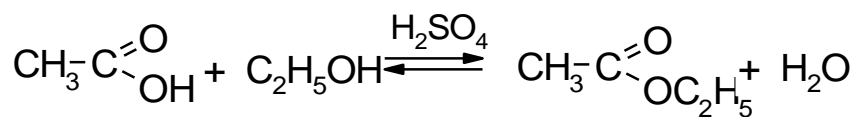


Потім виймають трубку з рідини, додають 1 – 2 мл конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та, продовжуючи нагрівання, підпалюють газ, який виділяється ( $\text{CO}$ ), біля отвору трубки. Він горить характерним блакитним полум'ям.

### Контрольні запитання

1. Яка роль сульфатної кислоти в реакції естерифікації? Чому не можна застосовувати надлишок сульфатної кислоти?
2. Чим відрізняється мурашина кислота від її гомологів? Наведіть рівняння відповідних реакцій.
3. Чому при естерифікації мурашиної кислоти (а також щавлевої) не потрібно додавати мінеральні кислоти?
4. За допомогою яких реакцій можна розпізнати наступні речовини: а) мурашину і оцтову кислоти; б) етилацетат і бутанову кислоту; в) акрилову та пропанову кислоти; г) етилформіат та метилацетат; д) ізомасляну та 2,2-диметилпропанову кислоти; е) щавлеву та малонову кислоти?
5. Які хімічні властивості притаманні карбоновим кислотам? З якими класами сполук вони реагують, в які типи реакцій вступають?

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 14 СИНТЕЗ ЕТИЛАЦЕТАТУ [10, с.162]



Етиловий спирт ( $d_4^{20}=0,79$ )	22,5 мл
Оцтова кислота ( $d_4^{20}=1,05$ )	20 мл
Сульфатна кислота конц. (98%, $d_4^{20}=1,84$ )	2,5 мл
Натрій карбонат, 5% розчин	50 мл
Кальцій хлорид насичений розчин	50 мл

**Увага! Роботу проводять у витяжній шафі!**

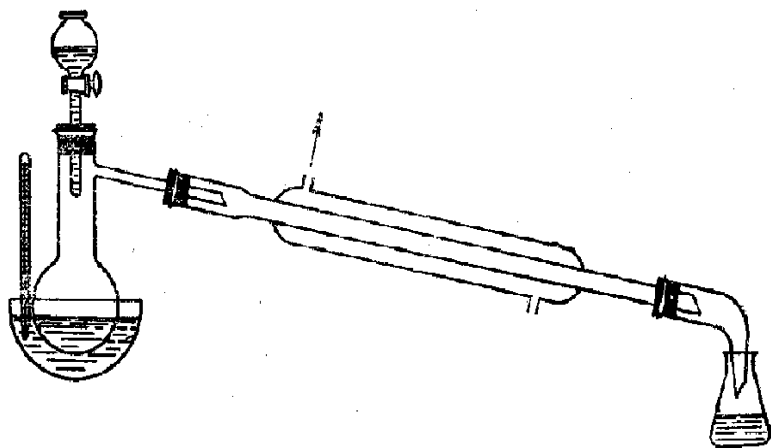


Рис. 2.10. Прилад для отримання етилацетату

У колбу Вюрца об'ємом 100 мл вміщують 3 мл етанолу і 2,5 мл концентрованої сульфатної кислоти. Колбу обладнують краплинною лійкою, а відповідний відросток колби з'єднують із низхідним холодильником, оснащеним алонжем і приймачем. Колбу поміщають на масляну баню і нагрівають до  $140\text{ }^\circ\text{C}$ . За допомогою краплинної лійки повільно доливають суміш 20 мл

льодяної оцтової кислоти і 20 мл етилового спирту з такою ж швидкістю, з якою відганяється етилацетат, що утворюється. Отриманий етилацетат переносять у ділильну лійку і для видалення оцтової кислоти, що не прореагувала, промивають 5% розчином натрій карбонату до нейтрального середовища верхнього шару за універсальним індикаторним папером. Потім відокремлюють нижній шар, а верхній естеровий шар струшують з 50 мл насиченого розчину кальцій хлориду для видалення спирту, який не прореагував. Після розділення шарів у ділильній лійці естеровий шар переносять у конічну колбу об'ємом 100 мл, сушать безводним кальцій хлоридом (~10 г), відфільтровують через складчастий фільтр у колбу Вюрца, з'єднану з холодильником (рис. 2.10), і переганяють на водяній бані, збираючи фракцію, що кипить при 75 – 79 °С.

Практичний вихід: ~20 г (65% від теоретичного).

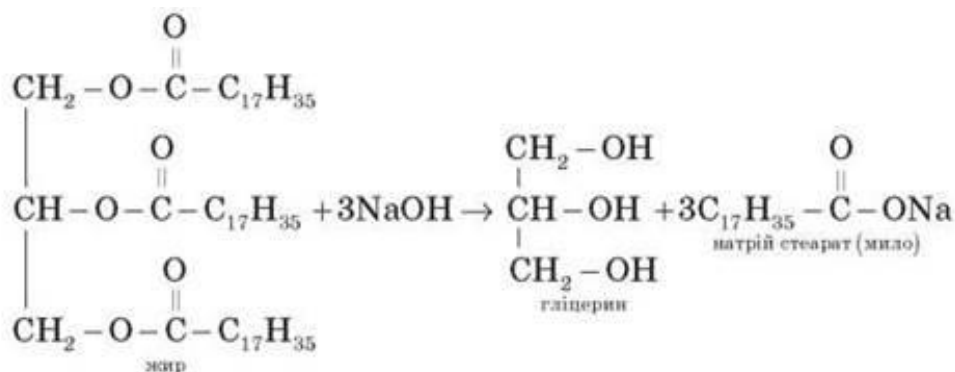
Етилацетат (етиловий естер оцтової кислоти) – безбарвна рідина з приємним запахом. Змішується з багатьма органічними розчинниками: етиловим спиртом, бензолом, хлороформом, обмежено розчиняється у воді;

Т. кип. 77 °С;  $n_D^{20}$  1,3721;  $d_4^{20}$  0,902.

### Контрольні запитання

1. Наведіть схему і механізм одержання етилацетату, виходячи з оцтової кислоти та етилового спирту. Яка роль сульфатної кислоти в реакції естерифікації?
2. Поясніть, чому синтез етилацетату ведеться протягом тривалого часу з безперервною відгонкою отриманого продукту.
3. Чому для нейтралізації кислоти, що не прореагувала, використовують розчин соди, а не луку?
4. Як у синтезі етилацетату видаляють залишок спирту, що не прореагував?
5. Чому не можна вести синтез етилацетату при температурі вище 140 °С? Які продукти (продукт) утворюються в цьому випадку? Напишіть рівняння відповідних реакцій.

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 15 ОТРИМАННЯ МИЛА [11, с. 548-549]



Смалець (свинячий жир)	90 г
Кокосове масло	10 г
Натрій гідроксид	13,6 г
Вода, натрій хлорид	

Мило – суміш натрієвих солей вищих (жирних) карбонових кислот. Процес отримання мила – реакція омилення або лужного гідролізу жирів. Для приготування мила можна використовувати різні жири, але потрібно пам'ятати, що кількість натрій гідроксиду, що необхідна для реакції, визначається числом омилення певного жиру – кількістю міліграмів натрій гідроксиду, необхідного для омилення 1 г цього жиру. Це число визначають аналітично. Середні числа омилення наведені нижче.

Жир	Число омилення, мг NaOH / 1 г жиру
Баранячий жир	138 – 143
Свинячий жир	139 – 140
Кокосове масло	181,4 – 188,2
Пальмова олія	140 – 146,8
Касторова олія	125,7 – 130,7
Арахісове масло	132,5 – 140,7

Тваринний жир з 10% добавкою кокосового масла дає мило високої якості, яке добре піниться і не розм'якшується в воді. Користуючись наведеними значеннями чисел омилення, можна розрахувати, що для омилення суміші з 90 г свинячого жиру і 10 г кокосового масла знадобиться  $90 \times 139 + 10 \times 181,4 = 14324$  мг = 14,324 г натрій гідроксиду. Необхідну кількість лугу для кожного синтезу розраховують за цим прикладом після зважування жирів. Зазвичай жир беруть в надлишку, залишаючи частину його неомиленим. Це так званий Superfat або Пережир – та кількість масел, які не будуть вступати в реакцію з лугом і залишаться в милі в якості зволожуючих і пом'якшуючих складових. Для туалетного мила відсоток пережиру зазвичай становить 5 – 8%, для господарчого – 0 – 3%. Виберемо мило з відсотком пережиру 5%, тому маса натрій гідроксиду складе  $14,324 \text{ г} \times 0,95 = 13,6 \text{ г}$ .

**Проведення реакції:** У хімічний стакан або порцеляновий посуд об'ємом не менше 0,5 л (такий об'єм необхідний, тому що при омиленні суміш може пінитися) поміщають ~90 г свинячого жиру і ~10 г кокосового масла і нагрівають на електроплитці спершу до повного розплавлення, а потім до температури 80 °C і, сильно перемішуючи склянкою паличкою або дерев'яною лопаткою, потроху доливають 41 мл 33% розчину натрій гідроксиду (готують заздалегідь розчиненням 13,6 г натрій гідроксиду в 28 мл води). Після закінчення додавання лугу суміш перемішують, не припиняючи нагрівання протягом 1,5 – 2 годин до тих пір, поки при стіканні мила з лопатки не стане утворюватися нитка, а мило не буде застигати на лопатці в однорідну прозору масу. Нагрівати суміш потрібно обережно, на малому вогні при сильному перемішуванні, тому що мило легко пригорає. Воду, яка випаровується в процесі варіння мила, необхідно поповнювати, доливаючи періодично відповідну кількість киплячої води. Для того, щоб контролювати втрати води при випаровуванні, реакційну посудину можна періодично зважувати.

Після завершення омилення мило має містити близько 0,35% вільного натрій гідроксиду. При недостатній кількості лугу відбувається неповне

омилення жиру, отримане мило погано піниться і через деякий час набуває неприємного запаху згірклого жиру. У разі надлишку лугу мило виходить крихким і може викликати ураження шкіри.

Кількість вільного лугу в милі визначають аналітично, титруючи 1 – 2 г мила, розчиненого в 10 – 20 мл спирту, 0,1 н розчином кислоти в присутності фенолфталеїну. У разі надлишку лугу необхідно додати відповідну кількість жиру. У разі нестачі лугу необхідно додати невелику кількість 30% розчину натрій гідроксиду і знову варити при перемішуванні 20 – 30 хвилин, після чого зробити наступну пробу титруванням. На цій стадії мило має бути набагато більше лужним, ніж це допустимо для готового продукту (0,35% вільного натрій гідроксиду). Надлишок лугу видаляють під час висолювання, а сліди натрій гідроксиду, що залишилися, поступово переходять в карбонат під час сушіння мила. Готовий продукт не повинен містити більше ніж 0,03% натрій гідроксиду і 0,04% натрій карбонату.

Переконавшись в закінченні реакції омилення (вміст вільного натрій гідроксиду 0,35% за допомогою титрування, мильна маса щільна, густа, блискуча, з мармуровим або перламутровим малюнком, індикаторний папір показує рН не вище 8) не припиняючи нагрівання, приступають до висолювання, додаючи до суміші при сильному перемішуванні 40 мл гарячого концентрованого розчину кухонної солі (14 г солі в 40 мл води), після чого посудину закривають і залишають на ніч. Через 15 хвилин однорідна маса повинна розшаруватися. Якщо розшарування не відбувається, потрібно додати ще невелику кількість концентрованого розчину кухонної солі і проварити масу. На наступний день отримане мило відокремлюють від підмильного розчину, ріжуть на шматки і сушать.

Вихід: 100%. Отримане таким чином мило називають ядровим. Воно являє собою тверде тіло жовтуватого кольору, при нагріванні розм'якшується, розчиняється в воді і спирті.

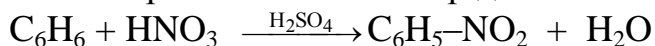
### **Контрольні запитання**

1. Що називають милом? З чого воно складається?
2. Які види мила бувають?
3. З якої сировини отримують мило?
4. Поясніть миючі властивості мила.
5. Що називають числом омилення? Як його визначають?
6. Що називають «висолюванням»? Як і навіщо його проводять?
7. Напишіть механізм реакції омилення на прикладі реакції трипальмітат гліцерину з натрій гідроксидом.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 16 НІТРОГЕНОВМІСНІ ОРГАНІЧНІ СПОЛУКИ

### 1. Добування нітробензолу

У пробірку до охолодженої нітруючої суміші приливають по краплях при постійному збовтуванні 1 мл бензолу, добре струшують протягом 5 хв. Вміст пробірки виливають у 10 – 15 мл води. Нітробензол падає на дно склянки у вигляді важкої маслянистої краплі. Він має своєрідний запах гірко мигдалю:

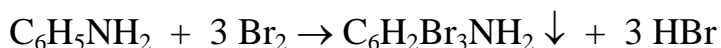


### 2. Досліди з аніліном

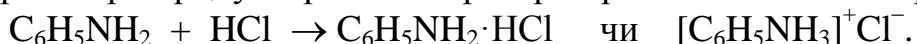
а) Реакція з хлорним вапном. Водний розчин аніліну з хлорним вапном утворює фіолетове забарвлення. До 1 – 2 мл водного розчину аніліну додають декілька крапель відфільтрованого водного розчину вапна. З'являється фіолетове забарвлення, яке переходить у брудно-фіолетове.

б) Реакція з хромовою сумішшю. До 1 – 2 мл водного розчину аніліну додають декілька крапель хромової суміші. Внаслідок реакції окиснення спостерігається поява синьо-чорного або зелено-чорного забарвлення, яке переходить у чорне (утворюється аніліновий чорний барвник).

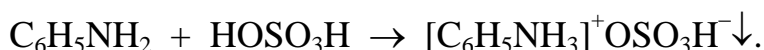
в) Взаємодія аніліну з бромною водою. До 2 – 3 мл водного розчину аніліну додають по краплях бромну воду. Зникає забарвлення бромної води і з'являється осад 2,4,6-триброманіліну:



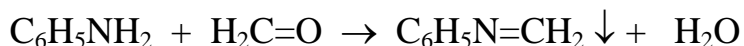
г) Взаємодія аніліну з мінеральними кислотами. У дві пробірки наливають по 0,5 мл аніліну. До однієї додають 10% розчин HCl, до другої – 10% розчин H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. У першій пробірці утворюється прозорий розчин аніліній хлориду:



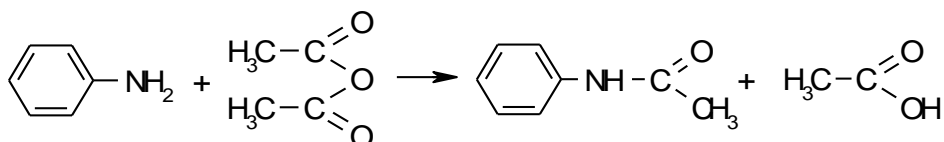
У другій пробірці випадає білий осад важкорозчинної кислій сульфатної солі аніліну:



д) Реакція конденсації аніліну с формальдегідом. Анілін легко вступає у реакцію конденсації з формальдегідом. До 2 – 3 мл водного розчину аніліну додають такий самий об'єм формальдегіду. При збовтуванні поступово утворюється білий осад – основа Шифа:



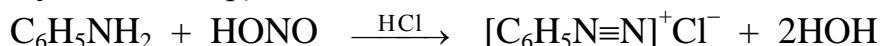
е) Реакція ацилювання. У пробірці змішують 3 мл води і 11 мл чистого аніліну, додають 1 мл оцтового ангідриду і суміш збовтують. Нагрівають до кипіння і вміст пробірки виливають у стакан з 5 – 6 мл води. Випадає кристалічний осад ацетаніліду:



Ацетанілід раніше використовували у медицині в як жарознижуючий засіб; використовується для синтезу стрептоциду.

### 3. Реакція діазотування

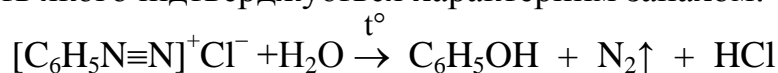
У невеликій конічній колбі готують розчин аніліній хлориду з 1 мл аніліну і 10 мл 10% HCl до повного розчинення аніліну. Розчин охолоджують сумішшю снігу із сіллю до 5 °С. Не виймаючи колби з охолоджуваючої суміші, приливають по краплях при перемішуванні 1,5 – 2 мл 10% розчину NaNO<sub>2</sub>. Закінчення реакції визначають по посинінню йодокрахмального паперу (при надлишку нітритної кислоти виділяється вільний йод, внаслідок чого крохмаль забарвлюється у синій колір):



Одержаний розчин зберігають для наступних дослідів.

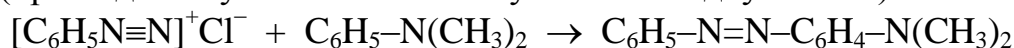
### 4. Добування фенолу з солі фенілдіазонію

Декілька мл розчину солі діазонію обережно нагрівають у пробірці до початку виділення азоту, яке продовжується далі без нагрівання. Утворюється фенол, присутність якого підтверджується характерним запахом:



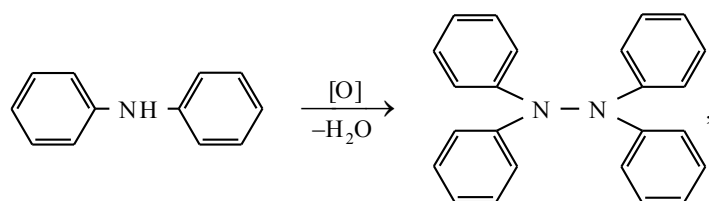
### 5. Реакція азосполучення. Добування анілінового жовтого (диметиламіноазобензолу)

У пробірку наливають 0,5 мл диметиланіліну, 3 – 4 мл води і по краплях додають 10% HCl до повного розчинення. Суміш охолоджують і додають 3 – 4 мл розчину солі хлориду фенілдіазонію, який отримано у досліді 3, а після цього 2 – 3 мл насиченого розчину натрій ацетату для нейтралізації хлоридної кислоти (при надлишку кислоти азосполучення не відбувається):



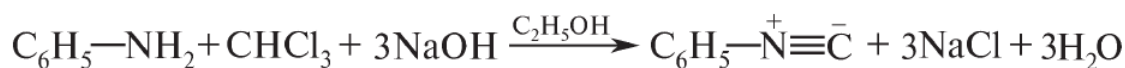
### 6. Якісна реакція на дифеніламін

У пробірку вміщують декілька кристаликів дифеніламіну, додають приблизно 1 мл конц. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> і одну краплю розведеного розчину HNO<sub>3</sub>. Спостерігається поява синього забарвлення внаслідок окиснення дифеніламіну у тетрафенілгідразин:



який утворює з конц. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> синє забарвлення. Ця реакція використовується у аналітичній хімії для відкриття іона NO<sub>3</sub><sup>-</sup>.

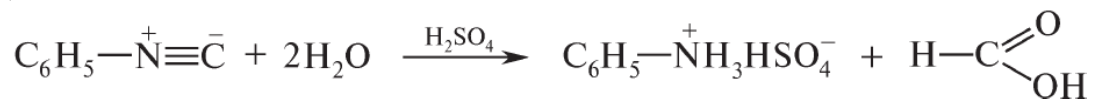
### 7. Ізонітрильна проба





У пробірку вміщують 1 краплю аніліну, 2 – 3 краплі 10% розчину натрій гідроксиду, 2 краплі хлороформу і 10 крапель етанолу. При повільному нагріванні суміші до початку кипіння з'являється характерний, неприємний запах ізонітрилу:

Далі ізонітрил потрібно гідролізувати. У пробірку додають 1 мл 10% розчину сульфатної кислоти і кип'яють суміш до зникнення характерного запаху:

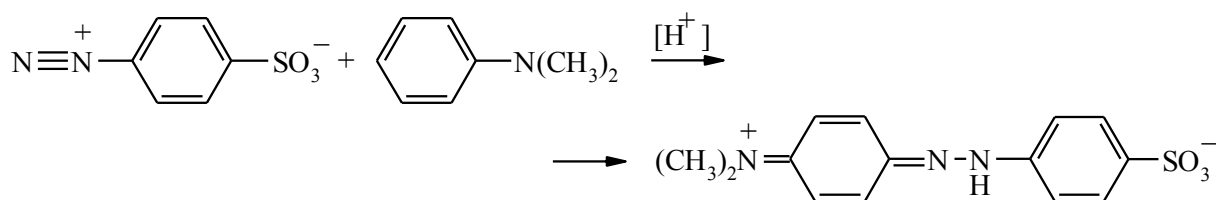
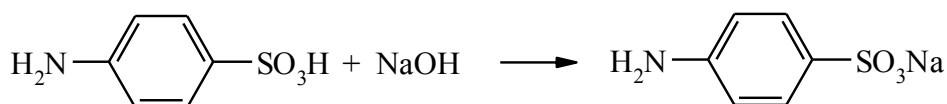
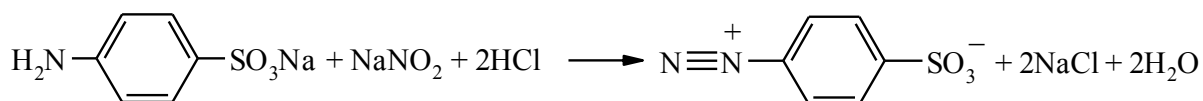


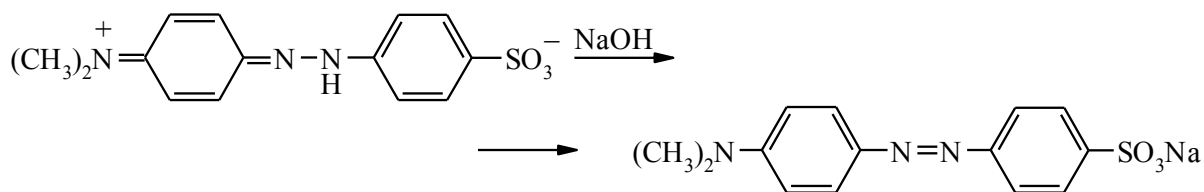
### Контрольні запитання

1. Якими хімічними реакціями можна відрізнити первинні, вторинні і третинні нітросполуки? Напишіть відповідні рівняння реакцій з ізомерними нітробутанами.
2. Вкажіть, які з наведених сполук будуть розчинятися у водному розчині натрій гідроксиду: а) 2-метил-2-нітропентан; б) 1-нітро-4-етилгептан; в) 2,2-диметил-3-нітрогексан. Відповідь поясніть. Напишіть відповідні рівняння реакцій.
3. Порівняйте відношення наступних сполук до дії нітритної кислоти: а) метиламін; б) диметиламін; в) триметиламін; г) нітроетан; д) 2-нітропропан; е) 2-метил-2-нітропропан. Напишіть відповідні рівняння реакцій.
4. Як первинні аміни взаємодіють з хлороформом в присутності спиртового розчину лугу? Напишіть схему реакції на прикладі етиламіну та наведіть її механізм. Як називається ця реакція в органічній хімії і де використовується?
5. Напишіть відповідні рівняння реакцій, за допомогою яких можна відрізнити наступні сполуки: а) диметиламін і триметиламін; б) пропан-1-амін і 1-нітропропан; в) 2-нітробутан і бутан-2-амін; г) 1-нітробутан і 2-нітробутан; д) ізопропіламін та діетиламін.

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 17

#### СИНТЕЗ МЕТИЛОРАНЖУ [9, с. 119]





Кислота сульфанілова	2,5 г
N,N-Диметиланілін свіжоперегнаний ( $d_4^{20}=0,956$ )	2,6 мл
Натрій нітрит	1 г
Кислота хлоридна, 5% розчин	31 мл
Натрій гідроксид, 5% розчин	10 мл

У склянці об'ємом 50 мл розчиняють 2,5 г сульфанілової кислоти у 6 мл 5% розчину натрію гідроксиду. До отриманої суміші додають розчин 1 г натрій нітриту в 12 мл води. Реакційну суміш охолоджують у кристалізаторі з льодом до температури 0 – 5 °С, а потім при інтенсивному перемішуванні доливають 6 мл охолодженого (~1 – 2°С) 5% розчину хлоридної кислоти. Після зливання розчинів середовище повинне мати кислу реакцію за індикатором конго червоним. Діазобензолсульфонат, що утворився (внутрішня сіль діазотованої сульфанілової кислоти), виділяється у вигляді осаду.

До розчину солі діазонію додають при перемішуванні охолоджений розчин, отриманий при розчиненні 2,6 мл N,N-диметиланіліну в 25 мл 5% розчину хлоридної кислоти. Реакційну суміш витримують на холоді протягом 1 год, потім підлюговують 5% розчином натрій гідроксиду до слаболужної реакції за універсальним індикаторним папером. Натрієва сіль барвника виділяється у вигляді оранжево-жовтих листочків. Осад відфільтровують через 1,5 – 2 год і сушать.

Практичний вихід: ~4 г (85%).

Метилловий оранжевий (геліантин, натрій 1-(n-диметиламінофенілазо)-4-бензолсульфонат) — кристалічна речовина оранжевого кольору. Добре розчинний у воді, нерозчинний у спирті. Є кислотно-основним індикатором: у лужному середовищі має жовте забарвлення, у нейтральному — оранжеве, у кислому — червоне. Т. пл. > 300 °С.

### Контрольні запитання

1. Чому для отримання із сульфанілової кислоти відповідної солі діазонію використовують не саму сульфанілову кислоту, а її сіль?
2. Поясніть, чому азосполучення з амінами проводять у слабкокислому середовищі.
3. З якою метою в реакції азосполучення використовують надлишок азоскладової компоненти?
4. Поясніть, чому реакцію азосполучення солі діазонію, отриманої на основі сульфанілової кислоти, ведуть не з чистим N,N-диметиланіліном, а з N,N-диметиланіліном, підкисленим певною кількістю 2 н. розчину хлоридної

кислоти. Що буде, якщо додати таку ж кількість концентрованої хлоридної кислоти?

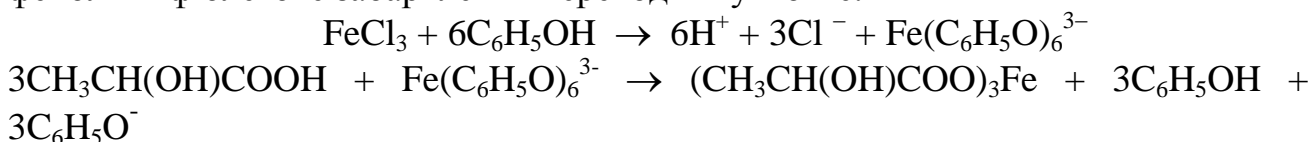
5. Наведіть взаємоперетворення метилоранжу залежно від рН середовища.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 18 ГІДРОКСИКИСЛОТИ

### 1. Якісна реакція $\alpha$ -гідроксикислот з ферум (III) хлоридом

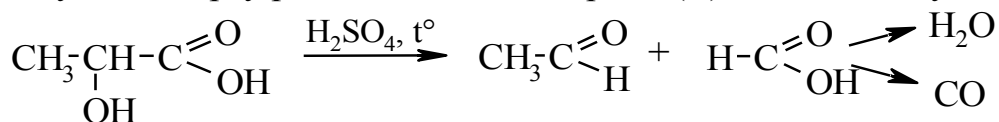
У дві пробірки вливають по 0,5 мл розчину ферум (III) хлориду і додають по одній краплі розчину фенолу. Розчин у пробірках забарвлюється у темно-фіолетовий колір. До однієї пробірки додають 2 мл розчину молочної кислоти, а до другої – стільки ж оцтової кислоти. Пробірка з молочною кислотою забарвлюється в яскраво-жовтий колір, інколи з зеленим відтінком, який є характерним для  $\alpha$ -гідроксикислот. Оцтова кислота такого забарвлення не утворює.

Вихідний колір ферум (III) хлориду є коричнево-жовтим, тому для більш чіткого переходу забарвлення доцільно застосовувати фіолетовий розчин, який містить ферум (III) фенолят.  $\alpha$ -Гідроксикислота, зв'язуючи ферум (III), руйнує фенолят і фіолетове забарвлення переходить у жовте.



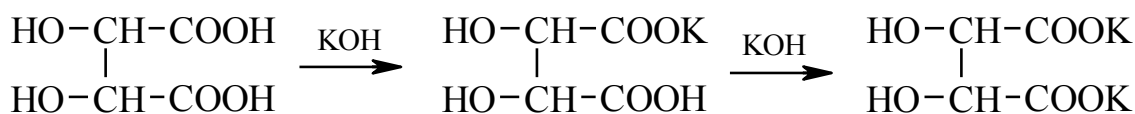
### 2. Розкладання молочної кислоти при нагріванні з $\text{H}_2\text{SO}_4$

У пробірку вливають 2 мл молочної кислоти і 3 мл конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , закривають пробкою з газовідвідною трубкою. Реакційну суміш нагрівають до кипіння. Молочна кислота розкладається на оцтовий альдегід та мурашину кислоту, яка у свою чергу розкладається на карбон (II) оксид та воду:



### 3. Утворення кислої та середньої калієвих солей винної кислоти

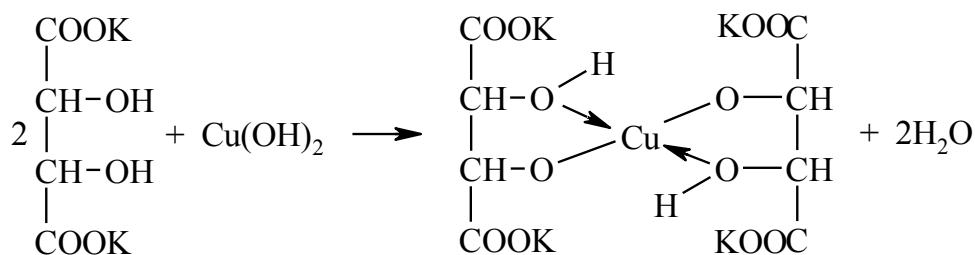
До 1 мл водного розчину винної кислоти додають краплю розчину фенолфталеїну і приливають по краплях, постійно збовтуючи, розчин KOH. Випадає густий кристалічний осад. Якщо далі додавати луг, то осад поступово розчиняється, а в лужному середовищі зовсім зникає. До частки одержаного розчину додають по краплях розведену сульфатну кислоту – знову з'являється осад або муть, яка зникає, якщо знову додати кислоти. При нейтралізації винної кислоти спочатку утворюється кисла, а потім середня сіль. Кисла сіль малорозчинна у воді.



Розчин середньої виннокислої солі використовують для наступного дослідів.

#### 4. Взаємодія калієвої солі винної кислоти з купрум (II) гідроксидом

Осаджують у пробірці купрум (II) гідроксид, діючи на розчин мідного купоросу незначним надлишком розчину лугу. Після цього додають розчин виннокислої солі. Купрум (II) гідроксид розчинюється і утворюється темно-синій розчинний комплекс купруму. Ця реакція лежить в основі приготування Фелінгової рідини.



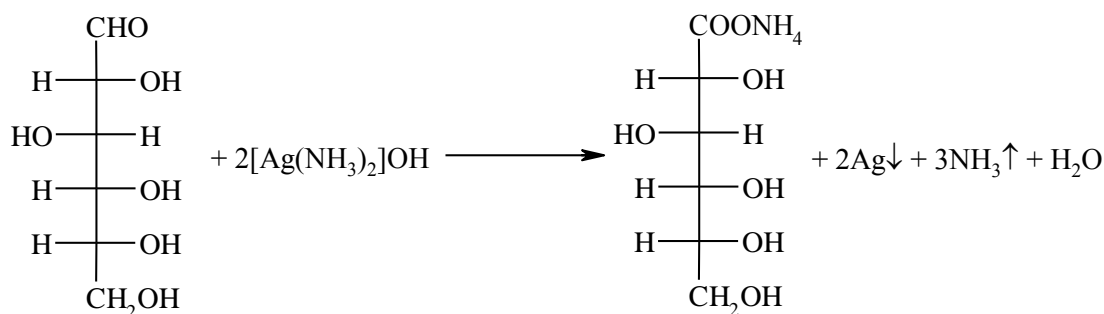
#### Контрольні запитання

1. За допомогою яких реакцій можна розпізнати наступні речовини: а) гліколеву та оцтову кислоти; 2) молочну та саліцилову кислоти?
2. Як довести наявність двох карбоксильних груп у молекулі винної кислоти?
3. Як довести наявність двох віцинальних гідроксильних груп у молекулі винної кислоти?
4. Як довести наявність фенольної ОН групи в молекулі саліцилової кислоти?
5. Які продукти утворюються при нагріванні  $\alpha$ -,  $\beta$ - і  $\gamma$ -гідроксивалеріанових кислот? Назвіть їх, напишіть рівняння відповідних реакцій.

### ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 19 ВУГЛЕВОДИ

#### 1. Взаємодія вуглеводів з аміачним розчином аргентум (I) гідроксиду

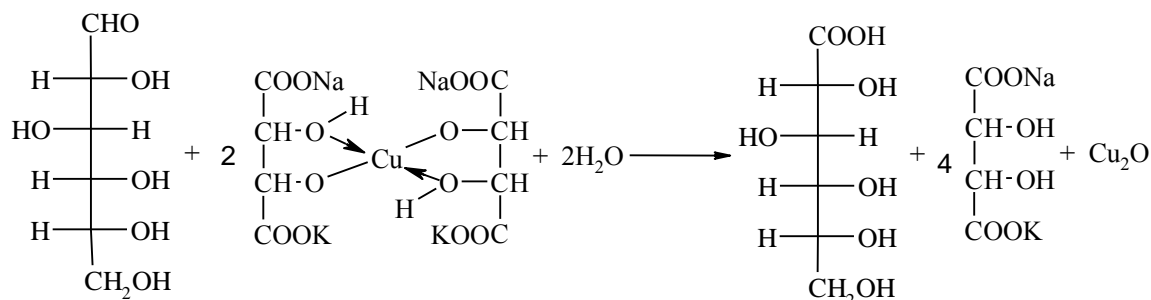
До 1 мл 1 – 2% розчину глюкози додають 1 мл аміачного розчину аргентум (I) гідроксиду, пробірку вміщують на кілька хвилин у гарячу воду. Якщо пробірка була чиста, то металеве срібло, яке виділяється при окисненні глюкози, осаджується на стінках пробірки у вигляді дзеркального шару (реакція «срібного дзеркала»), у іншому випадку випадає чорний осад:



#### 2. Реакція глюкози з Фелінговою рідиною

У пробірку вливають 1 – 2 мл Фелінгової рідини, додають 1% розчин глюкози, нагрівають у полум'ї газового пальника. Спостерігається зміна

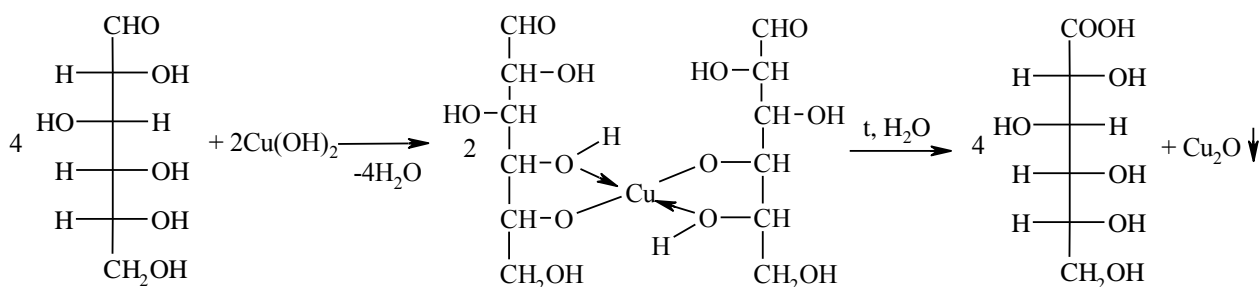
забарвлення рідини, виділення жовтого осаду купрум (I) гідроксиду, який переходить у червоний осад купрум (I) оксиду; глюкоза окислюється в глюконову кислоту. Рідину Фелінга, як і аміачний розчин аргентум (I) гідроксиду, використовують для виявлення альдегідної групи в вуглеводах.



### 3. Взаємодія глюкози з купрум гідроксидом (проба Троммера)

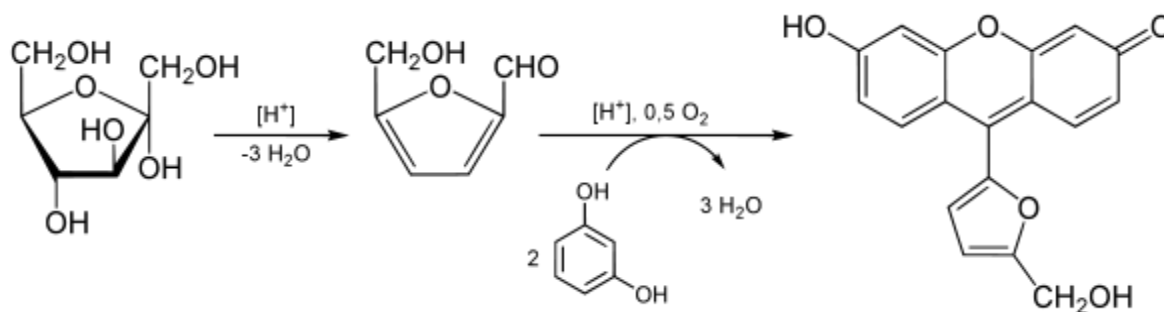
До 2 – 3 мл розчину глюкози додають 1 мл розведеного розчину NaOH та 2 – 3 краплі розчину CuSO<sub>4</sub>. Осад купрум (II) гідроксиду, який виділяється, при струшуванні розчиняється, а рідина забарвлюється в інтенсивний синій колір. При цьому глюкоза, яка містить у своєму складі гідроксильні групи, розташовані поряд, утворює з купрум (II) гідроксидом комплексні сполуки, розчинні в лугах.

Обережно нагрівають у полум'ї пальника верхню частину рідини до початку кипіння і спостерігають зміну забарвлення розчину – глюкоза окислюється в глюконову кислоту.



### 4. Реакція Селіванова на кетози

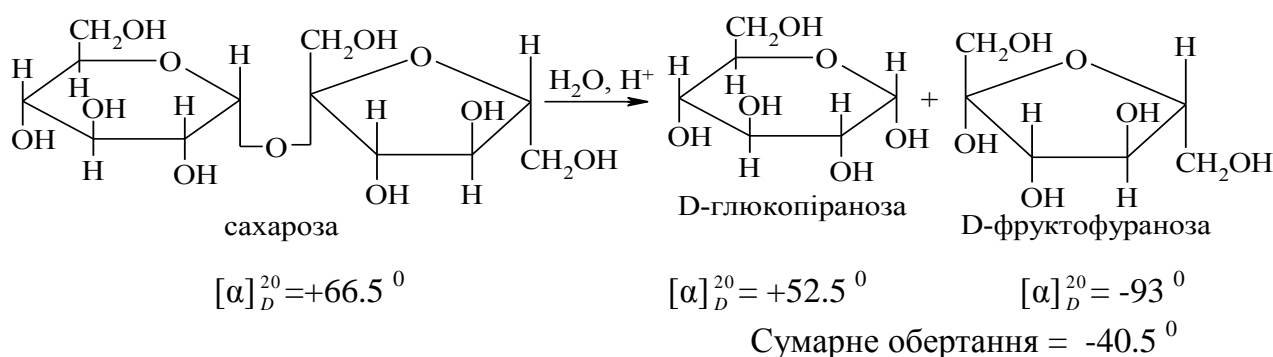
Характерною реакцією на кетогексози є утворення червоного забарвлення при нагріванні їх з хлоридною кислотою в присутності резорцину. Реактив Селіванова – розчин 0,001 г резорцину в суміші 10 мл води та 10 мл HCl. До 2 – 3 мл розчину фруктози приливають 2 мл реактиву Селіванова і нагрівають на водяній бані. У ході реакції при нагріванні кетогексоз із хлоридною кислотою утворюється 5-гідроксиметилфурфурол, який конденсується з резорцином з утворенням забарвленого в червоний колір продукту:



Кетози в умовах досліду перетворюються в 5-гідроксиметилфурфурол у 15 – 20 разів швидше, ніж альдози, що й зумовлює швидкість появи забарвлення і його інтенсивність у розчині фруктози. Альдогексози в цих умовах лише при тривалому кип'ятінні набувають слабо-рожевого забарвлення.

### 5. Гідроліз (інверсія) сахарози

До 3 – 4 мл 2% розчину сахарози додають декілька крапель розв.  $H_2SO_4$  і кип'ятять 3 – 4 хвилини. Частину одержаного розчину інвертного сахару після його охолодження нейтралізують розчином їдкою натру до слабколужної реакції, додають Фелінгову рідину і знову нагрівають. Моносахариди, які утворюються внаслідок гідролізу, відновлюють Фелінгову рідину з виділенням червоного осаду  $Cu_2O$  (див. дослід 2). Без попереднього гідролізу сахароза Фелінгову рідину не відновлює, тому що її молекула не містить вільних глікозидних гідроксилів. З другою частиною гідролізату проводять реакцію Селіванова.



### 6. Якісна реакція на сахарозу

До 2 – 3 мл розчину сахарози додають декілька крапель розчину кобальт сульфату та надлишок розчину  $NaOH$ . З'являється фіолетове забарвлення. Реакція дуже чутлива.

### 7. Розчинення клітковини в купрум-аміачному реактиві (реактиві Швейцера)

У пробірку з 3 – 4 мл прозорого розчину купрум-аміачного реактиву – комплексу  $Cu(NH_3)_4(OH)_2$  – занурюють смужку фільтрувального паперу або шматочок вати. Вміст пробірки перемішують скляною паличкою. Клітковина розчинюється.

Частину одержаного розчину вливають у стакан з 10 мл 20% розчину  $HCl$  і перемішують. Вільна клітковина знову виділяється у вигляді білих пластівців.

Купрум-аміачний розчин клітковини використовують для виготовлення одного з видів штучного шовку.

Приготування реактиву Швейцера: а) До 10 мл конц. розчину  $CuSO_4$  додають рівний за об'ємом 10% розчин  $NaOH$ . Осад купрум (II) гідроксиду, який утворюється, промивають водою і розчиняють у мінімальній кількості 25% водного розчину аміаку.

б) Розчиняють основну сіль  $CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$  у конц. розчині аміаку.

## 8. Перетворення целюлози на амілоїд

До 1 об'єму води обережно додають 4 об'єми конц.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , охолоджують до кімнатної температури. В одержаний розчин сульфатної кислоти занурюють смужку фільтрувального паперу. За декілька секунд папір виймають, відмивають від кислоти в проточній воді та висушують. Папір набуває глянцевого блиску, особову прозорість та міцність, які характерні для пергаментного паперу. Амілоїд є продуктом часткового гідролізу клітковини, який утворюється на її поверхні. Він склеює волокна паперу і перетворює їх у суцільну масу, яка не пропускає воду.

### Контрольні запитання

1. Поясніть, чому у свіжовиготовлених розчинах  $\alpha$ -глюкози оптичне обертання з часом знижується, а для  $\beta$ -глюкози — збільшується? Чому розчини  $\alpha$ - і  $\beta$ -форм глюкози в однакових концентраціях через певний час показують ту ж саму величину оптичного обертання?
2. Чи здатні наведені сполуки відновлювати аміачний розчин аргентум гідроксиду (проба Толленса): а) *D*-глюкоза; 2) *D*-рибоза; 3) *D*-фруктоза? Відповідь поясніть.
3. В чому проявляються особливі властивості напівацетального (глікозидного) гідроксилу в порівнянні зі спиртовими гідроксилами? Напишіть схеми взаємодії (в присутності  $\text{HCl}$  як каталізатора): а)  $\alpha$ -*D*-глюкопіранози з етиловим спиртом; б)  $\beta$ -*D*-фруктофуранози з ізопропіловим спиртом.
4. Поясніть, чи здатні свіжовиготовлені розчини  $\alpha$ -мальтози,  $\alpha$ -целобіози,  $\alpha$ -лактози до мутаротації. Як буде в цих розчинах змінюватись оптичне обертання з часом?
5. Наведіть схеми якісних реакцій, що підтверджують відновні властивості мальтози. Чи можна за допомогою цих реакцій відрізнити мальтозу від лактози? Відповідь поясніть.
6. Чи можна за допомогою проби Троммера відрізнити: а) сахарозу від продуктів її гідролізу; б) лактозу від продуктів її гідролізу; в) лактозу від сахарози? Напишіть відповідні рівняння реакцій.

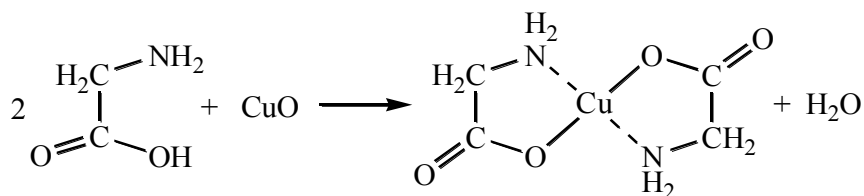
## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 20 АМІНОКИСЛОТИ ТА БІЛКИ

### 1. Якісні реакції на гліцин

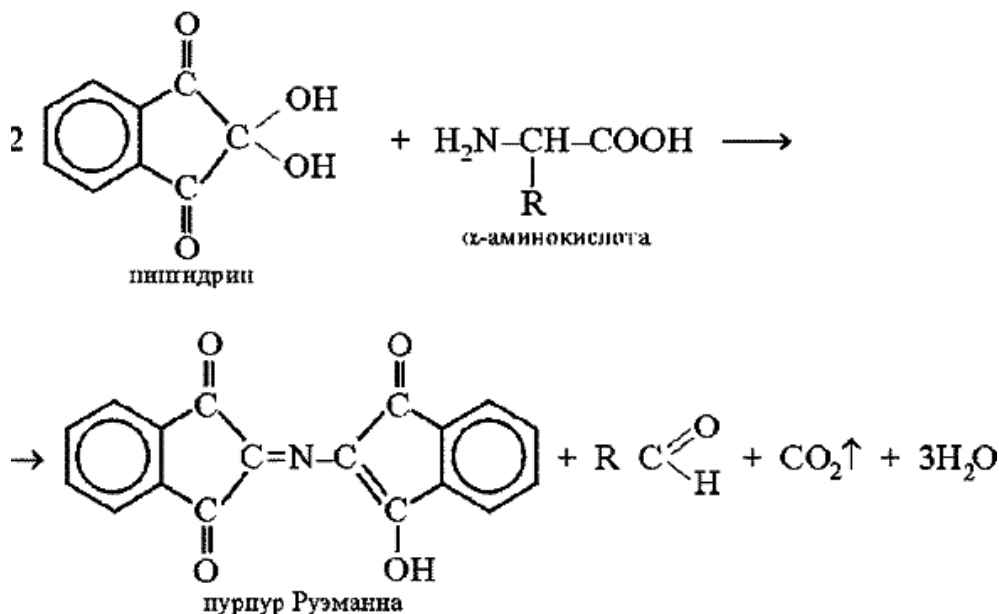
а) Реакція на лакмус. До свіжоприготовленого розчину гліцину додають декілька крапель водного розчину лакмусу. Зміна кольору лакмусу не спостерігається.

б) Утворення комплексної солі купрум(II). У пробірку з розчином гліцину додають 1 г купрум(II) оксиду, кип'ячать декілька хвилин. Утворюється синій комплекс комплексної солі гліцину.

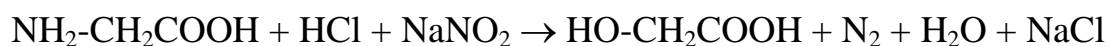




в) Реакція з нінгідрином. До 1 – 2 мл розчину гліцину додають декілька крапель 2% спиртового розчину нінгідрину і підігрівають до появи бузкового кольору.



г) Реакція з нітритною кислотою. До 2 мл розчину гліцину додають 2 мл оцтової кислоти і 1 мл розчину натрій нітриту. Спостерігають утворення газу (N<sub>2</sub>) внаслідок реакції дезамінування:



## 2. Якісні реакції на білкові речовини

а) Коагуляція білків при нагріванні. У пробірку наливають 2 – 3 мл свіжоприготовленого розчину яєчного білка і обережно нагрівають у полум'ї пальника. Спостерігають помутніння розчину і утворення осаду білка. Коагуляція білків при нагріванні – процес необоротний.

б) Осадження білків солями важких металів. У дві пробірки наливають по 1 – 2 мл розчину білка і по краплях додають в одну пробірку 5% розчин купрум (II) сульфату, а в другу – 5% розчин плюмбум (II) ацетату. Утворюються пластівчасті осади, які розчиняються у надлишку реактивів.

в) Осадження білків мінеральними кислотами. У три пробірки наливають по 1 мл концентрованих кислот – HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl. В кожну з них обережно по стінках наливають по 1 мл розчину білка. На межі кислота – білок спостерігають утворення білого осаду білка. При збовтуванні сумішей, коли є надлишок H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> і HCl, осад розчиняється, в пробірці з HNO<sub>3</sub> осад не розчиняється.

г) Висолювання білків. До розчину білка додають насичений розчин амонію сульфату. Спостерігають помутніння і випадіння осаду. При додаванні

води осад білка знов розчинюється.

д) **Кольорові реакції на білок.** Ксантопротеїнова реакція. 3 – 4 мл розчину білка нагрівають з 1 – 2 мл конц.  $\text{HNO}_3$ . Випадає жовтий осад. Жовте забарвлення обумовлено нітруванням ароматичного ядра білкових молекул і утворенням нітросполук. Після охолодження суміші обережно по краплях додають надлишок конц.  $\text{NaOH}$  (1 – 2 мл). Жовте забарвлення переходить у помаранчеве. Ксантопротеїнова реакція обумовлена наявністю в білках залишків таких ароматичних амінокислот як фенілаланін, тирозин, триптофан.

Біуретова реакція. 2 – 3 мл розчину білка нагрівають з 2 мл 10% розчину  $\text{NaOH}$  і декількома краплями 2% розчину  $\text{CuSO}_4$ . Рідина забарвлюється в червоно-фіолетовий колір. Біуретова реакція обумовлена наявністю у молекулі білка пептидних груп.

Реакція на наявність Сульфуру у білках. До 0,5 мл 1% розчину плюмбум (II) ацетату додають по краплях 10% розчин  $\text{NaOH}$  до розчинення плюмбум (II) гідроксиду, який утворюється. До розчину додають 2 – 3 мл білка, струшують і обережно нагрівають до кипіння протягом 2 – 3 хв. Поява бурого, а згодом чорного забарвлення вказує на утворення  $\text{PbS}$ , тобто на наявність Сульфуру в білку.

### Контрольні запитання

1. Опишіть будову амінокислоти в нейтральному, кислому та лужному середовищах. Що таке «біполярний» йон («цвіттер-йон»)?
2. Чому амінокислоти називають амфотерними сполуками?
3. Які продукти утворюються при нагріванні  $\alpha$ -,  $\beta$ - і  $\gamma$ -аміновалеріанових кислот? Назвіть їх, напишіть рівняння відповідних реакцій.
4. Перелічіть основні якісні реакції на білок. Які функціональні групи в них вступають?
5. Напишіть схеми утворення двох можливих дипептидів з молекули гліцину та молекули аланіну. Назвіть їх. Яким чином можна отримати тільки один з них?

## СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Черних В. П., Грищенко І. С., Лозинський М. О., Коваленко З. І. Загальний практикум з органічної хімії. – Харків : Вид-во НФаУ; Золоті сторінки, 2003. – 592 с.
2. Глубіш П. А. Органічний синтез. В 2-х ч.– Київ : ІЗМН, 1997. – 320 с., 220 с.
3. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия: Реакции и синтезы в практикуме по органической химии и научно-исследовательской лаборатории: пер. с нем. – М. : Мир, 1999. – 704 с.
4. Агрономов А. Е., Шабаров Ю. С. Лабораторные работы в химическом практикуме. – М. : Химия, 1974. – 375с.
5. Артемьева Н. Н., Белобородов В. Л., Зурабян С. Э. и др.; Руководство к лабораторным занятиям по органической химии. – под ред. Тюкавкиной Н. А. – М. : Дрофа, 2003. – 384 с.
6. Грандберг И. И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии. – М. : Дрофа, 2001. – 352 с.
7. Органикум: в 2-х т. Т.1: Пер. с нем. – М.: Мир, 1992. – 487 с.
8. Птицына О. А., Куплетская Н. В., Тимофеева В. К. и др. Лабораторные работы по органическому синтезу. – М. «Просвещение», 1979. – 256 с.
9. Прянишников Н. Д. Практикум по органической химии. – М. Госхимиздат, 1956. – 244 с.
10. Лабораторные работы по органической химии. Под ред. О. Ф.Гинзбурга и А. А.Петрова. – М.: «Высшая школа», 1974. – 286 с.
11. Препаративная органическая химия. Пер. с польск. под ред. Н. С. Вульфсона. – М. : Госхимиздат, 1959. – 888 с.

### Додаткова

12. Некрасов В.В. Руководство к малому практикуму по органической химии . М. Изд. «Химия», 1964. – 384 с.
13. Рачинский Ф.Ю., Рачинская М.Ф. Техника лабораторных работ. – Л.: Химия, 1982. – 432 с.
14. Берлин А.Я. Техника лабораторных работ в органической химии. – М. : Химия, 1973. – 368 с.
15. Воскресенский П. И. Техника лабораторных работ. – М. : Химия, 1970. – 717 с.
16. Бюлер К., Пирсон Д. Органические синтезы. – М. : Мир, 1973. Ч. 1. – 620 с.; Ч.2. – 591 с.
17. Вацуру К. В., Мищенко Г. Л. Именные реакции в органической химии. – М.: Химия, 1976. – 528 с.
18. Вейганд К., Хильгетаг Г. Методы эксперимента в органической химии. – М.: Химия, 1968. – 944 с.
19. Левина Р. Я., Скварченко В. Р., Шабаров Ю. С. Практические работы по органической химии. – М.: Изд-во МГУ, 1978. – Вып. 1-5.
20. Мищенко Г. Л., Вацуру К. В. Синтетические методы органической химии. – М. : Химия, 1982. – 440 с.
21. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия. М.: Мир, 1999. – 511 с.

Навчальне видання

**Ведута Віра Василівна**  
**Федько Надія Федорівна**  
**Шевченко Ольга Володимирівна**

# **ПРАКТИКУМ З ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**  
для студентів спеціальності  
102 Хімія, 014 Середня освіта (Хімія), 226 Фармація

*В авторській редакції*

Підп. до друку 11.07.2019. Формат 60x84/16.

Ум.-друк. арк. 4,65. Тираж 30 пр.

Зам. № 1936.

**Видавець і виготовлювач**

**Одеський національний університет**

**імені І. І. Мечникова**

Україна, 65082, м. Одеса, вул. Єлісаветинська, 12

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4215 від 22.11.2011 р.

Тел.: (048) 723 28 39. E-mail: [druk@onu.edu.ua](mailto:druk@onu.edu.ua)