

ГБПОУ «СМГК»

***Лабораторный практикум
по органической химии***

для специальности 33.02.01 «Фармация»

г. Сызрань – 2016 г.

Составитель: преподаватель высшей квалификационной
категории **Омариева Д.О.**

***Лабораторный практикум
по органической химии***

для студентов специальности 33.02.01.

*Рассмотрено и одобрено на заседании
ЦМК фармации и лабораторной
диагностики*

Введение.

Лабораторный практикум по органической химии, предназначено для студентов медицинских колледжей и училищ. Основной целью данного пособия является приобретение студентами знаний и умений при работе в химической лаборатории.

Данное пособие состоит из лабораторного практикума и правил техники безопасности при работе в химической лаборатории.

Учащиеся знакомятся с техникой лабораторных работ, основными химическими операциями и посудой. Даны описания некоторых простых синтезов органических веществ. Методика предусматривает выполнение опытов в полумикромасштабе, что обеспечивает экономное расходование реактивов, обуславливает безопасность эксперимента и одновременно приучает к точности и аккуратности при работе в химической лаборатории.

1.АЛКАНЫ.

Опыт 1.Получение и свойства метана.

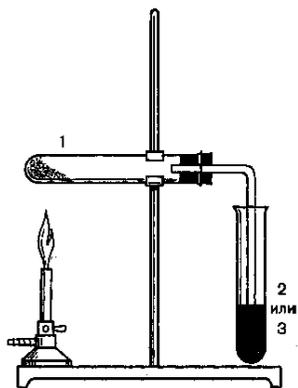


Рис. 1. Прибор для получения метана

Опыт проводится в приборе, показанном на рис.1 В 1-ю пробирку поместите 6 лопаточек безводного ацетата натрия (1) и 10 лопаточек натронной извести (2), смесь перемешать. Вставьте в пробирку пробку с газоотводной трубкой пробирку закрепите горизонтально в лапке штатива. Во вторую пробирку поместите бкапель бромной воды (3), в 3-ю 6 капель 2% раствора перманганата калия (4).

Начинайте нагревать 1-ю

пробирку с реакционной смесью сначала осторожно, а затем усильте нагревание. Опустите газоотводную трубку во 2-ю пробирку так, чтобы конец ее погрузился в бромную воду.

Через 1-2 мин заменить 2-ю пробирку на 3-ю. Убедитесь, что исходная окраска растворов не изменилась.

Горение метана. Не прекращая нагревания реакционной смеси, удалить 3-ю пробирку и подожгите метан у конца газоотводной трубки. Метан горит голубым пламенем. Прекратите нагревание. После остывания добавьте в 1-ю пробирку 2-3 капли 10% раствора хлороводородной кислоты (5). Наблюдается выделение пузырьков оксида углерода.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции образования метана.*
2. *Почему метан не взаимодействует с бромной водой и перманганатом калия?*
3. *Напишите схему реакции горения метана.*
4. *Чем объясняется выделение оксида углерода при добавлении хлороводородной кислоты к содержимому 1-й пробирки после завершения реакции?*

Опыт 2. Доказательство предельности вазелинового масла.

В одну ячейку фарфоровой пластины поместите 1 каплю 2 % раствора перманганата калия (4), в другую-1 каплю бромной воды (3). В каждую из ячеек добавьте по 1 капле вазелинового масла (6) и перемешайте. Оба исходных раствора не обесцвечиваются.

Вопросы

1. Какой состав имеет вазелиновое масло?
2. Почему вазелиновое масло не взаимодействует с бромной водой и перманганатом калия?

2. АЛКЕНЫ

Опыт 3. Получение и свойства этилена.

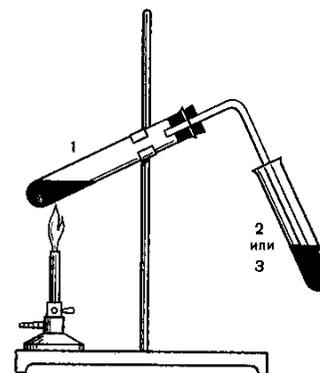


Рис..2. Прибор для получения этилена

В сухую 1-ю пробирку поместите 12 капель концентрированной серной кислоты (7), 4 капли этанола (8) и бросьте несколько кусочков пемзы или пористого фарфора для равномерного кипения при нагревании. Вставьте в пробирку пробку с газоотводной трубкой и закрепите пробирку на лапке штативе, как показано на рис.2

Пробы на непредельность.

Во 2-ю пробирку поместите 6 капель бромной воды (3), в 3-ю - 6 капель 2% раствора перманганата калия (4). Опустите газоотводную трубку во 2-ю пробирку так, чтобы ее конец погрузился в бромную воду. Осторожно нагрейте реакционную смесь, находящуюся в 1-й пробирке. Во 2-й пробирке происходит обесцвечивание бромной воды. Не прекращая нагревания, замените 2-ю пробирку на 3-ю. В 3-й

пробирке происходит обесцвечивание раствора перманганата калия.

Горение этилена. Удалите 3-ю пробирку и подожгите у конца газоотводной трубки выделяющийся этилен, Этилен горит слабокопящим пламенем. Прекратите нагревание.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции получения этилена.*
2. *Напишите схему реакции взаимодействия этилена с бромной водой. По какому механизму протекает эта реакция?*
3. *Напишите схему реакции взаимодействия этилена с перманганатом калия. Именем какого русского ученого названа эта реакция?*
4. *С какой целью используются реакции взаимодействия алкенов с бромной водой и с перманганатом калия в качественном анализе?*
5. *Напишите схему реакции горения этилена.*
6. *В бытовом газовом баллоне находится сжиженный пропан. Как определить, имеется ли в нем примесь непредельных газообразных углеводородов?*

3. АЛКИНЫ

Опыт 4. Получение и свойства ацетилена.

В 1-ю пробирку поместите кусочек карбида кальция (9) величиной с горошину. Пробирку закрепите в штативе, как это показано **на рис. 2**. Приготовьте для опыта 2-ю и 3-ю пробирки: во 2-ю поместите 6 капель бромной воды (3), в 3-ю - 6 капель 2% раствора перманганата калия (4).

Горение ацетилена. Добавьте в 1-ю пробирку 4 капли воды и вставьте пробку с газоотводной трубкой. Подожгите выделяющийся ацетилен у конца газоотводной трубки. Ацетилен горит копящим пламенем.

Пробы на непредельность. Быстро погрузите конец газоотводной трубки во 2-ю пробирку. В ней происходит обесцвечивание бромной воды. Замените 2-ю пробирку на 3-

ю. В ней происходит обесцвечивание раствора перманганата калия.

Образование ацетиленида меди. Удалите 3-ю пробирку и выньте газоотводную трубку из 1-й пробирки.

Поднесите к отверстию 1-й пробирки полоску фильтровальной бумаги, смоченной аммиачным раствором хлорида меди(I) (10). На бумаге появляется красно-коричневая окраска. По окончании реакции в 1-ю пробирку добавьте 1 каплю 1% спиртового раствора фенолфталеина (11), при этом появляется малиновая окраска.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции получения ацетилена из карбида кальция.*
2. *Напишите схему реакции горения ацетилена.*
3. *Почему при пропускании ацетилена через бромную воду происходит ее обесцвечивание? Напишите схему реакции.*
4. *Напишите схему реакции окисления ацетилена перманганатом калия.*
5. *Образованием какого соединения объясняется появление красновато-коричневой окраски на фильтровальной бумажке? Напишите схему реакции;*
6. *Чем объясняется наличие в 1-й пробирке щелочной среды, обнаруживаемой с помощью индикатора фенолфталеина?*

4. ГАЛОГЕНОПРОИЗВОДНЫЕ УГЛЕВОДОРОДОВ |

Опыт 5. Получение йодоформа из этанола.

В пробирку поместите 1 каплю этанола (8) , добавьте 3 капли 10% раствора гидроксида натрия (12) и 3 капли водного раствора йода в йодиде калия (13) . Через несколько минут образуется желтоватый осадок йодоформа, обладающий стойким характерным запахом.

Вопросы.

1. *Какие реакции протекали в пробирке? Напишите схемы реакций, приводящих к превращению этанола в йодоформ.*
2. *В какое соединение превращается этанол при окислении его гипоиодитом натрия в щелочной среде?*
3. *Напишите схемы реакций получения аналогичным путем хлороформа из этанола.*

Опыт 6. Определение доброкачественности хлороформа.

Для проведения опыта используется образец хлороформа, хранившийся длительное время на свету. В 1-ю пробирку поместите 2 капли хлороформа (14) добавьте 3 капли дистиллированной воды и 1 каплю 5% раствора нитрата серебра (15) . Образуется белый творожистый осадок хлорида серебра.

Во 2-ю пробирку поместите 3 капли хлороформа , добавьте 5 капель дистиллированной воды и 3 капли 10% раствора йодида калия (16) . Энергично взболтайте содержимое пробирки. Если хлороформ действительно подвергся частичному разложению, то йодид калия превратится в свободный йод, который окрасит слой хлороформа (нижний) в розовый цвет. Если возникает очень слабая окраска, то можно добавить в пробирку 1 каплю крахмального клейстера (17). В присутствии даже очень небольшого количества свободного йода появляется синяя окраска (йодкрахмальная реакция).

Проделайте контрольный опыт с образцом правильно хранившегося хлороформа.

Вопросы.

- 1. Какие реакции происходят с хлороформом на свету под влиянием кислорода воздуха? Напишите схемы реакций.*
- 2. Какой из продуктов разложения хлороформа определяется в 1-й пробирке с помощью нитрата серебра? Напишите схему реакции.*
- 3. Напишите схему реакции, лежащей в основе доказательства наличия в хлороформе свободного хлора?*
- 4. Какие существуют правила хранения хлороформа?*

5. СПИРТЫ. ФЕНОЛЫ

Опыт 7. Получение этоксида натрия и его гидролиз.

В сухую пробирку поместите 3 капли этанола (8) и внесите кусочек металлического натрия (18) размером с рисовое зернышко, предварительно отжатого от керосина на фильтровальной бумаге. Соберите выделяющийся водород, прикрыв пробирку пробкой.

Затем поднесите пробирку отверстием к пламени и быстро уберите пробку. Смесь водорода с воздухом сгорает с характерным «лающим» звуком.

Гидролиз этоксида натрия. Образовавшийся в пробирке белый осадок этоксида натрия растворите добавлением 2—4 капель этанола (8) и внесите в полученный раствор 1 каплю спиртового раствора фенолфталеина (11). После этого добавьте в пробирку 1—2 капли воды. Отметьте появление малиновой окраски.

Вопросы:

- 1. Какое свойство спиртов проявляется в реакции с металлическим натрием? Напишите схему этой реакции.*

2. *Напишите схему реакции, протекающей при добавлении к раствору этоксида натрия воды.*
3. *На основании проделанного опыта дайте сравнительную оценку кислотных свойств этанола и воды. Какое из двух веществ является более сильной кислотой и почему?*
4. *Чем объясняется появление малиновой окраски?*

Опыт 8. Окисление этанола.

В пробирку поместите 2 капли этанола (8) , 2 капли 5% раствора дихромата калия (19) и 1 каплю 10% раствора серной кислоты (20). Полученный оранжевый раствор слегка нагрейте над пламенем горелки до начала изменения цвета. Обычно уже через несколько секунд появляется зеленоватая окраска, характерная для солей хрома (III). Одновременно ощущается запах ацетальдегида (запах антоновских яблок).

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции окисления этанола.*
2. *Какой окислитель использован в данном опыте? По какому признаку можно судить по протекающей восстановительной реакции этого реагента?*

Опыт 9. Бромирование фенола.

В пробирку поместите 2—3 капли 3% водного раствора фенола (21) и 4—5 капель бромной воды (3). Встряхните содержимое пробирки. Образуется хлопьевидный белый осадок трибромфенола, обладающего характерным запахом.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции взаимодействия фенола с бромом.*
2. *Объясните, почему замещение в бензольном кольце молекулы фенола происходит в трех положениях (2, 4 и 6)?*
3. *Почему бромирование фенола осуществляется без катализатора, тогда как бензол бромруется только в присутствии солей алюминия или железа (III)?*

4. С какой целью можно использовать реакцию бромирования фенола?

Опыт 10. Цветные реакции фенолов с хлоридом железа (Ш).

Приготовьте 4 пробирки. В 1-ю пробирку поместите 1 каплю 3% водного раствора фенола (21), во 2-ю — 3 капли 1% раствора пирокатехина (22), в 3-ю — 3 капли 1% раствора резорцина (23), в 4-ю — 3 капли 1% раствора гидрохинона (24). В каждую пробирку добавьте по 1 капле 1% раствора хлорида железа (Ш) (25).

В 1-й пробирке появляется сине-фиолетовая окраска, во 2-й — зеленая, в 3-й — сине-фиолетовая и в 4-й — зеленая, быстро переходящая в желтую.

Вопрос.

1. С какой целью используются реакции фенолов с хлоридом железа (Ш) в фармацевтическом анализе?

Опыт 11. Окисление двухатомных фенолов.

Возьмите 3 квадратика фильтровальной бумаги (6х6 см). В центр каждого квадратика нанесите по 1 капле 1% растворов пирокатехина (22), резорцина (23) и гидрохинона (24). В середину каждого из полученных пятен нанесите по 1 капле 10% раствора гидроксида натрия (12). Обратите внимание на исходный цвет пятен, а также на скорость возникновения окраски, появляющейся вследствие окисления фенолов кислородом воздуха.

Вопросы.

1. Напишите схемы реакций окисления гидрохинона и пирокатехина. Назовите продукты окисления
2. По скорости возникновения окраски сделайте сравнительный вывод о скорости окисления гидрохинона, резорцина и пирокатехина. Какой из двухатомных фенолов окисляется быстрее?

3. *Можно ли по возникающей окраске продуктов окисления различить пирокатехин, резорцин и гидрохинон?*

6.АМИНЫ. ДИАЗОСОЕДИНЕНИЯ. АЗОСОЕДИНЕНИЯ

Опыт 12. Растворимость анилина и его солей в воде.

В 1-ю пробирку поместите 1 каплю анилина (26) и 6 капель воды. Энергично встряхните. Обратите внимание на образование эмульсии, так как анилин плохо растворим в воде. Отлейте половину содержимого во 2-ю пробирку. Во 2-ю пробирку добавьте 2 капли 10% раствора хлороводородной кислоты (5). Обратите внимание на исчезновение эмульсии и образование истинного раствора. В 1-ю пробирку добавьте 1 каплю 10% раствора серной кислоты (20). Встряхните содержимое. Выпадает кристаллический осадок гидросульфата анилина.

Вопросы.

1. *Какие свойства анилина проявляются в реакциях с кислотами?*
2. *Напишите схему реакции взаимодействия анилина с хлороводородной кислотой. Назовите полученный продукт.*
3. *Напишите схему реакции образования гидросульфата анилина.*

Опыт 13. Бромирование анилина.

В пробирку поместите 1 каплю анилина (26) и 5 капель воды. Энергично встряхните содержимое пробирки и прибавьте к образовавшейся эмульсии несколько капель бромной воды до появления белого осадка.

1. ***Вопросы.***
2. *Напишите схему реакции бромирования анилина. По какому механизму протекает эта реакция?*
3. *Назовите вещество, выпавшее в осадок.*

4. Почему замещение атомов водорода в бензольном кольце молекулы анилина происходит в трех положениях (2, 4 и 6)?
5. Почему бромирование анилина протекает без катализатора, тогда как бромирование бензола идет только в присутствии хлоридов алюминия или железа (Ш)?
6. С какой целью используется данная реакция в фармацевтическом анализе?

Опыт 14. Получение п-гидроксиазобензола.

В пробирку поместите 3—4 капли жидкого фенола (21) и 4—5 капель 10% раствора гидроксида натрия (12) до полного растворения фенола. Прибавьте 1 каплю полученного раствора к раствору бензолдиазонийхлорида, полученному в опыте 18. Появляется оранжево-красная окраска.

Вопросы.

1. Напишите схему реакции взаимодействия бензолдиазонийхлорида с феноксидом натрия. Объясните, почему эта реакция называется реакцией азосочетания.
2. В какой среде происходит реакция азосочетания с фенолами?
3. К группе, каких красителей относится п-гидроксиазобензол? Выделите в его молекуле сопряженный фрагмент.
4. Укажите в структуре образовавшегося п-гидроксиазобензола хромофорные и ауксохромные группировки.

7. АЛЬДЕГИДЫ И КЕТОНЫ.

Опыт 15. Окисление формальдегида гидроксидом диамминсеребра.

В тщательно вымытую пробирку поместите 1 каплю 5% раствора нитрата серебра (15) и добавьте по каплям 10% раствор аммиака (27) до появления легкой мути (если при встряхивании муть исчезает, добавьте еще каплю раствора

аммиака). Прибавьте 2 капли формалина (28) и слегка подогрейте пробирку над пламенем горелки до начала побурения раствора. Далее реакция идет без нагревания, и металлическое серебро выпадает в виде черного осадка или осаждается на стенках пробирки в виде блестящего серебряного налета (реакция «серебряного зеркала»).

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции окисления формальдегида.*
2. *Какой реагент использован в качестве окислителя в данной реакции?*
3. *С какой целью используется реакция «серебряного зеркала» в фармацевтическом анализе?*

Опыт 16. Окисление формальдегида гидроксидом меди (II)

В пробирку поместите 5 капель 10% раствора гидроксида натрия (12) и 5 капель воды. Добавьте 1 каплю 2% раствора сульфата меди (II) (29), при этом выпадает осадок гидроксида меди (II). Прибавьте 3 капли формалина (28) и встряхните содержимое пробирки. Держа пробирку наклонно над пламенем горелки, осторожно нагрейте верхнюю часть раствора почти до кипения (кипятить не следует). В нагретой части пробирки начинает выделяться желтый осадок гидроксида меди (I), который затем краснеет вследствие образования оксида меди (I) красного цвета. Если пробирка была чистой, то на ее стенках может даже образоваться «медное зеркало» — налет металлической меди.

Вопросы.

1. *Наличие какой функциональной группы в молекуле формальдегида обуславливает восстановительные свойства формальдегида?*
2. *По каким признакам можно судить о восстановлении гидроксида меди (I)? Напишите схемы реакций.*

8. КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ И ИХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ

Опыт 17. Кислотные свойства уксусной и бензойной кислот.

В 1-ю пробирку поместите 1 каплю уксусной кислоты (30), во 2-ю — несколько кристалликов бензойной кислоты (31). В каждую пробирку добавьте по 3—5 капель воды. Чтобы ускорить растворение бензойной кислоты, 2-ю пробирку слегка нагрейте. По одной капле полученных растворов кислот поместите на синюю лакмусовую бумагу (32). Индикаторная бумага краснеет.

Вопросы.

1. Напишите схемы реакций диссоциации уксусной и бензойной кислот. Определите по величине pK . (см. табл. 8.1), какая из этих кислот более сильная?
2. Почему изменяется цвет синей лакмусовой бумаги?

Опыт 18. Качественная реакция на уксусную кислоту и ее соли.

В пробирку поместите 3 капли уксусной кислоты (30) и 3 капли воды. К полученному раствору добавьте 2—3 капли 10% раствора гидроксида натрия (12) до полной нейтрализации уксусной кислоты, используя для контроля красную лакмусовую бумагу (32). После этого добавьте 2—3 капли 1% раствора хлорида железа (III) (25). Появляется желто-красная окраска за счет образования ацетата железа (III) $Fe(CH_3COO)_3$. Нагрейте раствор до кипения. Выделится красно-бурый осадок нерастворимого в воде гидроксида диацетата железа (III) $FeOH(CH_3COO)_2$. Раствор над осадком становится бесцветным.

Вопросы.

1. Напишите схему реакции нейтрализации уксусной кислоты гидроксидом натрия;

2. *Напишите схему реакции образования ацетата железа (Ш).*

3. *Напишите схему реакции гидролиза ацетата железа (Ш) в гидроксид диацетата железа (Ш).*

Опыт 19. Качественная реакция на бензойную кислоту и ее соли.

В пробирку внесите 1 лопаточку бензойной кислоты (31), добавьте 6—8 капель 10% раствора гидроксида натрия (12). Встряхните пробирку. Затем прилейте 2—3 капли 1% раствора хлорида железа (Ш) (25). Образуется розовато-желтый осадок основного бензоата железа (Ш).

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции взаимодействия бензойной кислоты с гидроксидом натрия.*
2. *В двух пробирках имеются ацетат и бензоат натрия. Как их различить?*

Опыт 20. Окисление щавелевой кислоты.

В 1-ю пробирку, снабженную газоотводной трубкой, поместите 1 лопаточку щавелевой кислоты (33), 3 капли 10% раствора серной кислоты (20) и 2—3 капли 2% раствора перманганата калия (4). Приготовьте 2-ю пробирку с 5—7 каплями гидроксида бария (баритовой воды) Ва (ОН), (34). Конец газоотводной трубки погрузите в баритовую воду и осторожно нагрейте 1-ю пробирку. В 1-й пробирке происходит обесцвечивание раствора, во 2-й пробирке — выпадение белого осадка.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции окисления щавелевой кислоты.*
2. *Какой реагент использован в опыте в качестве окислителя? В какой среде протекает реакция?*
3. *Какой продукт окисления обнаруживается во 2-й пробирке? Напишите схему реакции, доказывающей наличие продукта окисления.*

Опыт 21. Образование этилацетата.

В пробирку поместите 4 капли этанола (8) и 5 капель уксусной кислоты (30). Добавьте 3 капли концентрированной серной кислоты (7) и осторожно нагрейте смесь до кипения. Через несколько секунд появляется характерный приятный запах этилацетата.

Вопросы.

- 1. Напишите схему реакции получения этилацетата. По какому механизму она протекает?*
- 2. Какую роль в данной реакции выполняет серная кислота?*

Опыт 22. Получение нитрата мочевины.

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины (35) и 1 каплю воды. После того как мочевина растворится, добавьте 2 капли концентрированной азотной кислоты (36). Через несколько секунд выпадают кристаллы нитрата мочевины.

Вопросы.

- 1. Напишите схему реакции образования нитрата мочевины.*
- 2. Выделите в молекуле мочевины основные центры и определите, по какому из них будет протекать взаимодействие с кислотой.*
- 3. Какой продукт гидролиза мочевины определяется с помощью баритовой воды? Напишите схему реакции.*

9. ГИДРОКСИКИСЛОТЫ

Опыт 23. Разложение лимонной кислоты.

В сухую 1-ю пробирку, снабженную газоотводной трубкой, поместите 2—3 лопаточки лимонной кислоты (37) и 10 капель концентрированной серной кислоты (7). Осторожно нагрейте пробирку на слабом пламени горелки, масса начинает пениться. Поднесите конец газоотводной трубки к пламени горелки: выделяющийся газ горит голубым пламенем. Не прекращая нагревания, опустите конец газоотводной трубки сначала во 2-ю пробирку с 5 каплями раствора гидроксида бария (34). После того как раствор помутнеет, перенесите газоотводную трубку в 3-ю пробирку, содержащую 2 капли раствора йода в иодиде калия (13), предварительно обесцвеченного добавлением нескольких капель 10% раствора гидроксида натрия (12). В 3-й пробирке выпадает бледно-желтый осадок.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции разложения лимонной кислоты, протекающей при нагревании в присутствии серной кислоты.*
2. *Какой газообразный продукт разложения горюч?*
3. *Какой продукт разложения обнаруживается во 2-й пробирке? Напишите схему реакции, подтверждающей его наличие.*
4. *Какой продукт разложения обнаруживается в 3-й пробирке? Напишите схему реакции с участием этого вещества.*
5. *Какое вещество образуется в виде бледно-желтого осадка в 3-й пробирке?*

Опыт 24. Растворимость салициловой кислоты

В три пробирки поместите по 1 лопаточке салициловой кислоты (38). В 1-ю пробирку добавьте 5 капель воды, во 2-ю — 5 капель этанола (8), в 3-ю — 5—10 капель 10% раствора

гидроксида натрия (12) до полного растворения салициловой кислоты. В 3-ю пробирку добавьте 5—10 капель 10% раствора хлороводородной кислоты (5). Выпадает кристаллический осадок.

Вопросы.

1. *Сделайте вывод о растворимости салициловой кислоты в воде, этаноле и водной щелочи.*
2. *Чем объясняется растворимость салициловой кислоты в водных растворах щелочей? Напишите схему соответствующей реакции.*
3. *Чем объясняется выпадение белого кристаллического осадка в 3-й пробирке после добавления хлороводородной кислоты? Напишите схему реакции, подтверждающей сделанный вывод.*

Опыт 25. Цветные реакции салициловой кислоты и ее эфиров с хлоридом железа (III).

В три пробирки поместите по несколько кристалликов фенолсалицилата (50), салициловой кислоты (38) и ацетилсалициловой кислоты (39). В 1-ю пробирку добавьте 2 капли этанола (8), во 2-ю и 3-ю — по 3—4 капли воды, затем добавьте по 1 капле 1% раствора хлорида железа (III) (25). В 1-й и 2-й пробирках появляется фиолетовая окраска.

Вопросы.

1. *Какой структурный фрагмент обуславливает появление фиолетовой окраски?*
2. *Почему фиолетовая окраска не появилась в 3-й пробирке?*

Опыт 26. Гидролиз ацетилсалициловой кислоты.

В пробирку поместите несколько кристалликов ацетилсалициловой кислоты (39) и 5—6 капель воды. Добавьте 1—2 капли 1% раствора хлорида железа (III) (25). Нагрейте смесь до кипения. Появляется фиолетовая окраска.

Вопросы.

1. Напишите схему реакции гидролиза ацетилсалициловой кислоты.
2. Чем обусловлено появление фиолетовой окраски после добавления хлорида железа (III)?

10. ПЯТИЧЛЕННЫЕ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ

Опыт 27. Цветная реакция на антипирин с хлоридом железа (III).

В пробирку поместите несколько кристаллов антипирина (40), прибавьте 2 капли воды и 1 каплю 1% раствора хлорида железа (III) (25). Появляется интенсивная и стойкая красная окраска.

Вопросы.

1. Чем объясняется появление красной окраски раствора? Какой химический процесс лежит в основе этой реакции?
2. Можно ли считать эту реакцию качественной для обнаружения антипирина?

Опыт 28. Качественная реакция на амидопирин с нитратом серебра.

Приготовьте 2 пробирки. В 1-ю пробирку поместите 1 каплю 5% раствора нитрата серебра (15), прибавьте несколько капель 10% раствора аммиака (27) до растворения образующегося осадка гидроксида серебра. Во 2-ю пробирку поместите несколько кристаллов амидопирина (41), добавьте 2 капли воды и 1—2 капли реактива, полученного в 1-й пробирке. Вначале появляется сине-фиолетовая окраска, затем выпадает темный осадок восстановленного серебра.

Вопросы.

1. Какой из реагентов в данной реакции выступает в роли окислителя, а какой — в роли восстановителя?
2. Перечислите реагенты, с помощью которых можно окислить амидопирин.

11. ШЕСТИЧЛЕННЫЕ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ

Опыт 29. Мурексидная проба.

В фарфоровую чашку поместите 3—4 капли 10% раствора кофеинбензоата натрия (42) и выпаривайте досуха. К остатку прибавьте 10 капель 10% раствора хлороводородной кислоты (5) и 10 капель концентрированного пероксида водорода (43) и вновь выпаривайте досуха. После охлаждения к остатку добавьте 3—5 капель 10% раствора аммиака (27). Появляется пурпурно-красная окраска.

1. **Вопросы.**
2. Какой химический процесс лежит в основе этой пробы? Что происходит при этом с пуриновым циклом?
3. Какое вещество называют мурексидом?
4. Наличие какого структурного фрагмента в молекуле определяет положительную мурексидную пробу?
5. С какой целью применяется мурексидная проба? Какие лекарственные средства способны дать положительную мурексидную пробу?

Опыт 30. Качественная реакция на теofilлин с хлоридом кобальта (II).

В пробирку поместите несколько кристаллов теofilлина (44), добавьте 2 капли 10% раствора гидроксида натрия (12) и энергично встряхивайте в течение 2—3 мин. Прибавьте 2 капли 5% раствора хлорида кобальта (II) (45). Выпадает серо-голубой осадок.

Вопросы.

1. *Напишите схему реакции взаимодействия теофиллина с гидроксидом натрия. Укажите кислотный центр в молекуле теофиллина и обоснуйте сделанный выбор.*
2. *Какое вещество выпадает в осадок?*
3. *С какой целью применяется эта реакция?*

Опыт 31. Качественная реакция на теобромин с хлоридом кобальта (11).

В пробирку поместите несколько кристаллов теобромина (46) и 2 капли 10% раствора гидроксида натрия (12). Энергично встряхивайте в течение 2—3 мин. Прибавьте 2 капли 5% раствора хлорида кобальта (II) (45). Выпадает розовый осадок.

1. Вопросы

2. *Напишите схему реакции взаимодействия теобромина с гидроксидом натрия. Обоснуйте выбор кислотного центра в молекуле теобромина.*
3. *Какое вещество выпадает в осадок?*
4. *С какой целью применяется эта реакция?*
5. *Сравните строение кобальтовых солей теофиллина и теобромина. В чем их принципиальное различие?*

12. АМИНОКИСЛОТЫ. БЕЛКИ

Опыт 32. Амфотерные свойства глицина.

В пробирку поместите 5 капель 1% раствора глицина (47) и добавьте 1 каплю метилового красного (48). Раствор имеет желтую окраску (нейтральная среда). В пробирку добавьте 2 капли формалина. Наблюдайте появление красной окраски (кислая среда).

1. Вопросы.

2. *Почему индикатор указывает на наличие нейтральной среды в растворе глицина?*

3. *Напишите схему реакции взаимодействия глицина с формальдегидом.*
4. *Что обусловило изменение окраски индикатора?*
5. *Какое применение находит реакция аминокислот с формальдегидом (реакция «формольного титрования»)?*

Опыт 33. Свертывание белков при кипячении.

В пробирку поместите 5 капель раствора яичного белка (49) и нагрейте до кипения. Содержимое пробирки охладите и попытайтесь растворить его в воде.

1. Вопросы.

2. *1. Какие изменения происходят в структуре белка при нагревании? Меняется ли первичная структура?*
3. *Как называется процесс свертывания белков?*
4. *Почему свернувшийся белок не растворяется в воде?*

Опыт 34. Осаждение белка солями тяжелых металлов.

Возьмите 2 пробирки и в каждую из них поместите по 10 капель раствора яичного белка (49). В 1-ю пробирку добавьте 1 каплю 2% раствора сульфата меди (II) (29), во 2-ю - 1 каплю 10% раствора ацетата свинца(II) (50). В обеих пробирках выпадает осадок.

Вопросы.

1. *Наличие каких функциональных групп обуславливает взаимодействие белка с солями тяжелых металлов?*
2. *Представьте схематически реакции, лежащие в основе процесса осаждения белка солями тяжелых металлов.*

Опыт 35. Ксантопротеиновая реакция.

В пробирку поместите 10 капель раствора яичного белка (49) и 2 капли концентрированной азотной кислоты (36). Смесь осторожно нагрейте до появления желтого осадка и

охладите. Добавьте по каплям концентрированный раствор аммиака (51) до появления оранжевой окраски.

Вопросы.

1. Какие аминокислоты можно обнаружить с помощью данной реакции? На примере соответствующей аминокислоты напишите реакцию ее взаимодействия с азотной кислотой.

2. Чем объясняется изменение желтой окраски на оранжевую после добавления раствора аммиака?

3. Можно ли считать данную реакцию качественной на белок?

ТЕХНИКА ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ .

Основными методами эксперимента в органической химии являются **синтез** органических веществ, т. е. получение их из других органических и неорганических соединений, и **анализ** органических соединений, в котором наряду с химическими используются и физические методы.

Синтез и анализ органических соединений осуществляются с помощью разнообразных технических приемов и соответствующей аппаратуры.

ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА И ОБОРУДОВАНИЕ

Основной посудой для проведения химических реакций в лаборатории служат **колбы**, которые изготавливаются из различных сортов стекла.

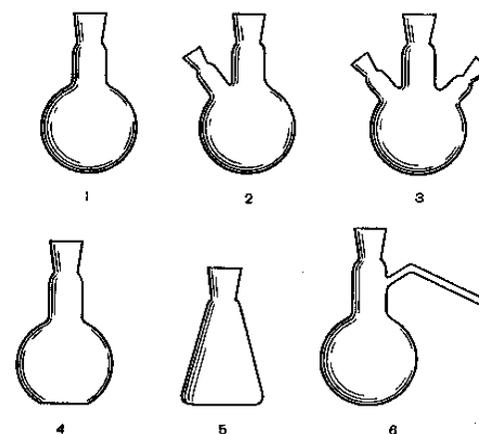


Рис. 3. Лабораторные колбы.

1 — круглодонная одногорлая; 2 — круглодонная двугорлая; 3 — круглодонная трехгорлая; 4 — плоскодонная; 5 — коническая; 6 — колба Вюрца.

В зависимости от условий эксперимента используют колбы разной формы и размеров (рис.3). Круглодонные колбы применяются в тех случаях, когда реакции проводятся при сильном нагревании. Плоскодонные и конические колбы

используются для кристаллизации, приготовления растворов, в качестве приемников и для других целей. Конические колбы применяются также для титрования. Колбы Вюрца служат для перегонки жидких веществ при атмосферном давлении. Для проведения химических реакций с нелетучими и неогнеопасными соединениями применяют стеклянные и фарфоровые химические стаканы. Качественные реакции проводят в пробирках, которые также часто используются для синтеза веществ в полумикроколичествах.

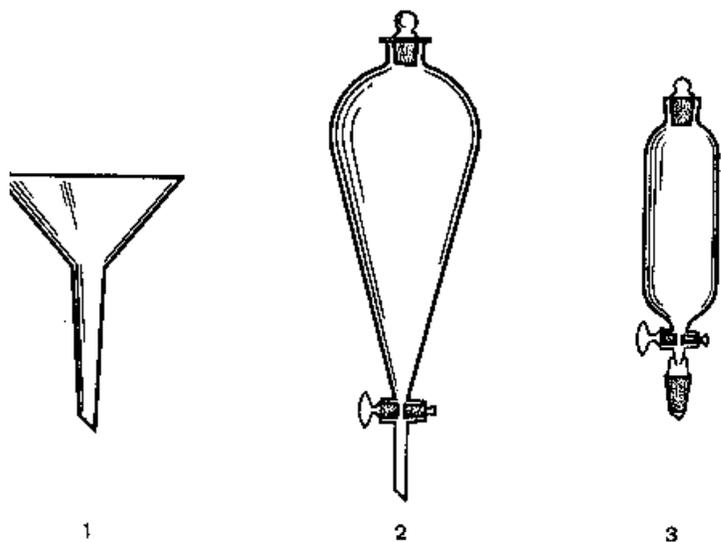


Рис.4. Воронки.

1 – коническая; 2 – делительная; 3 – капельная.

В лабораторной практике используется несколько видов стеклянных **воронки** (рис. 4). Конические воронки применяют для приливания жидкостей в сосуды с узким горлом, а с использованием бумажных фильтров — для получения фильтрованных растворов. Делительные воронки позволяют разделять две несмешивающиеся жидкости. Перед началом работы кран воронки смазывают вазелином или специальной вакуумной смазкой и проверяют его на герметичность, налив в воронку воду. Работать можно только с воронкой, имеющей

хорошо притертый кран. Для медленного прибавления жидких веществ или растворов в реакционную смесь пользуются капельными воронками. Они принципиально устроены так же, как делительные воронки, но обычно имеют меньший объем.

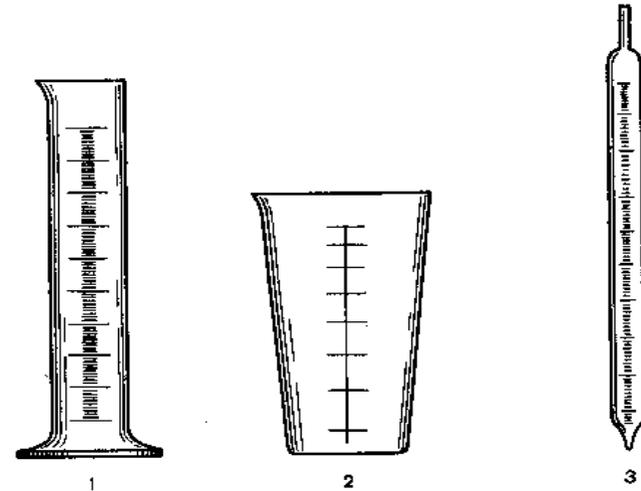


Рис. 5. Мерная посуда.

1- цилиндр; 2 – мензурка; 3 – градуированная пипетка.

Мерная посуда (рис. 5) включает цилиндры, мензурки и пипетки. Цилиндры и мензурки для отмеривания жидкостей бывают различной вместимости — от 10мл до 2 л. Для точного отмеривания небольших количеств жидкостей пользуются градуированными пипетками.

Для измерения температуры в ходе химического эксперимента пользуются обычно стеклянными **термометрами** (ртутными и спиртовыми) с различными диапазонами определяемых температур.

Конденсацию паров кипящих жидкостей осуществляют с помощью **холодильников** различных типов (рис. 6). В зависимости от способа охлаждения холодильники делятся на водяные и воздушные. Водяные холодильники применяются в тех случаях, когда температура кипения жидкости ниже 130—

140 °С. Для более высококипящих жидкостей используются Воздушные холодильники. В тех случаях, когда конденсат требуется отделить от кипящей жидкости, используются прямые (нисходящие) холодильники. Когда необходимо возвращать конденсат в нагреваемую колбу, применяются обратные холодильники. Воздушный холодильник и холодильник Либиха могут использоваться и в том и в другом режиме. Шариковый холодильник и холодильник с охлаждающей спиралью служат как обратные. Независимо от режима работы холодильника вода должна поступать в нижний отвод холодильника.

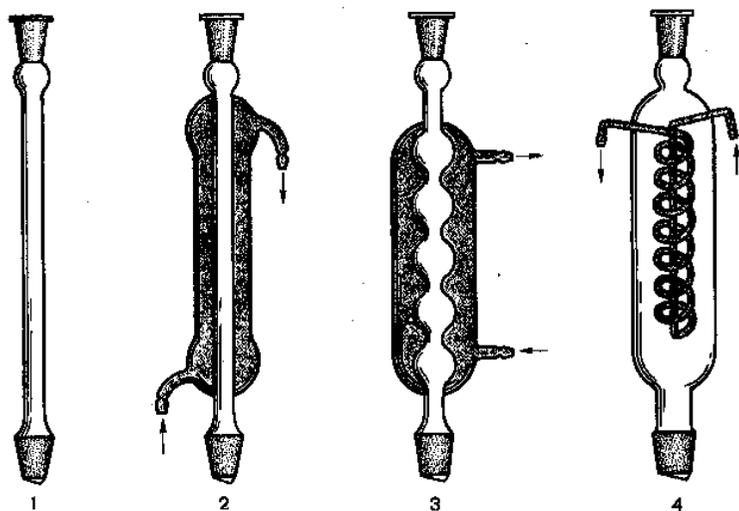


Рис. 6. Холодильники.

1 – воздушный; 2- холодильник Либиха; 3 – шариковый; 4 – с охлаждающей спиралью.

В тех случаях, когда требуется избежать контакта веществ с атмосферной влагой, приборы снабжают **хлоркальцевыми трубками** (рис. 7), наполненными гранулами или небольшими кусочками осушителя, в качестве которого чаще всего используется безводный хлорид кальция.

Отдельные части приборов соединяют с помощью резиновых пробок с отверстиями и шлангов. Для того чтобы

вставить стеклянную трубку в отверстие пробки или натянуть на трубку резиновый шланг, трубку, конец которой предварительно смазан глицерином следует взять в левую, в правую руку взять пробку или шланг и навинчивающим движением насадить на трубку. Во избежание поломки прибора трубку следует удерживать так, чтобы пальцы находились на небольшом расстоянии (1—2 см) от среза трубки. Нельзя использовать пробки, потерявшие эластичность, и шланги с трещинами.

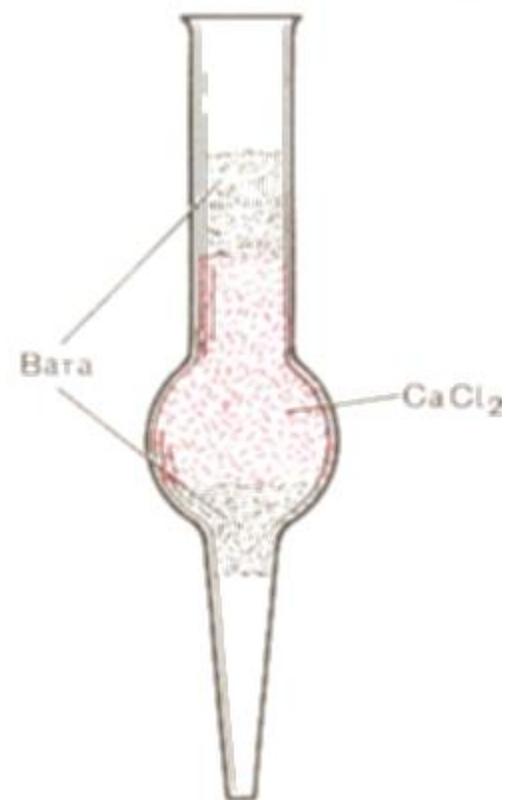


Рис.7. Хлоркальциевая трубка.

Резиновые пробки не устойчивы к действию концентрированных кислот, галогенов и многих органических растворителей. Поэтому отдельные части приборов часто

соединяют с помощью стандартных конических шлифов (нормальные шлифы, или НШ), которыми эти детали снабжены. Наиболее употребительны шлифы с верхним диаметром 14,5; 19 и 29 мм (НШ 14,5; НШ 19 и НШ 29). Соединение осуществляется вставлением внутреннего шлифа — керна — во внешний шлиф — муфту (рис. 8).

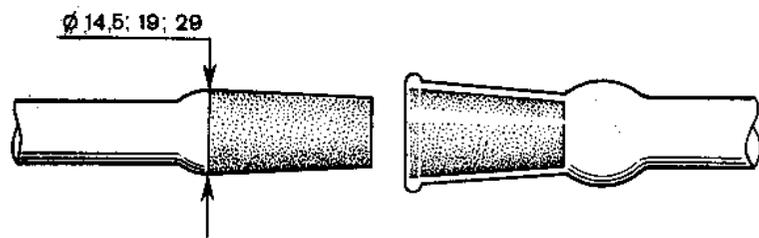


Рис. 8. Конические шлифы.
1 – керн; 2 – муфта.

Например, конструкция, заменяющая колбу Вюрца, может быть собрана из круглодонной одногорлой колбы и насадки Вюрца (рис. 9). Перед работой шлифы для герметизации соединения смазывают вазелином или вакуумной смазкой.

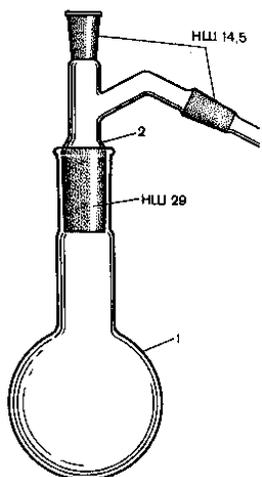


Рис.9. Перегонная колба.

1 – круглодонная колба; 2 – насадка Вюрца.

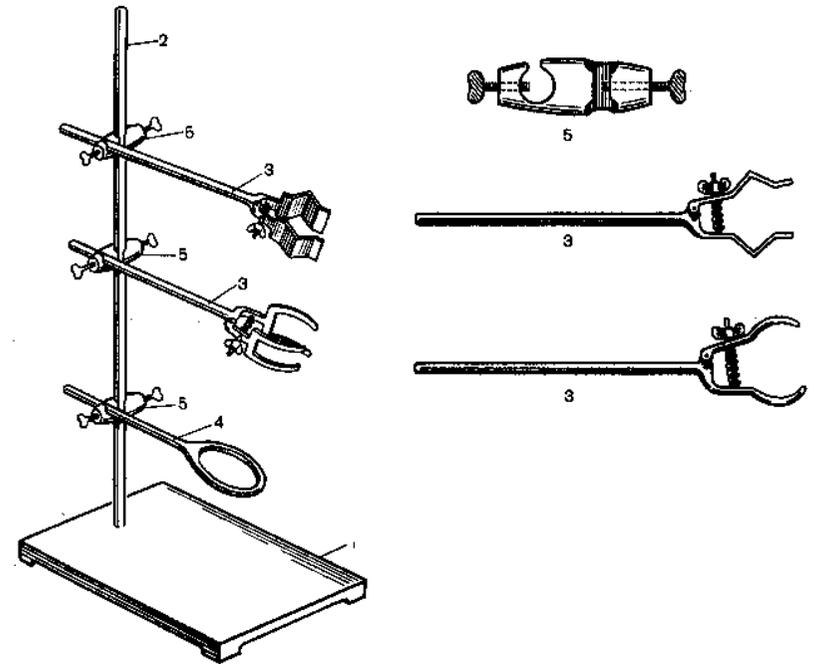


Рис.10. Лабораторный штатив. Объяснение в тексте.

Приборы крепятся на лабораторных **штативах** (рис. 10). Штатив состоит из металлической плиты (1), к которой прикреплена вертикальная штанга (2). Отдельные части прибора крепятся на штативах с помощью лапок (3) и колец (4), которые в свою очередь укрепляются на штанге штатива посредством муфт (5). Части прибора, например горла колб, холодильники, не следует очень сильно зажимать в лапках, поскольку при нагревании стекло расширяется и может треснуть. Для того чтобы не повредить стеклянные части прибора, губки лапок снабжаются амортизирующими прокладками из кожи или резины.

В качестве источников нагрева в лабораторной практике используют газовые горелки, электрические плитки с

закрытой спиралью или специальные колбонагреватели (рис. 11).

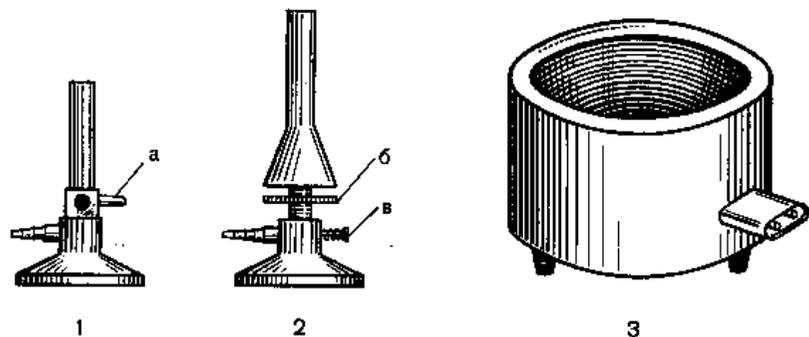


Рис.11. Нагревательные приборы.

1 – горелка Бунзена; 2 – горелка Теклю; 3 – колбонагреватель.
Остальные объяснения в тексте.

Горелка Бунзена снабжена заслонкой (а), регулирующей подачу воздуха, а подача газа в горелку регулируется краном газовой линии. Горелка Теклю имеет диск (б), регулирующей подачу воздуха, и вентиль (в) для регулировки подачи газа. Уменьшая или увеличивая подачу воздуха, можно получать «холодное» (копящее) или «горячее» (светящееся) пламя.

Обычно колбы или другие стеклянные предметы не нагревают непосредственно в пламени горелки. Для их обогрева используют различные бани или асбестированные сетки. Бани представляют собой низкие металлические кастрюли, наполненные подходящим теплоносителем. Водяные бани используют при нагревании до 100 °С. Для достижения более высоких температур применяются песчаные, масляные, глицериновые и другие бани. Очень удобны бани, в которых в качестве теплоносителя используются силиконовые жидкости (см. 11.2).

ОСНОВНЫЕ ПРИЕМЫ ВЫДЕЛЕНИЯ И ОЧИСТКИ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ ПРОСТАЯ ПЕРЕГОНКА ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ.

Перегонкой называют процесс, в ходе которого вещество нагревают в соответствующей аппаратуре до кипения, образовавшийся пар отводят, конденсируют и собирают в приемник. Перегонку используют для разделения жидких летучих веществ и освобождения от нелетучих примесей, с одновременным определением температуры кипения жидкости. Простая перегонка применяется тогда, когда температуры кипения веществ, входящих в состав разделяемой смеси, значительно отличаются друг от друга (не менее 80 °С).

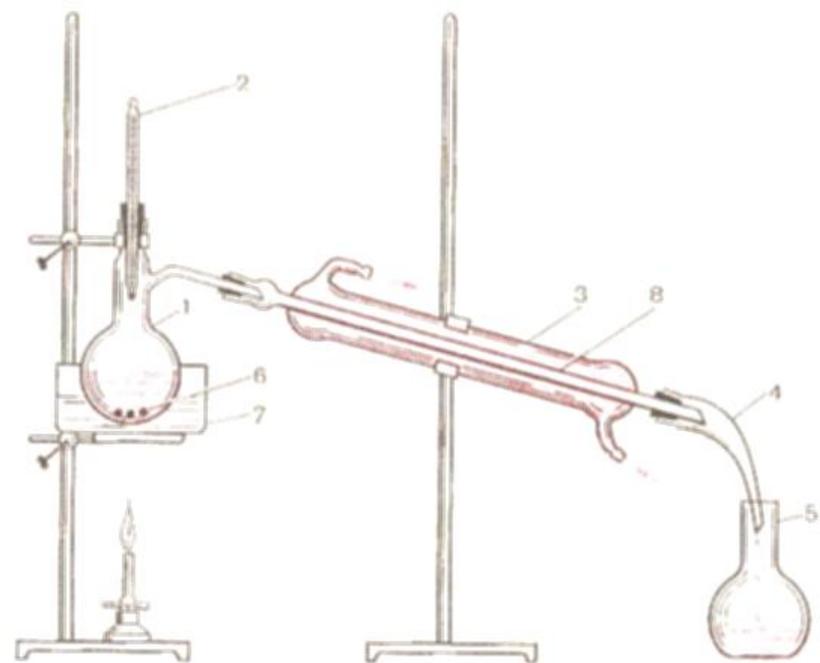


Рис.12. Прибор для простой перегонки при атмосферном давлении. Объяснение в тексте.

Прибор для простой перегонки (рис. 12) состоит из перегонной колбы, обычно — колбы Вюрца (1), снабжённой термометром (2), нисходящего холодильника (3), алонжа (4) и приемника (5). Колба заполняется перегоняемой жидкостью не более чем на $\frac{2}{3}$ объема. Во избежание перегрева и толчков жидкости во время кипения в колбу перед началом нагревания помещают «кипятильники» (6), т. е. 2—3 кусочка пористого материала размером со спичечную головку (пемза, неглазурованный фарфор, фаянс). Шарик термометра должен находиться ниже отвода перегонной колбы на 5 мм. Нагрев колбы осуществляют на бане (7), заполненной подходящим теплоносителем.

Пары кипящей жидкости попадают в форштосс холодильника (8), конденсируются и через алонж попадают в приемник. Перегонку ведут с такой скоростью, чтобы за секунду в приемник попадало 1—2 капли жидкости, и отбирают фракцию, кипящую в узком интервале температур (2—3 °С). Перегонку нельзя вести досуха. Заканчивают перегонку тогда, когда температура кипения станет на 2—3 °С выше той, при которой отгонялась основная масса перегоняемого вещества. После окончания перегонки измеряют объем или массу основной фракции и рассчитывают выход вещества (в процентах) от количества взятой для перегонки жидкости.

ПЕРЕГОНКА С ВОДЯНЫМ ПАРОМ.

Перегонку с водяным паром применяют для очистки высококипящих летучих веществ или отгонки их из реакционной смеси. Метод обычно используется в тех случаях, когда вещество не растворимо или ограниченно растворимо в воде. Сущность перегонки с водяным паром состоит в том, что вещество испаряется при пропускании через него струи водяного пара. Затем испарившееся вещество конденсируется вместе с паром и собирается в приемнике.

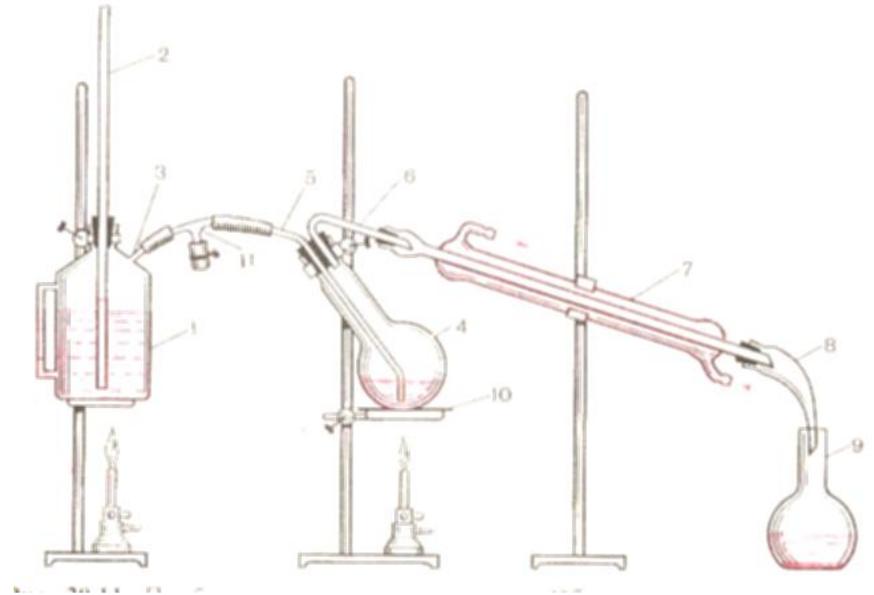


Рис.13. Прибор для перегонки с паром.

Объяснение в тексте.

Прибор для перегонки с водяным паром (рис. 13) состоит из металлического сосуда парообразователя (1), снабженного предохранительной трубкой (2) и патрубком (3) для отвода пара, круглодонной перегонной колбы с длинным горлом (4), пароподающей (5) и пароводной (6) трубок, длинного (не менее 50 см) холодильника (7), алонжа (8) и приемника (9).

Парообразователь заполняется на $\frac{2}{3}$ объема водой, которая нагревается до кипения. Пар через трубку (5) поступает в колбу (4), в которой находится перегоняемое вещество и равное по объему количество воды. Чтобы в перегонной колбе не образовывалось большое количество конденсата водяного пара, колбу нагревают на асбестовой сетке (10). Водяной пар увлекает вещество и вместе с ним через трубку (6) поступает в холодильник, конденсируется и стекает в виде мутной жидкости в приемник. Перегонку ведут до тех пор, пока дистиллят не станет прозрачным (чистая вода). Если перегоняемое вещество растворимо в воде,

периодически берут пробы дистиллята и проводят с ними качественные реакции на перегоняемое вещество. После окончания перегонки открывают кран на тройнике (11) и лишь после этого прекращают нагрев парообразователя и перегонной колбы.

Перегнанное вещество отделяют от воды с помощью делительной воронки. Если вещество заметно растворимо в воде, его **экстрагируют** подходящим органическим растворителем. В тех немногочисленных случаях, когда перегнанное с паром вещество является твердым, его отфильтровывают.

Для аварийного сброса избыточного давления в системе служит предохранительная трубка. Давление может повыситься в тех случаях, когда перегоняется твердое вещество. Оно может кристаллизироваться в форштоссе холодильника и наглухо забить его. Во избежание герметизации прибора в таких ситуациях следует на непродолжительное время прекратить подачу воды в холодильник.

ЭКСТРАКЦИЯ.

Экстракция (извлечение) применяется для очистки веществ от примесей или разделения смесей веществ. Метод основан на различной растворимости веществ в каком-либо растворителе или в двух несмешивающихся растворителях. Наиболее часто требуется извлечь растворенное вещество из водных растворов органическим растворителем. В качестве экстрагентов чаще всего применяются углеводороды (бензол, толуол, петролейный эфир-смесь алканов C_5-C_8), галогенопроизводные углеводородов (хлороформ, дихлорметан, дихлорэтан, тетрахлорметан), простые (диэтиловый) и сложные (этилацетат) эфиры. Наиболее простым прибором для экстракции является делительная воронка. Экстрагент и экстрагируемый раствор наливают в предварительно

подготовленную делительную воронку (см. рис. 4). Воронку закрывают пробкой и осторожно встряхивают, расположив ее горизонтально. После этого поворачивают воронку краном вверх и приоткрывают кран для выравнивания давления. Эти действия повторяют несколько раз до тех пор, пока при открывании крана будет слышен шипящий звук выходящих паров. После завершения экстракции воронку закрепляют в штативе и оставляют до расслоения жидкостей. Затем вынимают пробку и сливают нижний слой жидкости через кран воронки, а верхний — через горло воронки.

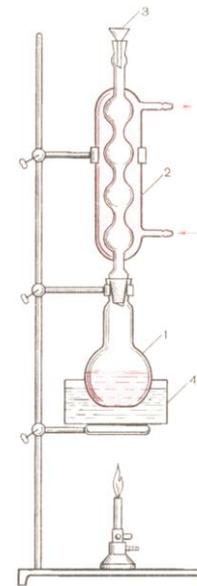
Для полноты извлечения вещества экстракцию проводят дробно, т. е. делят количество растворителя на 2—4 части и экстрагируют отдельно каждой порцией.

КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ.

Кристаллизация (перекристаллизация) — основной метод очистки и разделения твердых веществ. Метод основан на различной растворимости веществ при различных температурах.

Рис. 14. Прибор для растворения перекристаллизуемого вещества.

1 — колба; 2 — обратный холодильник; 3 — воронка; 4 — баня.

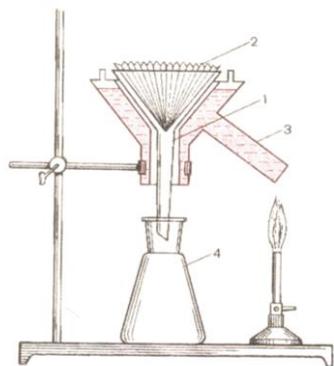


Успех кристаллизации во многом определяется выбором растворителя. Очищаемое вещество должно хорошо растворяться в горячем растворителе и плохо — в холодном. Примеси же должны или очень хорошо или, наоборот, очень плохо растворяться в холодном растворителе. При выборе растворителя обычно руководствуются справочной литературой. Подбор растворителя можно осуществить, проводя опыт в пробирках с малым количеством вещества.

Очищаемое вещество может быть окрашено за счет примесей смолистых веществ. В этих случаях при растворении вещества добавляют небольшое количество активированного угля (3—5% по массе). Уголь можно помещать только в холодный раствор. В противном случае может произойти бурное вскипание раствора.

Кристаллизацию проводят следующим образом. Вещество, небольшое количество растворителя и, если это требуется, активированный уголь помещают в колбу, снабженную обратным холодильником (рис. 14), затем смесь нагревают до кипения, используя подходящую баню.

Рис. 15. Прибор для горячего фильтрования. Объяснение в тексте.



Продолжая нагревание, через форштосс холодильника небольшими порциями добавляют растворитель до тех пор, пока не растворится все вещество. Полученный насыщенный раствор фильтруют в горячем виде.

Прибор для горячего фильтрования (рис. 15) состоит из конической стеклянной воронки (1) со складчатым бумажным фильтром (2), вставленной в металлический кожух (3) с горячей водой. Отфильтрованный раствор стекает в колбу-приемник (4). Горячее фильтрование необходимо для того, чтобы избежать кристаллизации вещества из насыщенного раствора на фильтре. При фильтровании растворов в органических растворителях вблизи прибора не должно быть открытого пламени. Более удобны для проведения горячего фильтрования воронки с электрическим обогревом.

Отфильтрованный в горячем виде раствор медленно охлаждают сначала до комнатной температуры, а потом в холодильнике или бане со льдом. При этом за счет понижения

растворимости выпадают кристаллы чистого вещества, которые отделяют от раствора фильтрованием при пониженном давлении (отсасыванием).

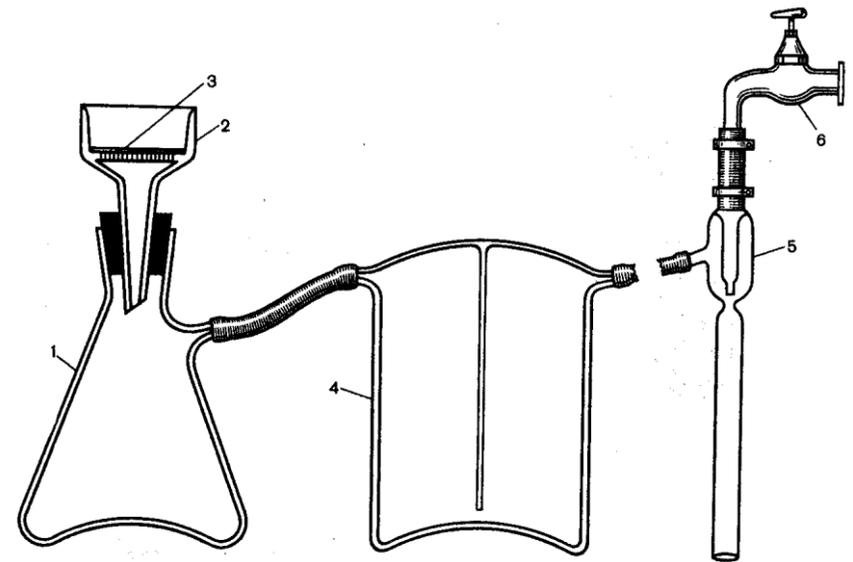


Рис. 16. Устройство для фильтрования при пониженном давлении.

1 – колба Бунзена; 2 – воронка Бюхнера; 3 – бумажный фильтр; 4 – предохранительная склянка; 5 – водоструйный вакуум-насос; 6 – водопроводный кран.

Устройство для **фильтрования при пониженном давлении** (рис. 16) состоит из фарфоровой воронки с плоским дырчатым дном (воронка Бюхнера), толстостенной конической колбы с отводом (колба Бунзена) и вакуум-насоса (обычно водоструйного насоса). На дно воронки Бюхнера укладывается бумажный фильтр, диаметр которого строго соответствует диаметру дна воронки. Затем фильтр смачивается растворителем, колба Бунзена через отвод подключается к предохранительной склянке и далее — к вакуум-насосу.

Выпавшие кристаллы вместе с раствором с помощью стеклянной палочки или узкого шпателя переносят на фильтр.

После того, как раствор отфильтруется, кристаллы отжимают на фильтре с помощью плоской стеклянной пробки. Отжатые кристаллы промывают небольшими порциями холодного растворителя. Для этого колбу отключают от вакуум-насоса, в воронку наливают растворитель, кристаллы аккуратно размешивают гладкой (чтобы не порвать бумажный фильтр) стеклянной палочкой, после чего прибор снова подключают к вакууму.

ВЫСУШИВАНИЕ.

Под **высушиванием** понимают удаление не только воды, но и остатков органических растворителей. Твердые органические вещества сушат на воздухе или в электрических сушильных шкафах, если вещество устойчиво к действию повышенной температуры. Вещества, чувствительные к влаге воздуха, высушивают в эксикаторах при обычном давлении или в вакууме (рис. 14). В качестве осушителей в эксикаторах используются: оксид фосфора (V), безводный хлорид кальция, серная кислота, твердые щелочи, силикагель и др.

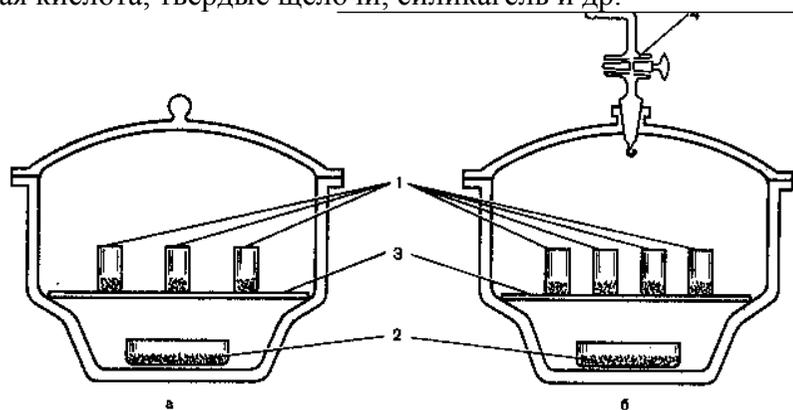


Рис. 17. Обычный (а) и вакуумный (б) эксикаторы.

1 – бюксы с высушиваемым веществом; 2 – осушитель; 3 – фарфоровый вкладыш; 4 – кран.

Органические жидкости и неводные растворы органических веществ высушивают от влаги, помещая в них вещества, активно связывающие воду. Основное требование к осушителю состоит в том, что он не должен взаимодействовать ни с растворителем, ни с растворенным в нем веществом. Для сушки жидкостей используют оксид фосфора (V), твердые щелочи, сульфаты магния, кальция и натрия, хлорид кальция и др.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ.

Определение температуры плавления-один из самых простых и в то же время достаточно надежный способ идентификации кристаллических веществ. Кроме того, температура плавления является критерием чистоты вещества. Чистое вещество плавится в узком интервале температур от 0,1 до 1,0°C. Присутствие примесей снижает температуру плавления вещества и увеличивает интервал между началом и концом плавления.

Температуру плавления определяют в запаянном с одного конца капилляре длиной 30-40 мм и диаметром 0,5-1,0 мм. Пробу тщательно высушенного вещества помещают на часовое или предметное стекло и растирают оплавленной палочкой. Открытый конец капилляра опускают в вещество и медленно передвигают по поверхности стекла, при этом вещество набивается внутрь капилляра. Для уплотнения вещества в капилляре его несколько раз бросают через стеклянную трубку 60-80 см на какую-нибудь твердую поверхность. Слой вещества в капилляре должен быть высотой 3-5 мм. Набитый капилляр прикрепляют резиновым колечком к термометру, конец капилляра должен находиться на одном уровне с шариком термометра.

Термометр с капилляром помещают в прибор для определения температуры плавления (рис. 18), который состоит из круглодонной колбы с вазелиновым маслом или каким-нибудь другим прозрачным теплоносителем. В колбу вставлена пробирка, в которую помещается термометр, при этом он не должен касаться стенок пробирки. Прибор не должен быть герметичным, поэтому на пробках делают вырезы.

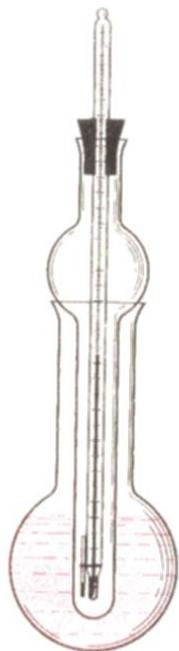


Рис. 18. Прибор для определения температуры плавления.

Прибор нагревают на песчаной бане или асбестовой сетке так, чтобы температура вначале повышалась со скоростью 5-10 °С в минуту, а вблизи температуры плавления –1-2 °С в минуту. В процессе измерения отмечают две температуры: температуру начала плавления, при которой вещество «смокает», т. е. становится похожим на мокрый снег, и температуру, при которой вещество полностью расплавится. Этот диапазон температур и указывается как найденная экспериментальная величина.

СИНТЕЗЫ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ. ЭТИЛБРОМИД.

В круглодонную колбу вместимостью 200 мл помещают 16 мл этанола и 10 мл воды и при постоянном перемешивании медленно добавляют 16 мл концентрированной серной кислоты. Полученную смесь охлаждают под струёй воды до комнатной температуры и добавляют к ней 15 г тонко растертого бромида калия.

Колбу через согнутую под углом 60° трубку («уголок») соединяют с нисходящим холодильником, снабженным алонжем (рис. 19). В приемник наливают воду и помещают несколько кусочков льда. Кончик алонжа погружают в воду. Для дополнительного охлаждения приемник помещают в баню со льдом.

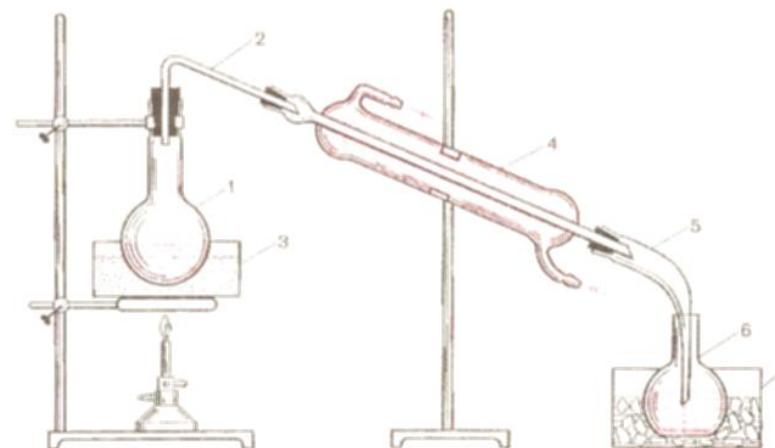


Рис.19. Прибор для получения этилбромида.

1 – круглодонная колба; 2 – «уголок»; 3 – песчаная баня; 4 – холодильник Либиха; 5 – алонж; 6 – приемник; 7 – баня со льдом.

Реакционную смесь нагревают на песчаной бане до тех пор, пока в приемник не перестанут поступать и опускаться на дно тяжелые маслянистые капли этилбромида. Если в процессе реакции смесь начинает сильно вспениваться, следует на некоторое время прекратить нагрев. При этом надо

следить, чтобы воду из приемника не засасывало в алонж и форштосс холодильника.

После окончания реакции этилбромид (нижний слой) отделяют от воды в делительной воронке и помещают в сухую коническую колбу вместимостью 50 мл. Колбу охлаждают в бане со льдом и по каплям при постоянном встряхивании добавляют 2—3 мл концентрированной серной кислоты. Этилбромид летуч, поэтому добавление кислоты следует вести медленно, постоянно охлаждая колбу в бане со льдом. Серная кислота высушивает этилбромид и связывает непрореагировавший этанол.

После добавления серной кислоты смесь переносят в сухую делительную воронку и отделяют этилбромид (верхний слой). Затем этилбромид перегоняют, собирая фракцию, кипящую в интервале 35- 40 °С. Выход продукта ~ 40%.

БЕНЗОЙНАЯ КИСЛОТА.

В круглодонную колбу вместимостью 200 мл, снабженную обратным холодильником (см. рис.14), помещают 3,4 г растертого в порошок перманганата калия, 1,2 мл толуола, 75 мл воды и 2-3 •кусочка неглазурованного фарфора в качестве «кипятильников». Смесь кипятят на песчаной бане в течение 3-4 ч при периодическом взбалтывании. В процессе реакции исчезает фиолетовая окраска перманганата калия и появляется бурый осадок оксида марганца(IV). Если реакционная смесь по истечении указанного времени остается окрашенной, то через форштосс холодильника добавляют несколько капель этанола до полного обесцвечивания раствора. Смесь охлаждают, осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера с отсасыванием и промывают на фильтре горячей водой (2 порции по 10 мл). Фильтрат, содержащий бензоат калия, упаривают в фарфоровой чашке до объема 15-20 мл и добавляют к нему 20% раствор хлороводородной кислоты до кислой реакции на лакмус. Выпавшую бензойную кислоту отфильтровывают на

воронке Бюхнера, промывают на фильтре ледяной водой и перекристаллизовывают из воды с добавлением активированного угля. Выход ~ 70%, т. пл. 122 °С.

ЭТИЛАЦЕТАТ.

В колбу Вюрца вместимостью 100 мл, снабженную капельной воронкой и нисходящим холодильником (см.рис. 20), помещают 3 мл этанола и осторожно при перемешивании добавляют 3 мл концентрированной серной кислоты. Колбу нагревают на песчаной бане до температуры 140°C (термометр помещают в баню). После этого через капельную воронку добавляют смесь 20 мл этанола и 20 мл ледяной уксусной кислоты с такой скоростью, с какой отгоняется образовавшийся эфир. Реакция продолжается 1,5-2 ч, в течение которых необходимо следить, чтобы температура бани не превышала 140 °С. .

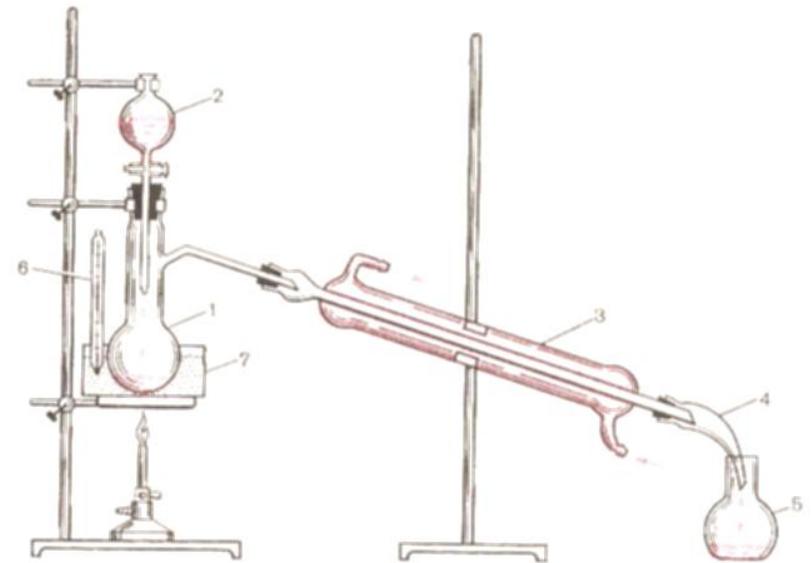


Рис.20. Прибор для получения этилацетата.

1 – колба Вюрца; 2 – капельная воронка; 3 – холодильник Либиха; 4 – алонж; 5 – приемник; 6 – термометр; 7 – песчаная баня.

К отобранному дистилляту при перемешивании небольшими порциями добавляют насыщенный раствор гидрокарбоната натрия для нейтрализации непрореагировавшей уксусной кислоты. После прекращения бурного выделения оксида углерода (ГУ) смесь переносят в делительную воронку и энергично встряхивают в течение нескольких минут, периодически открывая кран воронки. Нижний водный слой сливают, добавляют в воронку 50% раствор хлорида кальция и встряхивают несколько минут, извлекая при этом непрореагировавший этанол. После этого отделяют слой этилацетата и сушат его безводным хлоридом кальция. Высушенный этилацетат перегоняют, собирая фракцию, кипящую при 75-79 °С. Выход ~ 65%.

ГИДРОЛИЗ ФЕНИЛСАЛИЦИЛАТА.

В круглодонную колбу вместимостью 50 мл, снабженную обратным холодильником (см.рис.14), помещают 2,5 г фенолсалицилата и 15 мл 10% раствора гидроксида натрия. Смесь кипятят в течение 1,5-2 ч на песчаной бане. После этого смесь охлаждают и пропускают в нее оксид углерода(1У) из аппарата Киппа до полного разложения феноксида натрия. Затем колбу присоединяют к прибору для перегонки с паром и отгоняют фенол с водяным паром, отбирая при этом ~ 300 мл дистиллята. Оставшийся в перегонной колбе раствор салицилата натрия упаривают в фарфоровой чашке до объема ~ 15 мл и добавляют 20% раствор хлороводородной кислоты до сильно кислой реакции на лакмус. Выпавший осадок салициловой кислоты отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают холодной водой и перекристаллизовывают из воды с добавлением активированного угля. Выход ~ 75%, т. пл. 159 °С.

К дистилляту, полученному при отгонке фенола, небольшими порциями добавляют бромную воду до появления слабой не исчезающей желтой окраски, при этом выпадает хлопьевидный осадок 2,4,6-три-бромфенола. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают холодной водой, отжимают на фильтре, высушивают на воздухе и перекристаллизовывают из этанола. Выход ~ 80%, т. пл. 95 °С.

АЦЕТИЛСАЛИЦИЛОВАЯ КИСЛОТА.

В коническую колбу вместимостью 10 мл, снабженную обратным воздушным холодильником, помещают 1,3 г салициловой кислоты и 1,2 мл уксусного ангидрида и добавляют 1 каплю концентрированной серной кислоты. Смесь нагревают 1 ч на водяной бане при температуре 60 °С (термометр помещают в баню). После этого температуру повышают до 90-95 °С и продолжают нагревание в течение 1 ч. Смесь охлаждают в бане со льдом, выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают сначала ледяной водой, а затем небольшим количеством холодного толуола. Неочищенную ацетилсалициловую кислоту помещают в коническую колбу вместимостью 25 мл, снабженную обратным холодильником, и растворяют в минимальном количестве кипящего этанола (этанол добавляют маленькими порциями через форштосс холодильника). Горячий спиртовой раствор выливают в 2,5-кратный объем теплой воды (~ 50 °С), образовавшемуся прозрачному раствору дают медленно остыть. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и высушивают на воздухе. Выход -80%, т. пл. 128-135 °С. Ацетилсалициловая кислота не имеет четкой температуры плавления, так как при нагревании частично разлагается.

Задание. *Полученная ацетилсалициловая кислота может содержать в качестве примеси салициловую кислоту. Как проверить чистоту полученного препарата?*

АЦЕТАНИЛИД.

В коническую колбу вместимостью 100 мл, снабженную обратным воздушным холодильником, помещают 2 мл анилина и 10 мл воды. Колбу энергично встряхивают и к полученной эмульсии добавляют 2,7 мл уксусного ангидрида. После этого колбу нагревают на кипящей водяной бане 10—15 мин, затем охлаждают в бане со льдом, образовавшиеся кристаллы ацетанилида отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают на фильтре с небольшим количеством холодной воды. Неочищенный ацетанилид перекристаллизовывают из воды с добавлением активированного угля. Выход ~ 80%, т. пл. 114°C.

п-АЦЕТАМИДОФЕНОЛ (ПАРАЦЕТАМОЛ).

В коническую колбу вместимостью 50 мл, снабженную коротким обратным воздушным холодильником, помещают 3,1 г п-аминофенола и 10 мл воды. К полученной суспензии добавляют 3,6 мл уксусного ангидрида. Смесь нагревают на кипящей водяной бане, периодически энергично встряхивая колбу. Через 10 мин весь п-аминофенол растворяется. После охлаждения из реакционной смеси выкристаллизовывается парацетамол, который отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают на фильтре небольшим количеством холодной воды. Продукт перекристаллизовывают из воды, используя активированный уголь, если кристаллы были окрашены. Выход ~ 85%, т. пл. 169 °С.

**РЕАКТИВЫ И КРАТКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИХ
ПРИГОТОВЛЕНИЮ.**

1. Ацетат натрия, безводный.
2. Натронная известь.
3. Бромная вода — насыщенный водный раствор брома: 11 мл брома растворяют в 1 л воды; для повышения растворимости брома можно добавлять 10 г бромида калия.
4. Перманганат калия, 2% водный раствор.
5. Хлороводородная кислота, 10% водный раствор: 220 мл концентрированной хлороводородной кислоты (пл. 1,19) разбавляют водой до объема 1 л.
6. Вазелиновое масло.
7. Серная кислота, концентрированная.
8. Этанол.
9. Карбид кальция.
10. Хлорид меди (I), аммиачный раствор: в 100 мл воды растворяют 1 г хлорида меди (II) и добавляют 10 мл 25% водного раствора аммиака. К полученному синему раствору добавляют гидрохлорид гидроксиламина, пока раствор не обесцветится. Для предохранения реактива от окисления на дно склянки помещают кусочек медной проволоки.
11. Фенолфталеин, 1% спиртовый раствор.
12. Гидроксид натрия, 10% водный раствор.
13. Йод в йодиде калия, водный раствор: 40 г йодида калия растворяют в 60 мл воды и добавляют 20 г йода; после растворения доводят объем раствора до 1 л.
14. Хлороформ.
15. Нитрат серебра, 5% водный раствор.
16. Йодид калия, 10% водный раствор.
17. Крахмальный клейстер.
18. Металлический натрий.
19. Дихромат калия, 5% водный раствор.

20. Серная кислота, 10% водный раствор: 59 мл концентрированной серной кислоты (пл. 1,84) разбавляют водой до объема 1 л.

21. Фенол, 3% водный раствор.

22. Пирокатехин, 1% водный раствор.

23. Резорцин, 1% водный раствор.

24. Гидрохинон, 1% водный раствор.

25. Хлорид железа(III), 1% водный раствор.

26. Анилин.

27. Аммиак, 10% водный раствор: 424 мл 25% раствора аммиака разбавляют водой до объема 1 л.'

28. Формалин.

29. Сульфат меди(II), 2% водный раствор.

30. Уксусная кислота.

31. Бензойная кислота.

32. Синяя лакмусовая бумага.

33. Щавелевая кислота.

34. Гидроксид бария, насыщенный водный раствор: в 1 л раствора содержится 80 г октагидрата гидроксида бария.

35. Мочевина.

36. Азотная кислота, концентрированная.

37. Винная кислота, 15% водный раствор.

38. Гидроксид калия, 5% водный раствор.

39. Ацетилсалициловая кислота.

40. Антипирин.

41. Амидопирин.

42. Кофеин-бензоат натрия, 10% водный раствор.

43. Пероксид водорода, концентрированный.

44. Теофиллин.

45. Хлорид кобальта(II), 5% водный раствор.

46. Теобромин.

47. Глицин, 1% водный раствор.

48. Метиловый красный, 0,2% раствор: 1 г красителя растворяют в 300 мл этанола и разбавляют водой до объема 500 мл.

49. Яичный белок, водный раствор: белок куриного яйца отделяют от желтка и энергично взбалтывают со 100 мл дистиллированной воды; полученный раствор фильтруют от взвешенных частиц и хранят в холодильнике.

50. Ацетат свинца (II), 10% водный раствор.

51. Аммиак, концентрированный раствор.

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Прежде чем приступить к практической работе, необходимо изучить имеющиеся в каждой лаборатории инструкции по технике безопасности. Кроме того, следует изучить правила противопожарной безопасности и меры оказания первой помощи при несчастных случаях (ожогах, отравлениях, травмах и т. п.). Необходимо ознакомиться с имеющимися в лаборатории средствами пожаротушения и правилами пользования ими. Каждый учащийся должен пройти инструктаж и сдать зачет по технике безопасности, расписаться в журнале по технике безопасности и получить допуск к работе.

Общие положения. 1. Любые работы в химической лаборатории следует выполнять точно, аккуратно, без спешки. Запрещается проводить в лаборатории какие-либо работы, не связанные непосредственно с выполнением порученных преподавателем заданий.

2. Следует предварительно изучить свойства синтезируемых веществ и используемых реагентов, обсудить с преподавателем ход выполнения эксперимента и показать ему собранный прибор.

3. Необходимо следить за тем, чтобы внутреннее пространство приборов сообщалось с атмосферой.

4. Нельзя оставлять без присмотра работающие приборы, электронагревательные устройства, газовые горелки. Нельзя работать в лаборатории одному.

5. При нагревании открытых колб и стаканов запрещается заглядывать в них сверху. При нагревании пробирок нельзя направлять их отверстия на себя или в сторону стоящих рядом людей.

6. На всех емкостях с реактивами должны иметься четко написанные этикетки. Запрещается исправлять надписи на

этикетках, наклеивать на старые этикетки новые. Запрещается пользоваться неизвестными реактивами.

7. Нельзя пробовать на вкус какие бы то ни было вещества. Нюхать вещества следует с осторожностью, помахивая ладонью у открытого горла сосудов. Запрещается принимать пищу в лаборатории.

8. Запрещается сливать в раковины отходы химических реактивов, органических растворителей. Для этого в лаборатории должны стоять специальные емкости для слива.

9. Не разрешается нагревать на открытом пламени горелки стеклянную химическую посуду. Надо помнить, что толстостенная посуда, как правило, вообще не предназначена для работы при повышенной температуре.

10. Работы с ядовитыми, дымящими, слезоточивыми веществами следует всегда проводить в вытяжном шкафу.

11. Нельзя проводить какие-либо опыты в загрязненной посуде. Посуду нужно мыть сразу после проведения эксперимента. При работе с неводными растворами использовать только сухую посуду.

Правила работы с кислотами и щелочами.

Минеральные (серная, азотная, хлороводородная), а также сильные органические кислоты при попадании на кожу и слизистые оболочки вызывают химические ожоги. Растворы щелочей (даже разбавленные) тоже опасны для кожи и слизистых оболочек, особую опасность они представляют для роговицы глаза.

1. Все работы с концентрированными кислотами и щелочами следует проводить в защитных очках или масках и резиновых перчатках.

2. Разбавление концентрированных кислот следует проводить в термостойкой посуде, медленно и небольшими порциями добавляя кислоту к воде, а не наоборот.

3. Гидроксид калия или гидроксид натрия нужно растворять, добавляя небольшие кусочки твердой щелочи к воде. Гранулы или куски щелочи нельзя брать руками.

Правила работы с металлическим натрием.

Металлический натрий воспламеняется при соприкосновении с водой, кислотами, галогенопроизводными углеводородов, галогенангидридами и другими веществами.

1. Металлический натрий хранится в толстостенных стеклянных банках под слоем керосина или вазелинового масла.

2. Перед употреблением куски натрия нужно поместить на сухую фильтровальную бумагу и скальпелем срезать оксидную пленку.

3. Приборы, в которых проводятся реакции с металлическим натрием, не следует нагревать на водяной бане.

4. Непрореагировавшие остатки натрия следует уничтожать, растворяя их в этаноле. Запрещается выбрасывать остатки натрия в канализацию.

5. Загоревшийся натрий следует тушить сухим хлоридом натрия.

Меры предосторожности при работе с легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ).

Органические растворители, используемые для синтеза, выделения и очистки веществ, являются, как правило, источниками повышенной опасности. Они легко воспламеняются, быстро горят, их трудно тушить, при горении они могут выделять ядовитые газы.

1. Все работы с ЛВЖ должны проводиться в вытяжном шкафу вдали от открытого огня. Нагревать ЛВЖ следует на банях. При этом запрещается нагревать ЛВЖ в открытой посуде (стаканах, колбах без холодильников).

2. Диэтиловый эфир можно нагревать только горячей водой, предварительно нагретой в другом помещении.

3. Нельзя проводить перегонку ЛВЖ досуха, так как многие из них образуют взрывоопасные органические пероксиды.

4. Нельзя сливать остатки ЛВЖ в канализацию.

5. При воспламенении ЛВЖ в каком-либо сосуде его следует накрыть противопожарным одеялом. Если горящая жидкость разлилась, ее засыпают песком. Не растворяющиеся в воде ЛВЖ нельзя тушить водой, в противном случае это только увеличит очаг воспламенения.

Меры оказания первой помощи при несчастных случаях.

1. При порезах рук стеклом следует прежде всего удалить осколки стекла пинцетом или сильной струёй воды, затем остановить кровотечение 3% раствором пероксида водорода, смазать рану 5% раствором йода и наложить повязку.

2. При термических ожогах нужно сразу же смочить обожженное место 5% раствором танина в 40% спирте. Лучше наложить компресс из ваты или марли, смоченных этим раствором.

3. При ожогах концентрированными кислотами нужно промыть обожженное место водой, а затем 1% раствором гидрокарбоната натрия (сода). При попадании кислоты в глаза их следует промыть 1% раствором гидрокарбоната натрия.

4. При ожогах концентрированными щелочами пораженное место промывается большим количеством воды, а затем 1% раствором уксусной кислоты. При попадании щелочи в глаза, их следует промывать 2% раствором борной кислоты.

5. При ожогах бромом следует смыть его спиртом и смазать пораженное место мазью от ожогов. При отравлении парами брома пострадавшему нужно дать понюхать ватку, смоченную спиртом, и вывести его на свежий воздух.

6. При ожогах жидким фенолом следует растереть побелевший участок кожи глицерином до восстановления нормального цвета кожи.