

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное агентство по образованию
Ярославский государственный университет им. П. Г. Демидова
Кафедра общей и биоорганической химии

**В. В. Ганжа
А. Д. Котов
В. Ю. Орлов**

Органическая химия

*Методические указания
к проведению лабораторных работ*

*Рекомендовано
Научно-методическим советом университета для студентов,
обучающихся по специальности Прикладная информатика
в химии и направлению Химия*

Ярославль 2009

УДК 547
ББК Г 2я73
Г 19

*Рекомендовано
Редакционно-издательским советом университета
в качестве учебного издания. План 2009 года*

Рецензент
кафедра общей и биоорганической химии

Ганжа, В. В. Органическая химия: метод. указания
Г 19 к проведению лабораторных работ / В. В. Ганжа,
А. Д. Котов, В. Ю. Орлов; Яросл. гос. ун-т
им. П. Г. Демидова. – Ярославль : ЯрГУ, 2009. – 72 с.

Методические указания содержат правила по безопасному проведению лабораторных работ, сведения о лабораторном оборудовании и химической посуде, способах определения чистоты и констант органических веществ, методики синтеза органических соединений разных классов и исследования их свойств.

Составлены в соответствии с учебной программой курса «Органическая химия» для студентов факультета биологии и экологии Ярославского государственного университета им. П. Г. Демидова, обучающихся по специальности 080801 Прикладная информатика в химии и направлению 020100 Химия (дисциплина «Органическая химия», блок ОПД), очной формы обучения.

УДК 547
ББК Г 2я73

© Ярославский государственный
университет им. П. Г. Демидова,
2009

1. Техника безопасности при работе в химической лаборатории класса опасности A/B1 B-1a

Наиболее вероятный источник несчастных случаев – неумелое обращение с химическими веществами (отравление, химические ожоги, пожары, взрывы, аллергии), с лабораторными приборами (поражение электрическим током, термические ожоги и травмы), а также со стеклянными приборами и посудой (порезы и т. д.).

Допуск студентов в лабораторию для занятий разрешается только после знакомства с инструкцией по технике безопасности и вводного инструктажа, что фиксируется личной росписью прошедших инструктаж. Лица, грубо нарушившие правила работы и техники безопасности в лаборатории, отстраняются преподавателем от выполнения лабораторных работ до сдачи зачета по технике безопасности.

Ответственность за хранение реактивов, приборов, оборудования и материалов, правила их выдачи возлагаются на лаборанта. Каждый работающий должен знать, где в лаборатории находятся аптечка для оказания первой медицинской помощи, индивидуальные средства защиты (маска, перчатки, противогаз, резиновые калоши, фартук), средства пожаротушения (ящик с песком, огнестойкое одеяло, огнетушитель), средства для оказания первой медицинской помощи. В конце занятий все студенты обязаны навести порядок на своем рабочем месте, проверить выключение электроэнергии, воды, приборов и аппаратов, убрать легко воспламеняющийся мусор, вымыть стеклянную посуду, сдать реактивы лаборанту. После этого сдать рабочее место дежурным по лаборатории, которые в свою очередь сдают лабораторию лаборанту.

Общие правила проведения работ

При выполнении работы не загромождайте рабочее место лишними предметами. Работающий должен знать основные свойства используемых и получаемых веществ, их действие на орга-

низм, правила работы с ними и на основе этого принять все меры для безопасности проведения работ.

Запрещено проводить опыты в грязной посуде, а также пользоваться для проведения опытов веществами из склянок без этикеток или с неразборчивой надписью. Нельзя выливать избыток реактива из пробирки обратно в реактивную склянку. Сухие соли набирают чистым шпателем или ложечкой. Не следует путать пробки от разных склянок. Чтобы внутренняя сторона пробки оставалась чистой, пробку кладут на стол внешней поверхностью. Нельзя уносить реактивы общего пользования на свое рабочее место.

После опытов дорогостоящие реактивы (например, остатки солей серебра) собирают в специально отведенную посуду. Нельзя выливать в раковину остатки растворителей, горючих веществ, реакционные смеси, растворы кислот, щелочей и других вредных веществ. Они собираются в специальную посуду («слив органики»).

Запрещено засорять раковины и сливы в шкафах песком, бумагой, битой посудой и другими твердыми отходами, что приводит к выходу канализации из строя. Все твердые отходы следует выбрасывать в урну. При выполнении работ бережно расходуйте реактивы, электричество и воду. Нельзя оставлять без надобности включенные электроприборы и горящие спиртовки. По окончании работ нужно немедленно отключить электроприборы и погасить спиртовки.

Выполнение лабораторной работы и каждого отдельного опыта требует строгого соблюдения всех указаний, содержащихся в описании работы. Опыт должен исполняться тщательно, аккуратно и без спешки. Студентам **категорически запрещается** без разрешения преподавателя проводить какие-либо опыты, не относящиеся к данной работе, или изменять порядок проведения опыта. Следует помнить, что каждый, даже кажущийся внешне простым опыт может оказаться при необдуманном выполнении опасным.

В лаборатории запрещается пробовать на вкус реактивы, а также принимать пищу, пить и курить. Перед уходом из лаборатории рекомендуется тщательно мыть руки.

Правила техники безопасности

Перед началом работы необходимо надеть спецодежду, подготовить рабочее место, убрать все лишнее. Нельзя класть на лабораторные столы посторонние предметы (сумки, шапки и др.), а также вешать в лаборатории верхнюю одежду. Все работы необходимо проводить только в вытяжном шкафу при работающей вентиляции. Створки, дверцы и заслонки вытяжных шкафов во время работы следует держать максимально закрытыми (до 18–20 см от его рабочей поверхности). Избегайте лишних движений и разговоров в лаборатории. Избегайте непосредственных контактов кожи, глаз и дыхательных путей с химикатами.

Измельчение твердых веществ, дающих едкую пыль (щелочи, известь, йод и др.), разбавление концентрированных кислот и щелочей и т. п. нужно проводить в фарфоровой посуде в вытяжном шкафу, защитив глаза очками, а руки перчатками. Разбавляя концентрированные кислоты, особенно серную, осторожно вливают кислоту в воду.

С легковоспламеняющимися жидкостями нельзя работать вблизи нагревательных приборов. Запрещается нагревать летучие легковоспламеняющиеся жидкости, вещества (эфир, бензины, спирты, ацетон и т. д.) на открытом пламени. Для этого необходимо использовать водяную или масляную баню.

Перед использованием спиртовка должна быть заправлена этанолом (не более $\frac{2}{3}$ объема спиртовки), диск плотно прикрывает отверстие резервуара спиртовки, фитиль в трубке должен входить не слишком плотно, но и не выпадать из трубки. Неиспользуемая спиртовка должна быть закрыта колпачком. Спиртовку зажигают только от горящей спички или лучинки. Нельзя зажигать ее от другой спиртовки или от зажигалки. Никогда не следует дуть на горящую спиртовку. Тушат ее, накрыв колпачком. Регулировка пламени производится выдвижением (увеличение пламени) или убираем фитиля (уменьшение пламени). Нагревание на спиртовке производят следующим образом: сначала прогревают пробирку с содержимым в течение 15–20 секунд, затем приступают непосредственно к нагреванию содержимого пробирки. При нагревании нельзя прикасаться дном пробирки к фитилю. На спиртовке можно нагревать только посуду из тонкого

(химического) стекла. Пробирки при нагревании закрепляют либо в штативной лапке, либо в пробиркодержателе ближе к отверстию. Отверстие пробирки необходимо направлять от себя и окружающих во избежание выброса веществ из пробирки.

Знакомясь с запахом вещества, нельзя наклоняться над сосудом с жидкостью и вдыхать полной грудью. Для этого нужно направить рукой струю воздуха от отверстия сосуда к себе и сделать носом легкий вдох.

Запрещается набирать раствор при помощи пипетки или трубки любые вещества. Для этого следует пользоваться сифоном или резиновой грушей.

Особенно внимательно нужно проводить сборку установок из стекла. При этом нельзя зажимать стеклянные изделия в лапки штативов без соответствующей мягкой прокладки. Особенно осторожно обращайтесь с тонкостенной посудой, термометрами и холодильниками.

Нельзя нагревать закупоренные любые аппараты и сосуды. Нельзя нагревать жидкости в толстостенной и мерной посуде (она может лопнуть).

При приливании реактивов нельзя наклоняться над отверстием сосуда во избежание попадания брызг на лицо и одежду. Нельзя также наклоняться над нагреваемой жидкостью, так как ее может выбросить. Никогда не направляйте открытый конец пробирки к себе или в сторону вашего соседа.

Правила противопожарной безопасности

Осторожно обращайтесь с нагревательными приборами. Запрещается работать с неисправным оборудованием и приборами. Категорически запрещается использовать для подключения электроприборы с оголенными проводами или с поврежденной изоляцией.

В случае воспламенения горючих веществ быстро выключите вентиляцию вытяжного шкафа, погасите спиртовку, обесточьте электронагревательные приборы, уберите сосуды с огнеопасными веществами и тушите пожар:

а) горящие жидкости прикройте асбестом, а затем, если нужно, засыпьте песком, но не заливайте водой;

- б) загоревшийся фосфор гасите мокрым песком или водой;
- в) в случае воспламенения щелочных металлов гасите пламя только сухим песком, но не водой;
- г) в случае возгорания одежды на человеке необходимо накрыть его асбестовым одеялом;
- д) небольшие локальные пожары тушить при помощи углекислотного огнетушителя; при большом задымлении использовать противогаз.

В случаях пожара в лаборатории студенты должны немедленно покинуть помещение.

Меры первой помощи при несчастных случаях

В лаборатории бывают случаи, требующие неотложной медицинской помощи, – порезы рук стеклом, ожоги горячими предметами, кислотами, щелочами. Для оказания первой помощи в лаборатории имеется аптечка. ***В серьезных случаях необходимо пострадавшего сопроводить к врачу.***

При мелких порезах стеклом удалите осколки из раны, смойте кровь, продезинфицируйте раствором йода и перевяжите бинтом. При ожоге рук или лица реактивом смойте реактив большим количеством воды, затем в случае ожога щелочью – раствором борной кислоты, в случае ожога кислотой – раствором гидрокарбоната натрия, а затем опять водой. Одежду, соприкасавшуюся с реактивами, следует снять. При ожоге горячей жидкостью или горячим предметом обожженное место промойте проточной холодной водой в течение 5–10 мин. Затем следует немедленно доставить пострадавшего в ближайшее лечебное учреждение.

При попадании химического вещества в глаза их необходимо обильно промыть в течение 10–15 мин струей холодной воды так, чтобы она стекала от носа к виску. Веки пораженного глаза во время промывания должны быть осторожно развернуты. Контактные линзы перед промыванием следует снять. Затем в любом случае пострадавшего незамедлительно доставить в глазную клинику.

При попадании яда внутрь необходимо вызвать рвоту приемом теплого раствора поваренной соли (3–4 чайные ложки на стакан воды) и затем надавить пальцем на заднюю часть зева, да-

вая пострадавшему пить большое количество теплой воды. Если пострадавший потерял сознание или же отравление вызвано проглатыванием растворителя, кислоты или щелочи, то рвоту вызывать нельзя. Пострадавшего перенести на свежий воздух и оставить в спокойном положении в тепле. Немедленно вызвать бригаду неотложной помощи.

При поражении электрическим током необходимо быстро освободить пострадавшего от действия тока путем отключения электроэнергии общим рубильником. Вынести пострадавшего на свежий воздух и при необходимости сделать ему искусственное дыхание и массаж сердца. Немедленно вызвать скорую помощь.

2. Оформление отчета о лабораторной работе

1. Дата проведения работы.
2. Название работы.
3. Реактивы и аппаратура.
4. Основные физико-химические константы исходных и конечных *органических* соединений (в виде таблицы).
5. Схемы (уравнения) протекающих реакций с указанием наблюдаемых изменений.
6. Результаты и выводы по работе.

Пример оформления лабораторной работы.

1.09.2010 г.

Открытие углерода в крахмале

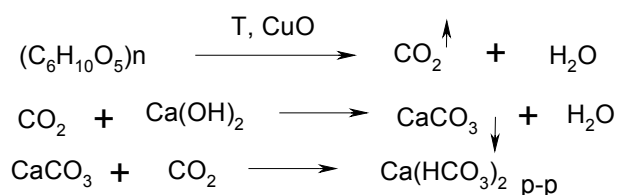
Реактивы: крахмал, CuO, CuSO₄, известковая вода.

Оборудование: пробирки, штатив, спиртовка.

Константы органических веществ:

Название и структурная формула вещества	M _r	T _{пл.} , °C	T _{кип.} , °C	Плотность, г/см ³	n _D ²⁰	Растворимость
<i>Крахмал</i> (C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	Полисахарид	Разл.	-	Белый аморфный порошок	-	Нераст. в воде и орг. растворителях

Схемы реакций:



Результаты и выводы по работе: Помутнение известковой воды свидетельствует о выделении при термическом разложении крахмала углекислого газа, содержащего углерод, что доказывает присутствие углерода в крахмале.

3. Оборудование химической лаборатории и химическая посуда

В лабораторной практике используются различные виды химической посуды, приборы и аппараты. Это могут быть простейшие приспособления, выполненные из различных сортов стекла, такие как химические стаканы, **конические** воронки для фильтрации, **круглодонные** и **плоскодонные** колбы (см. рис. 1). Данный вид химической посуды обозначают как «**посуда общего назначения**».

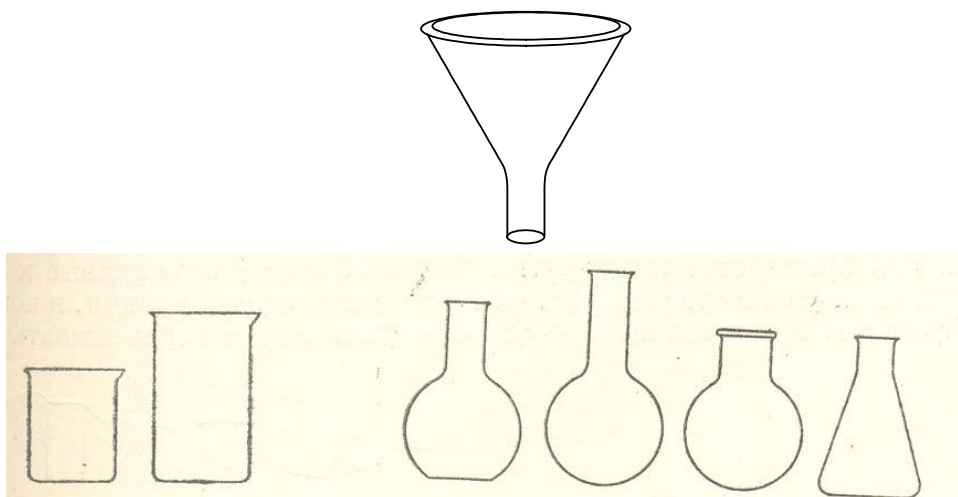


Рис. 1. Химическая посуда общего назначения

Всегда следует перед началом работы точно определить, является ли используемая посуда термостойкой или нет. Также следует отмечать наличие **повреждений** на посуде, подвергаемой нагреву (сколы, трещины и т. д.).

Термостойкое стекло на заводах-изготовителях помечают **матовым белым символом**, это может быть квадрат, прямоугольник или круг. Такую посуду можно нагревать непосредственно на электроплитке **через асбест**. Посуду без соответствующего символа можно подвергать нагреву только при помощи **«бани»** с соответствующим теплоносителем (вода, масло, глицерин, песок).

Также из стеклянной химической посуды **«общего назначения»** в лабораторной практике используются пробирки, стеклянные шпатели, трубки из легкоплавкого стекла (их можно сгибать под нужным углом даже на пламени спиртовки), стеклянные палочки.

Отдельно стоит отметить **фарфоровую химическую посуду**, среди которой наибольшее употребление находят чаши для выпаривания, ступки и пестики для измельчения твердых веществ, фарфоровые шпатели и стаканы.

Следует четко различать **чаши** для выпаривания и **ступки** для растирания веществ. Первые **тонкостенные и круглодонные**, что способствует быстрейшему испарению сольвента, вторые, напротив, выполнены из «массивного» фарфора, и нагревать их **не рекомендуется**.

Фарфоровые стаканы используют в основном для смешивания воды с кислотами или щелочами, а также для проведения реакций нейтрализации.

Также выделяют химическую посуду **«специального назначения»**.

Сюда относят специализированные элементы лабораторных установок, такие как двух-, и трехгорлые круглодонные колбы, которые используют в качестве химических реакторов, делительные воронки (служат для экстракции), алонжи, насадки Дина-Старка и Клайзена, пористые фильтры Шотта, воронки Бюхнера и колбы Бунзена для вакуум-фильтрации, холодильники Либиха, которые в зависимости от своего положения в гравитационном

поле Земли могут быть «прямыми» (нисходящими) или «обратными», капельные воронки (рис. 2).

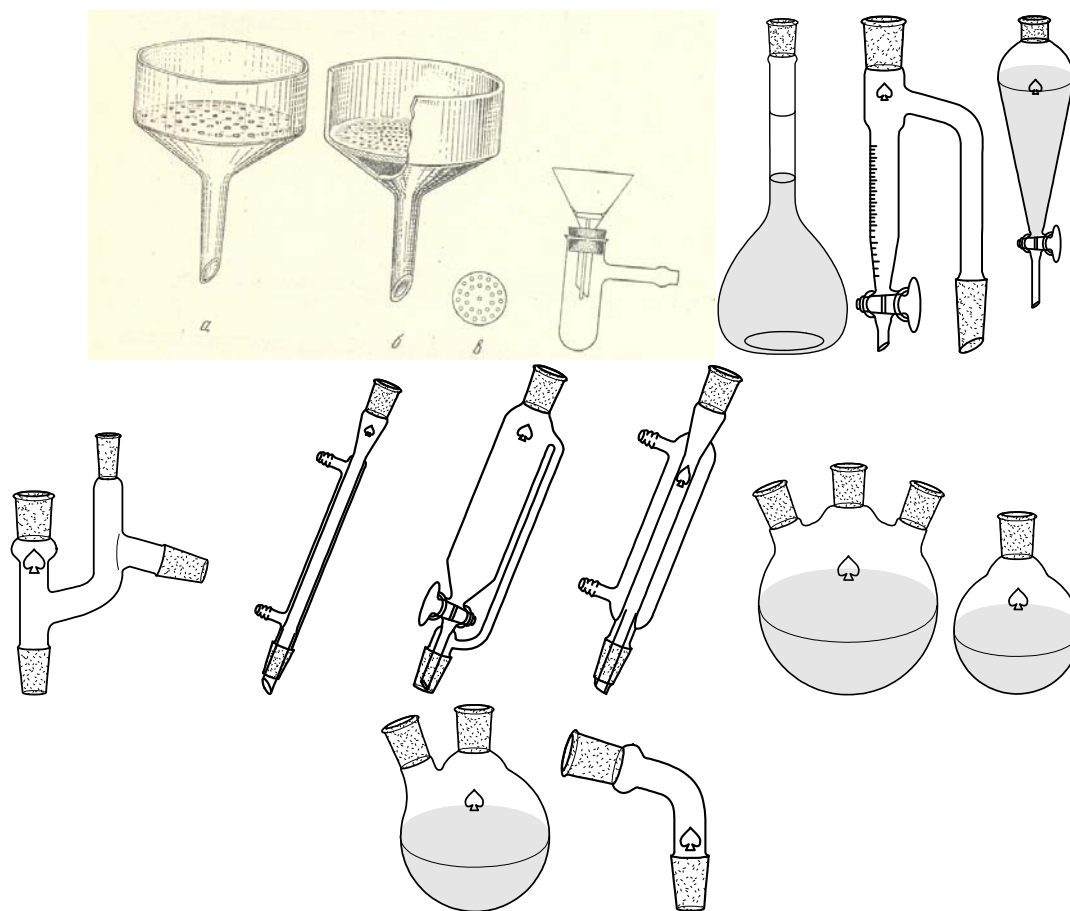


Рис. 2. Химическая посуда специального назначения

4. Определение индивидуальности и некоторых констант органических соединений

Тонкослойная хроматография

Будучи несложной по технике выполнения, тонкослойная хроматография (ТСХ) дает вполне удовлетворительные результаты при предварительном определении пестицидов и других органических соединений-загрязнителей. Она занимает особое место среди других хроматографических методов благодаря простоте

методики и доступности оборудования, широкой области применения, высокой экономичности, достаточно высокой селективности и чувствительности.

ТСХ – широко распространенный вариант *жидкостной хроматографии*, отличающийся от *колоночной хроматографии* по форме неподвижной фазы и способу перемещения подвижной фазы, а также по технике исполнения и аппаратурному оформлению хроматографического процесса. В ТСХ процесс разделения происходит в слое тонкодисперсного сорбента, нанесенного на стеклянную или металлическую пластинку (рис. 3). Толщина такого слоя во много раз меньше его длины или ширины. Именно поэтому вместе с бумажной хроматографией ТСХ относят к *плоскостным хроматографическим методам*.

Данный метод успешно применяется для разделения очень малых количеств веществ (до 0,1–0,005 мкг). В отличие от колоночной хроматографии при ТСХ слой сорбента наносят на горизонтальную стеклянную, металлическую или пластмассовую пластинки (ТСХ с незакрепленным слоем) или применяют закрепление слоя крахмалом, сульфатом кальция и другими связывающими агентами. Кроме того, можно использовать выпускаемые промышленностью готовые пластинки для ТСХ с закрепленным слоем силикагеля на алюминиевой фольге (силуфоловые пластинки) или подобные им пластины для тонкослойной хроматографии.

Процедура анализа смеси веществ методом ТСХ такова. На расстоянии 1,5–2 см от короткого края пластинки проводят поперечную линию, являющуюся линией старта, и на нее капиллярами, микропипетками или микрошприцами в виде точки или полоски наносят анализируемую смесь и стандартные вещества («свидетели»).

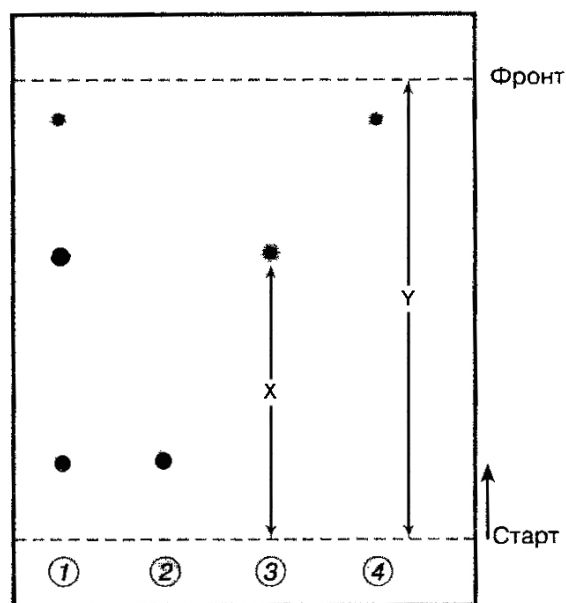


Рис. 3. Схема анализа методом ТСХ: 1 – анализируемая смесь, 2–4 – стандартные вещества (“свидетели”)

В одну точку можно наносить от 50 мкг до 1 мг вещества. После нанесения образцов на сорбент пластинку переносят в герметичную камеру для хроматографического анализа и погружают в растворитель, который выполняет роль подвижной фазы (рис. 4). Растворитель (или смесь растворителей) заливают заранее в хроматографическую камеру, чтобы в ней установилась равновесная упругость паров. В противном случае растворитель, поднимаясь вверх по пластинке, будет интенсивно испаряться, что отразится на качестве разделения. При погружении пластинки в растворитель нужно следить за тем, чтобы стартовая линия была выше уровня растворителя. Под действием капиллярных сил растворитель движется вдоль слоя сорбента и с разной скоростью переносит компоненты смеси, что приводит к их разделению. Принцип разделения такой же, как в других видах хроматографии, – неодинаковое сродство разделяемых веществ к подвижной жидкой фазе и стационарному сорбенту (различие в сорбции). После достижения растворителем линии фронта пластинку высушивают и проводят идентификацию компонентов смеси.

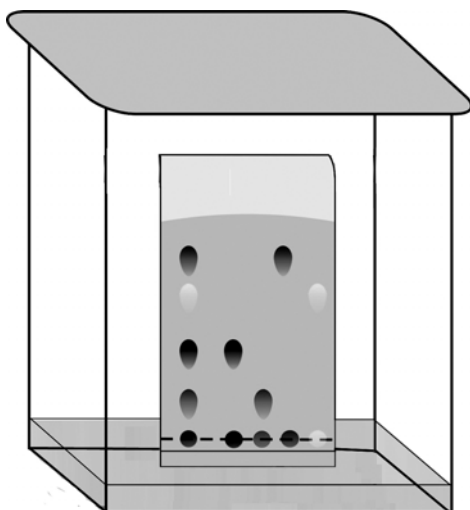


Рис. 4. Осуществление процесса ТСХ

Многие вещества не обнаруживаются визуально в видимой области и их детектирование можно проводить при рассмотрении пластинки в УФ-излучении (рис. 5) или идентифицировать соответствующие соединения путем опрыскивания пластины химическими реагентами (число которых в настоящее время перевалило за цифру 300).

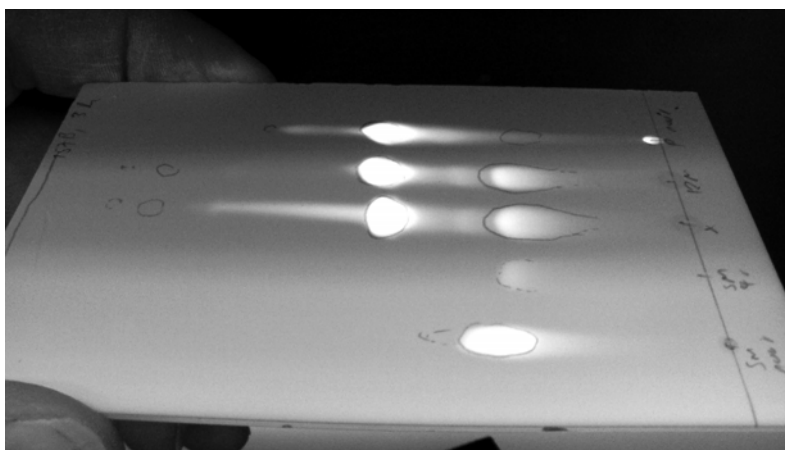


Рис. 5. Обнаружение анализируемых веществ на ТСХ-пластинке под действием УФ-излучения

Первый способ основан на регистрации поглощения в УФ-области (вариант а) или регистрации собственной флуоресценции разделенных соединений (вариант б). Для варианта а в слой адсорбента на пластинке вводятся флуоресцентные индикаторы

(люминофоры), которые при облучении УФ-светом возбуждаются при такой длине волны, при которой детектируемые вещества поглощают. В результате разделенные соединения становятся хорошо видимыми в виде темных зон на светящемся сорбенте.

Одним из наиболее чувствительных методов детектирования является способ (вариант б), в котором наблюдают собственную флуоресценцию при воздействии на пластины УФ-излучения с длиной волны возбуждающей флуоресценцию данного соединения. Имеются специальные средства, усиливающие флуоресценцию некоторых компонентов.

При детектировании вторым способом в качестве универсальных реагентов используют концентрированные кислоты, в первую очередь серную кислоту. После опрыскивания пластины некоторые химические соединения приобретают окраску и становятся видимыми на холоде, многие проявляются при нагревании. Для обнаружения химически инертных по отношению к серной кислоте соединений добавляют азотную кислоту или другие окислители (перманганат либо бихромат калия). Многочисленную группу (до нескольких сотен) составляют специфические реагенты на индивидуальные соединения и отдельные классы соединений. Проявление (визуализация) пластинок осуществляется опрыскиванием пластин соответствующими реагентами с дополнительной (при необходимости) обработкой пластинок (например, нагреванием).

Особенностью ТСХ является возможность последовательного использования нескольких реагентов для детектирования разных классов соединений или соединений с различными функциональными группами. Наилучшие результаты достигаются в случае использования специфических реагентов, применяемых для обнаружения определенных классов органических или неорганических соединений.

Важной характеристикой степени разделения определяемых соединений является величина, называемая *индексом подвижности* (R_f) – отношение расстояния от центра пятна анализируемого компонента на пластинке до линии старта (х) к расстоянию (у), пройденному растворителем от линии старта до линии фронта (рис. 3). Величина R_f является характеристикой природы опреде-

ляемого соединения. Поскольку величина R_f зависит от свойств сорбента и растворителя, используемых для разделения, необходимо сравнение величин R_f исследуемого вещества со стандартным веществом – “свидетелем”, наносимым на ту же пластинку. “Свидетелем” служит предполагаемое чистое вещество. Идентификацию веществ (качественный анализ) можно проводить по равенству значений R_f анализируемого вещества и стандарта (“свидетеля”).

Определение температуры плавления

Наиболее удобно (и обычно принято) определять температуру плавления в капилляре. С одного, более узкого, конца эти капилляры запаивают, для чего их вводят направленным вверх концом в пламя спиртовки и, вращая, нагревают в течение непродолжительного времени.

Для заполнения капилляра его вводят открытым концом в исследуемое вещество; при этом некоторое количество последнего падает в капилляр. Вещество перемещают на дно капилляра следующим образом. Берут тонкую стеклянную трубку (длиною 20–30 см) и ставят ее в вертикальном положении на стол. В верхний конец трубки вносят капилляр и отпускают его запаянным концом вниз. Падая, капилляр ударяется о крышку стола, в результате чего вещество спадает на дно и уплотняется там. Такой прием повторяют несколько раз. Для определения температуры плавления вещество должно заполнять капилляр слоем высотой в 2–3 мм.

Капилляр с веществом помещают в прибор для определения температуры плавления (рис. 6). Прибор включают, устанавливают режим нагревания.

Если температура плавления вещества известна и определение производят с целью установления степени чистоты вещества, то сначала быстро нагревают прибор до температуры, лежащей примерно на 10° ниже ожидаемой температуры плавления; затем нагрев уменьшают и далее поднимают температуру очень медленно (не более чем на 1° в минуту).

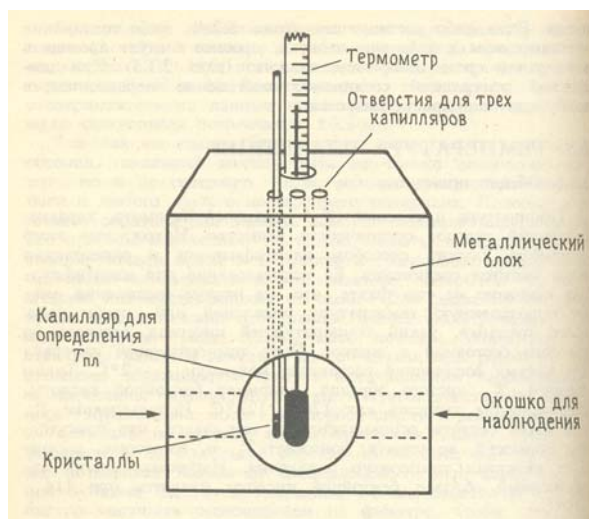


Рис. 6. Прибор для определения температуры плавления

Температурой плавления считается та температура, при которой замечается первое появление жидкой фазы. Если вещество чистое, то оно полностью плавится в пределах $0,5-1,0^{\circ}$.

Термометр, при помощи которого определяют температуру плавления, должен быть предварительно проверен, так как его периодическое нагревание и охлаждение приводит к смещению нулевой точки. Нулевую точку устанавливают, погружая термометр в смесь воды со льдом (полученным замораживанием дистиллированной воды). Точку, отвечающую температуре 100° , проверяют, помещая термометр в пары кипящей воды. Если атмосферное давление при этом отличается от 760 мм, то на каждые 10 мм вводят поправку в $0,37^{\circ}$. Точки вблизи 200° могут быть проверены помещением термометра в пары кипящего анилина ($184,4^{\circ}$) или нафталина (218°). Поправка на колебание атмосферного давления в случае анилина равна $0,51^{\circ}$, в случае нафталина $0,58^{\circ}$ на каждые 10 мм.

Определение температуры плавления производят не только с целью установления чистоты известного продукта, но и для идентификации вещества, т. е. установления тождества исследуемого соединения с каким-либо известным (описанным в литературе) веществом.

Тождество исследуемого вещества с описанным устанавливают на основании общности характерных реакций, совпадения состава и физических констант, из которых температура плавления

ния имеет наибольшее значение, так как ее величина сильно изменяется даже при незначительных отличиях в строении веществ.

Однако не всегда данные по определению температуры плавления могут считаться достаточными для идентифицирования двух веществ, так как не исключена возможность, что различные вещества могут иногда оказаться обладающими одинаковыми или весьма близкими температурами плавления. В таких случаях прибегают к определению температуры плавления так называемой смешанной пробы обоих веществ. Для этого берут небольшое количество подлежащего идентификации вещества и сплавляют его с равным количеством чистого препарата того вещества, тождество с которым хотят установить. Полученный расплав измельчают, помещают в капилляр и обычным порядком определяют температуру его плавления. Если оба вещества идентичны, то их смесь будет плавиться при той же температуре, что и каждое из веществ в отдельности. Если же вещества различны, то их смесь, как правило, плавится при более низкой температуре, чем чистые вещества.

Многие органические вещества при плавлении разлагаются, и это сопровождается их потемнением, а иногда и обугливанием. В этом случае точка плавления будет нечеткой.

Определение температуры кипения

Определение температуры кипения обычно производят при перегонке вещества в процессе его очистки. Для получения более точных данных исследуемое вещество перегоняют из перегонной колбочки, применяя проверенный термометр. Удобно пользоваться набором термометров с укороченной шкалой, так как при этом отпадает необходимость вводить поправку на выступающий над пробкой столбик ртути. В колбочку обязательно нужно бросить капилляры или кусочки пористой глиняной тарелки для устранения перегрева жидкости и обеспечения равномерности кипения. Надо следить также за тем, чтобы не подвергались нагреванию непокрытые жидкостью стенки колбы, так как при этом может происходить перегрев паров кипящей жидкости, и термометр будет показывать более высокую температуру.

Определение температуры кипения малого количества жидкости удобно проводить микрометодом Сиволобова. Каплю жидкости помещают в запаянную с одного конца тонкостенную стеклянную трубку диаметром 2,5–3 мм. В трубку опускают запаянный с верхнего конца капилляр, прикрепляют трубку к термометру (рис. 7) и нагревают в приборе.



Рис. 7. Определение температуры кипения малых количеств жидкости

Как только исследуемая жидкость в капилляре нагреется до температуры чуть выше температуры ее кипения (перегрев!), из капилляра непрерывной струей начнут выходить пузырьки (капилляр при этом содрогается). Для точного установления температуры кипения дальнейшее нагревание прекращают и отмечают ту температуру, при которой перестанут выделяться пузырьки.

Определение удельного веса

Удельный вес определяют наиболее точно при помощи пикнометра. Для удобства взвешивания к пикнометру прикрепляют петлю из тонкой алюминиевой проволоки. Емкость резервуара пикнометра может быть различной; обычно пользуются пикнометрами от 1 до 5 мл.

Сначала на аналитических весах определяют вес пустого пикнометра (вместе с проволокой). Затем при помощи маленькой воронки с оттянутым в капилляр концом пикнометр наполняют свежеперегнанной дистиллированной водой и помещают в водя-

ную баню, имеющую температуру 20° . Температуру воды поддерживают постоянной, приливая небольшими порциями теплую (или холодную, в зависимости от температуры помещения) воду и хорошо ее перемешивая. Для измерения температуры пользуются выверенным термометром с делениями на $0,2^{\circ}$. По истечении 20–30 мин вода в пикнометре приобретает температуру воды в сосуде; тогда устанавливают уровень воды в пикнометре точно по метке, удаляя ее избыток при помощи капиллярной пипетки. Капли воды, приставшие к стенкам горла пикнометра, удаляют при помощи фильтровальной бумаги. Пикнометр закрывают пробкой, вынимают из бани, тщательно обтирают снаружи фильтровальной бумагой и взвешивают. Вес пикнометра с водой определяют дважды и из полученных величин берут среднее значение. Вычитая из найденного веса вес пустого пикнометра, узнают вес воды, содержащейся в пикнометре при 20° .

Затем удаляют из пикнометра воду, высушивают его, споласкивая последовательно спиртом и эфиром (сушить пикнометр путем нагревания нельзя), удаляют остатки эфира просасыванием воздуха и наполняют пикнометр исследуемой жидкостью. Пикнометр с жидкостью снова выдерживают 20–30 мин в водяной бане при 20° , доводят уровень жидкости до метки и взвешивают. Из полученной величины вычитают вес пустого пикнометра и находят вес жидкости, содержащейся в пикнометре при 20° .

Отношение найденного веса жидкости к весу воды, содержащейся в пикнометре при 20° , дает удельный вес данного вещества при 20° по отношению к воде при 20° ; этот удельный вес обозначается символом d_{20}^{20} .

Обычно принято вычислять удельный вес вещества по отношению к весу воды при 4° , так как плотность воды при 20° равна 0,9982, то ранее найденный удельный вес нужно умножить на эту величину.

Обозначая удельный вес жидкости при 20° по отношению к воде при 4° символом d_4^{20} , получим: $d_4^{20} = d_{20}^{20} \cdot 0,9982$.

Не обязательно, чтобы температура бани была равна 20° ; важно лишь, чтобы во время опыта она поддерживалась постоянной. Так как плотность воды при различных температурах хорошо известна (таблица), то простым пересчетом можно найти вес

соответствующего объема воды при 20° (или при 4°). Желательно все же, чтобы температура воды не отличалась сильно от 20°, так как в противном случае необходимо вводить поправку на расширение стекла пикнометра.

Плотность воды при различных температурах

Температура, °С	Плотность, г/мл	Температура, °С	Плотность, г/мл	Температура, °С	Плотность, г/мл
0	0,99987	14	0,9993	20	0,9982
4	1,00000	15	0,9991	21	0,9980
10	0,9997	16	0,9990	22	0,9978
11	0,9996	17	0,9988	23	0,9976
12	0,9995	18	0,9986	24	0,9973
13	0,9994	19	0,9984	25	0,9971

Определение молекулярного веса органических веществ

Весьма удобен метод определения молекулярного веса по депрессии температуры плавления камфоры. В связи с тем, что камфора обладает довольно высокой температурой плавления (172°С) и необычайно большой молярной депрессией (-40°С), этим методом можно с удовлетворительной точностью определять молекулярные веса очень многих веществ. Для проведения определения достаточно нескольких миллиграммов веществ; отсчет температуры производится с помощью обычного термометра с точностью до 0,5°С.

Вычисление молекулярных весов M производят по формуле:

$$M = \frac{100pA}{R\Delta t}$$

где p – навеска исследуемого вещества;

A – молярное понижение температуры плавления;

R – вес камфоры;

Δt – наблюдаемое понижение температуры плавления.

Следует иметь в виду, что величина A для камфоры постоянна при добавлении более 0,2 моль исследуемого вещества на 1 кг

камфоры. С уменьшением содержания добавки величина A постепенно возрастает до 50°C .

Определение показателя преломления жидкости

Показатель преломления (n) используется для идентификации жидких веществ и характеристики их чистоты.

Показатель преломления вещества – величина, равная отношению фазовых скоростей света (электромагнитных волн) в вакууме и в данной среде: $n = c / v$. Показатель преломления зависит от свойств вещества и длины волны излучения. Отношение синуса угла падения (α) луча к синусу угла преломления (γ) при переходе луча из среды A в среду B называется относительным показателем преломления для этой пары сред:

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \gamma} = n$$

Для определения показателя преломления жидкостей применяют рефрактометр (рис. 8).

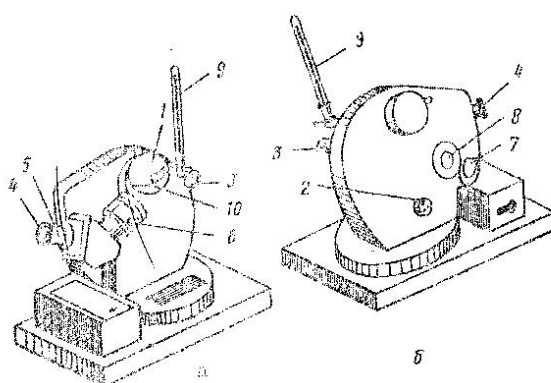


Рис. 8. Рефрактометр ИРФ-22

1 – измерительная головка, 2 – маховик для изменения положения плоскостей призмы, 3 – осветительное зеркало, 4 – окуляр, 5 – зрительная труба, 6 – щит, 7 – зеркало для освещения шкалы, 8 – окошко, 9 – термометр, 10 – измерительная призма

Показатель преломления зависит от температуры (при уменьшении температуры на 1° показатель преломления увеличивается на 0.0005) и резко меняется с изменением длины волны

света, поэтому измерения проводят при постоянной температуре и монохроматическом свете. Обычно определение проводят при 20°C и при длине волны желтой линии натрия D (589.3 нм). Символ n_D^{20} означает, что показатель преломления был определен для линии D при 20°C. Для большинства жидких органических веществ n_D^{20} находится в пределах от 1.3 до 1.8.

Измерения производят следующим образом. Открывают полушарие измерительной головки, протирают плоскость призм ватой, смоченной ацетоном. С помощью пипетки помещают на поверхность нижней (измерительной) призмы исследуемую жидкость, не касаясь призмы, чтобы ее не поцарапать, и закрывают измерительную головку. Осветительное зеркало устанавливают таким образом, чтобы свет от источника, поступая в осветительную призму через окно, равномерно освещал поле зрения. Вращают маховик 2 и, наблюдая в окуляр зрительной трубы, находят границу раздела света и тени. Если эта граница размыта или окрашена, то винтом 6 добиваются ее четкого изображения. Зеркало для освещения шкалы ориентируют соответствующим образом относительно источника света. С помощью маховика 2 точно совмещают границу раздела света и тени с перекрестком сетки и снимают показания по шкале показателя преломления исследуемой жидкости (четвертый знак после запятой берется путем отсчета на глаз). Записывают температуру, при которой производили измерения, вводят поправку на разность температур и сравнивают со справочной величиной.

5. Лабораторные работы

Тема "Строение органических соединений"

Качественный анализ органических соединений

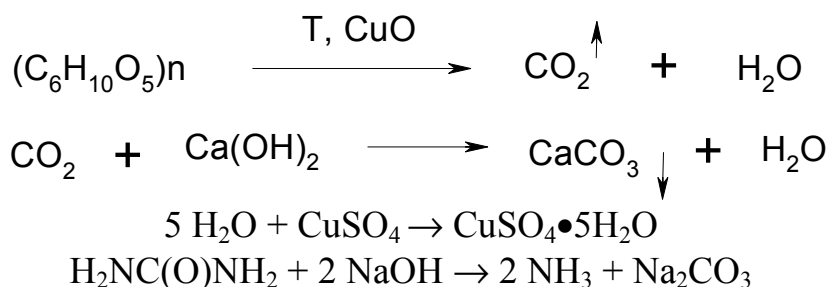
Реактивы:

крахмал;
CuO;
CuSO₄;
известковая вода;
мочевина;
натронная известь;
индикаторная бумага;
хлороформ.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка;
газоотводная трубка;
медная проволока.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

Открытие углерода и водорода в крахмале. При прокаливании органического вещества с мелким порошком оксида меди (II) углерод образует с кислородом оксида меди углекислый газ, а водород – воду. Углекислый газ открывается при пропускании его через раствор известковой или баритовой воды. Вода открывается по посинению прокаленного медного купороса с образованием CuSO₄•5H₂O.

В сухую пробирку берут примерно 0,1–0,2 г крахмала и смешивают с 1–2 г сухой порошкообразной окиси меди. Пробирку закрывают пробкой с газоотводной трубкой, изогнутой под прямым углом, конец которой опускают во вторую пробирку с про-

каленным сульфатом меди. Первую пробирку осторожно нагревают на пламени спиртовки. Посинение сульфата меди укажет на присутствие в испытуемом веществе водорода. В третью пробирку наливают известковую воду, в которую опускают конец газоотводной трубки. Помутнение известковой воды укажет на присутствие углерода.

Открытие азота в мочеvine. В сухой пробирке смешивают равные количества мочевины и натронной извести и осторожно нагревают. Выделяется аммиак, который узнается по запаху или по посинению влажной индикаторной бумажки, поднесенной к отверстию пробирки.

Открытие галоидов в органических соединениях. Галоиды можно открыть с помощью реакции окрашивания пламени. Медную проволоку прокаливают на пламени до исчезновения окрашивания. Медь покрывается черным налетом окиси. После охлаждения проволоку смачивают хлороформом и снова вносят в пламя. Пламя окрашивается в красивый сине-зеленый цвет вследствие образования летучих галоидных солей меди. Следует сделать контрольный опыт, опуская проволоку в заведомо не содержащую галоген жидкость (дистиллированную воду или этанол).

Тема "Предельные углеводороды"

Получение метана и исследование его свойств

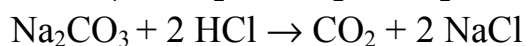
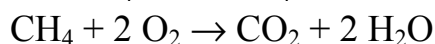
Реактивы:

ацетат натрия;
натронная известь;
бромная вода;
раствор перманганата калия;
соляная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка;
газоотводная трубка;
чашка с водой.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку насыпают на 1/4 её объёма смесь, состоящую из одной части тонко измельченного ацетата натрия и двух частей натронной извести. Закрывают пробирку пробкой с газоотводной трубкой и укрепляют в штативе почти горизонтально. Нагревают пробирку вначале осторожно, а затем сильнее, выделяющийся при этом газ пропускают последовательно через налитые в отдельные пробирки бромную воду и раствор перманганата калия. Окраска этих растворов не меняется, следовательно, метан не реагирует с бромом и перманганатом калия. После этого газоотводную трубку переворачивают вверх и поджигают газ у конца газоотводной трубки.

Пробирку, в которой шло нагревание смеси, охлаждают и добавляют в нее раствор HCl. Происходит выделение углекислого газа, указывающего на наличие в пробирке Na_2CO_3 .

Свойства высших предельных углеводородов

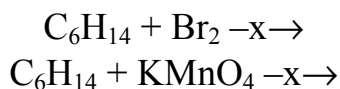
Реактивы:

гексан;
бромная вода;
раствор перманганата калия;
парафин.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В две пробирки наливают по 0.5 мл гексана. В первую добавляют 1–2 мл бромной воды, а во вторую 1–2 мл раствора перманганата калия. Смеси энергично встряхивают.

Наблюдается ли обесцвечивание растворов? Дайте объяснения.

В две пробирки помещают по щепотке измельченного парафина. В первую добавляют 1–2 мл бромной воды, а во вторую 1–2 мл раствора перманганата калия. Смеси энергично встряхивают.

Наблюдается ли обесцвечивание растворов?

Тема "Этиленовые углеводороды"

Получение этилена и исследование его свойств

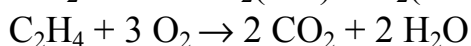
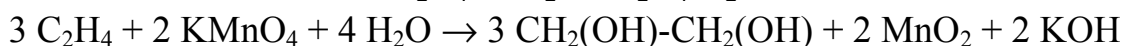
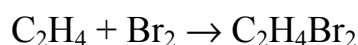
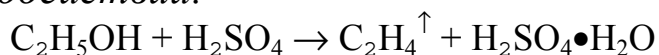
Реактивы:

этанол;
бромная вода;
раствор перманганата калия;
серная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка;
газоотводная трубка;
кипелки.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку наливают 3–5 мл смеси этилового спирта с серной кислотой. Для равномерного кипения в пробирку бросают кусочки пемзы или фарфора. Пробирку закрывают пробкой с газоотводной трубкой и укрепляют в штативе под углом в 45°. Прежде чем начать нагревание, подготавливают две пробирки: одну с бромной водой, другую с раствором перманганата калия. Пробирку со смесью осторожно нагревают, содержимое пробирки чернеет вследствие окисления спирта. Выделяющийся этилен пропускают вначале через бромную воду, затем через раствор перманганата калия. Наблюдают обесцвечивание растворов. После этого (как проделают оба опыта) нужно поджечь этилен у конца газоотводной трубки. Этилен сгорает ярким пламенем.

Свойства жидких этиленовых углеводородов

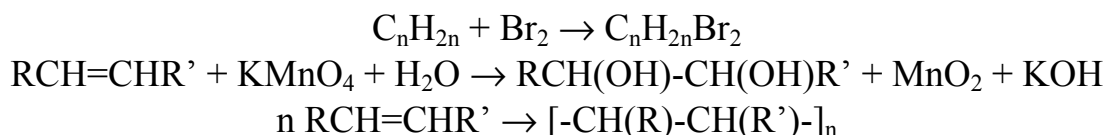
Реактивы:

крекинг-бензин;
бромная вода;
раствор перманганата калия;
серная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В две пробирки наливают по 2 мл крекинг-бензина. В первую добавляют 2 мл бромной воды, а во вторую 2 мл раствора перманганата калия. Смеси энергично встряхивают. Реакции присоединения и окисления идут аналогично этилену.

К 2 мл крекинг-бензина в пробирке прибавляют 2 мл концентрированной серной кислоты и встряхивают. Происходит разогревание и побурение содержимого пробирки, что указывает на образование продуктов полимеризации этиленовых углеводородов.

Тема "Ацетиленовые углеводороды"

Получение ацетилена и исследование его свойств

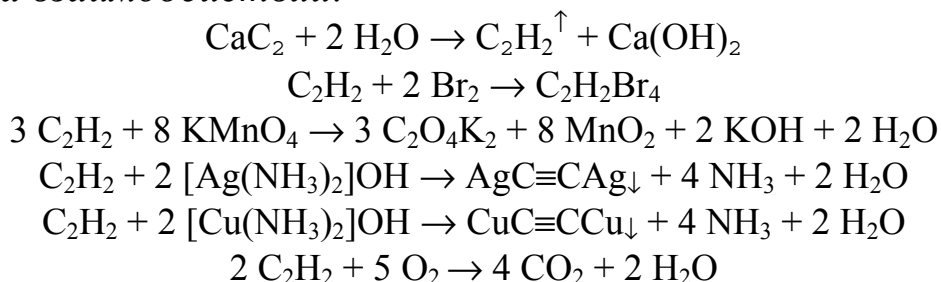
Реактивы:

карбид кальция;
вода;
бромная вода;
раствор перманганата калия;
аммиачный раствор гидроксида серебра;
аммиачный раствор гидроксида меди (I);
раствор фенолфталеина.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
газоотводная трубка;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В 1-ю пробирку поместите кусочек карбида кальция, добавьте 10–12 капель воды. Сразу же начинается выделение газообразного ацетилена. Закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой и закрепите в штативе.

Во 2-ю пробирку поместите 6 капель бромной воды и опустите в нее конец газоотводной трубки. Происходит обесцвечивание бромной воды.

В 3-ю пробирку поместите 1 каплю раствора перманганата калия и опустите в нее конец газоотводной трубки. Происходит обесцвечивание раствора.

В две пробирки наливают по 2 мл аммиачного раствора гидроксида серебра и гидроксида меди (I) и пропускают через них ток газообразного C_2H_2 . Образуются ацетилениды серебра и меди, которые выпадают в осадок.

Подожгите выделяющийся ацетилен у конца газоотводной трубки и отметьте свечение пламени. Погасите пламя.

После проведения опыта в пробирку, в которой получали ацетилен, добавляют каплю фенолфталеина. Отмечают цвет индикатора.

Тема "Диеновые углеводороды"

Синтез циклогексадиена-1,3

Реактивы:

1,2-дибромциклогексан;
хинолин;
раствор серной кислоты;
хлористый кальций.

Аппаратура:

круглодонная колба;
штатив;
масляная баня;
электроплитка;
нисходящий холодильник.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонной двухгорлой колбе смешивают 0.1 моль 1,2-дибромциклогексана и 0.35 моль хинолина. Нагревают на масляной бане при 160-170°C. Колбу соединяют с нисходящим холодильником, к которому присоединен охлаждаемый льдом приемник. Дистиллат встряхивают с разбавленной серной кислотой, высушивают хлористым кальцием, а затем дважды фракционируют.

Реакция Дильса-Альдера

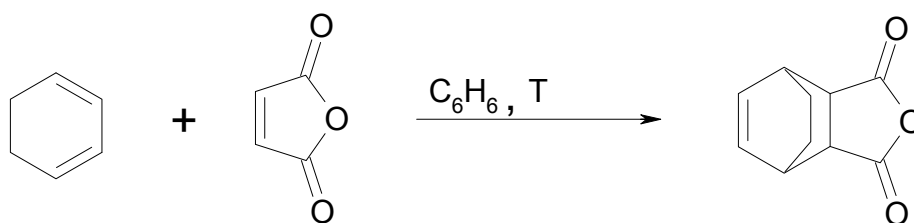
Реактивы:

малеиновый ангидрид (1 г);
циклогексадиен-1,3 (1 мл);
бензол (20 мл);
этилацетат (20 мл).

Аппаратура:

стакан химический;
воронка капельная;
колба круглодонная термостойкая;
обратный водяной холодильник;
кипелка;
шпатель, или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

Измельченный малеиновый ангидрид (1 г) засыпают в термостойкую круглодонную колбу, снабженную кипелкой, и растворяют в 20 мл бензола (для лучшего растворения можно слегка подогреть колбу на водяной бане). К полученному раствору аккуратно (!) прикапывают циклогексадиен (1 мл). Подсоединяют к шлифу колбы обратный водяной холодильник, и аккуратно нагревают колбу на водяной бане в течение 30 мин. Реакционную смесь переливают в химический стакан (объемом 50 мл) и охлаждают. Выпавший осадок отфильтровывают под вакуумом на воронке Бюхнера и колбе Бунзена, отжимают шпателем и перекристаллизовывают из этилацетата (объем растворителя равен приблизительно 20 мл). Полученный осадок отфильтровывают под вакуумом, отжимают и сушат. Определяют практический выход продукта и его температуру плавления. Делают вывод о степени чистоты полученного вещества и полноте протекания реакции.

Тема "Алициклические соединения"

Изомеризация циклогексана в метилциклопентан

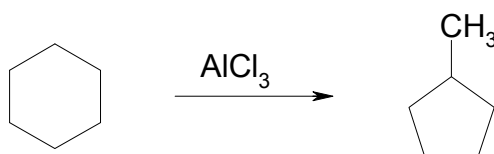
Реактивы:

циклогексан;
хлорид алюминия;
хлористый кальций.

Аппаратура:

круглодонная колба;
штатив;
водяная баня;
электроплитка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В колбу помещают 15 мл циклогексана, 5 г хлорида алюминия, 0.2 мл воды и кипятят в течение трех часов.

Жидкую часть промывают водой и сушат хлоридом кальция, фракционируют, отбирая фракцию с температурой кипения 71–72°C.

Тема "Ароматические углеводороды"

Получение бензола из бензойной кислоты и изучение его свойств

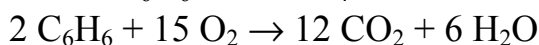
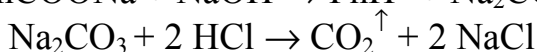
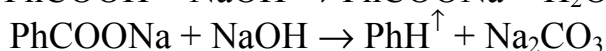
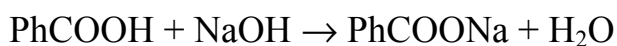
Реактивы:

бензойная кислота;
натронная известь;
бромная вода;
раствор перманганата калия;
соляная кислота;
этанол.

Аппаратура:

ступка;
пробирки;
штатив;
спиртовка;
газоотводная трубка;
фарфоровая чашечка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В ступке готовят тонко измельченную смесь из 2 г бензойной кислоты и 4 г натронной извести. Полученную смесь пересыпают в пробирку и закрывают пробкой с газоотводной трубкой. Конец газоотводной трубки опускают в сухую пробирку, охлаждаемую водой со льдом (или снегом). Пробирку со смесью тщательно прогревают в пламени спиртовки до образования прозрачного раствора. При дальнейшем нагревании в приемной пробирке образуется бензол, который обычно кристаллизуется. Он имеет характерный запах.

К исходной смеси добавляют 1–2 капли концентрированной соляной кислоты. Опишите наблюдаемые явления.

В две пробирки помещают по капле бензола, в первую добавляют 1 мл воды, во вторую – 1 мл этанола. Взбалтывают содержимое пробирок и наблюдают растворимость бензола в данных растворителях.

Помещают в фарфоровую чашечку 1 каплю бензола и поджигают его (*опыт проводят в вытяжном шкафу!*).

В две пробирки наливают по 0.5 мл бензола. В первую добавляют 1 мл бромной воды, во вторую – 1 мл раствора перманганата калия и смеси энергично встряхивают и дают отстояться (*опыт проводят в вытяжном шкафу!*).

Синтез натриевой соли бензолсульфокислоты

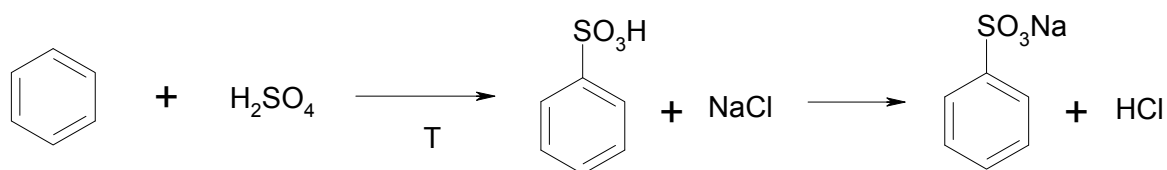
Реактивы:

бензол;
серная кислота, концентрированная;
хлорид натрия.

Аппаратура:

стакан химический;
воронка капельная;
колба круглодонная трехгорлая;
кern, мешалка;
термометр;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонную колбу помещают 30 мл концентрированной серной кислоты и при захлаживании и перемешивании порциями приливают 10 мл бензола. Реакцию ведут до растворения бензола, примерно 30 мин, при этом температуру смеси поддерживают в интервале $45\text{--}50^\circ\text{C}$. Затем реакционную массу охлаждают до комнатной температуры и аккуратно выливают в химический стакан со 150 мл холодной воды со льдом. Добавляют 34 г хлорида натрия, выпавший осадок отфильтровывают под вакуумом, отжимают, сушат. Определяют практический выход продукта.

Синтез 5-нитроаценафтена

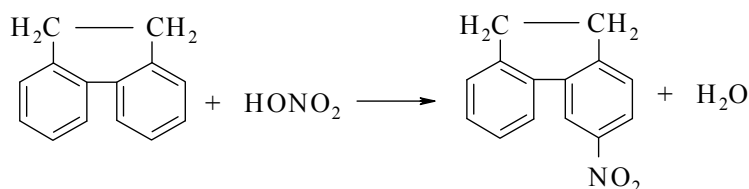
Реактивы:

аценафтен;
азотная кислота, концентрированная;
уксусная кислота.

Аппаратура:

колба круглодонная трехгорлая;
кern, мешалка;
термометр;
капельная воронка;
водяная баня;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В колбу, снабженную мешалкой, обратным холодильником и термометром, загружают 10.2 г аценафтена и 20 мл уксусной кислоты и перемешивают содержимое в течение 20 мин. Прибор

помещают в баню с ледяной водой и после охлаждения смеси до 10–15 °С при энергичном перемешивании из капельной воронки прикапывают 4.2 мл азотной кислоты ($d=1,36 \text{ г/ см}^3$) в течение 1.5 часов при температуре 10–15 °С. Выпавший осадок отсасывают на воронке Бюхнера, промывают на фильтре водой и сушат. Выход около 12 г.

Тема "Галогенпроизводные углеводов"

Получение хлорэтана

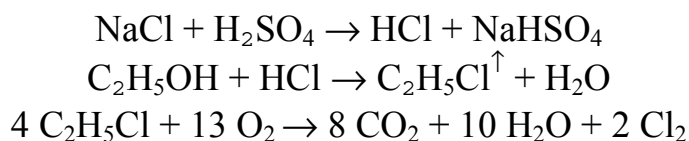
Реактивы:

этанол;
хлорид натрия;
серная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка;
газоотводная трубка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают немного хлорида натрия, приливают 8–10 капель этанола и 4–5 капель концентрированной серной кислоты. Пробирку закрывают пробкой с газоотводной трубкой и осторожно нагревают на пламени спиртовки. Образование и выделение хлорэтана начинается не сразу. Поджигают выделяющийся хлорэтан у отверстия газоотводной трубки и наблюдают образование колечка зеленого цвета.

Синтез йодэтана

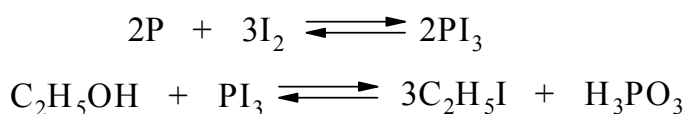
Реактивы:

этанол;
йод;
красный фосфор;
гипосульфит натрия.

Аппаратура:

круглодонная колба;
штатив;
обратный холодильник;
водяная баня;
электроплитка;
делительная воронка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонную колбу помещают 0.3 г фосфора, 1.7 мл спирта и постепенно при помешивании прибавляют 3.2 г мелко растертого йода. Колбу соединяют с обратным холодильником и при частом встряхивании выдерживают при комнатной температуре два часа, после чего нагревают в течение двух часов на водяной бане. После этого отгоняют йодистый этил на кипящей водяной бане. Для удаления спирта и йода отогнанную жидкость дважды встряхивают в делительной воронке с водой, к которой прибавляют несколько капель раствора гипосульфита натрия. Йодистый этил отделяют от воды, сушат хлористым кальцием и перегоняют из маленькой перегонной колбы.

Синтез трийодметана

Реактивы:

этанол;
йод;
карбонат натрия.

Аппаратура:

круглодонная колба;
штатив;
обратный холодильник;
водяная баня;
электроплитка;
делительная воронка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись

В круглодонную колбу к раствору 10 г кристаллической соды в 50 мл воды прибавляют 5 г спирта. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на водяной бане до 70⁰С. В нагретую смесь при энергичном перемешивании вносят небольшими порциями 5 г измельченного йода, растворяющегося с желто-бурой окраской, скоро исчезающей. После того как весь йод будет внесен в жидкость и она обесцветится, смеси дают остыть. Осадок, осев-

ший на дне колбы, отфильтровывают и промывают водой. Сушат в темном месте при комнатной температуре. Йодоформ образует желтые пластинки с температурой плавления 119 °С.

Синтез 4-нитроидбензола из йодбензола

Реактивы:

йодбензол;
азотная кислота, концентрированная;
изопропиловый спирт.

Аппаратура:

стакан химический;
воронка капельная;
колба круглодонная трехгорлая;
кern, мешалка;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой и обратным холодильником, помещают 10 мл йодбензола и при непрерывном перемешивании и захлаживании прикапывают концентрированную азотную кислоту (5 мл). Взаимодействие проводят в течение 1 ч. Выпавший в реакционной массе осадок нитроидбензола перемещают из колбы в стакан со 100 мл холодной воды. Затем осадок отфильтровывают под вакуумом, промывают холодной водой, отжимают. Переносят на коробочку и сушат на воздухе. Определяют массу продукта, выход, температуру плавления.

Тема "Металлоорганические соединения"

Синтез диметилэтилкарбинола

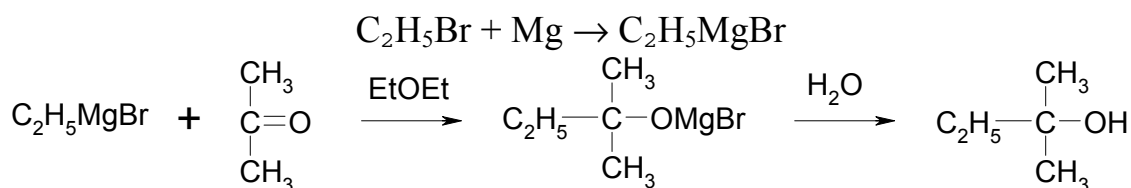
Реактивы:

магний;
бромистый этил;
ацетон;
абсолютный эфир.

Аппаратура:

трехгорлая колба;
штатив;
капельная воронка;
холодильник;
хлоркальциевая трубка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В колбу помещают 3 г магния в 25 мл эфира. К полученной смеси из капельной воронки по каплям прибавляют раствор 14 г бромистого этила в 12 мл эфира с такой скоростью, чтобы не было бурного кипения эфира.

После прибавления всего бромистого этила реакционную массу перемешивают еще 15–20 минут, охлаждают льдом и по каплям прибавляют смесь 7.25 г ацетона и равного ему по объему абсолютного эфира. Баню со льдом убирают, кипятят реакционную массу на водяной бане 20 минут, снова охлаждают и разлагают насыщенным раствором хлористого аммония.

Эфирный раствор отделяют, водный слой экстрагируют эфиром (три раза по 10 мл). Эфирные вытяжки соединяют, промывают 5%-ным раствором соды, сушат поташом или сульфатом натрия. Эфир отгоняют на водяной бане, остаток перегоняют с дефлегматором на масляной бане, собирают фракцию 100–105°C.

Тема "Спирты"

Кислотно-основные свойства спиртов

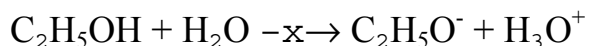
Реактивы:

этанол;
фенолфталеин.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
химический стаканчик.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В раствор спирта в пробирке опускают индикаторную бумажку. Изменения окраски не происходит. К этому же раствору добавляют 1–2 капли фенолфталеина, малиновой окраски не образуется.

Обнаружение воды в спиртах и их обезвоживание

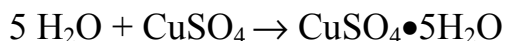
Реактивы:

этанол (или пропанол-2);
безводный сульфат меди (II).

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают 0.5 г безводного сульфата меди (II) и добавляют 1 мл этилового (или изопропилового) спирта. Содержимое пробирки взбалтывают и дают отстояться.

Окисление этанола

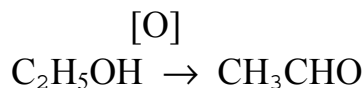
Реактивы:

этанол;
хромовая смесь;
раствор перманганата калия;
раствор серной кислоты.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

а) Окисление хромовой смесью.

В пробирку наливают 1–2 мл хромовой смеси и прибавляют по каплям 1 мл этилового спирта, осторожно встряхивают пробирку. Через несколько минут оранжевая окраска становится сине-зеленой. Образовавшийся уксусный альдегид обнаруживается по запаху.

б) Окисление перманганатом калия.

В пробирку наливают 1–2 мл этилового спирта и добавляют 1 мл 0.1 н раствора KMnO_4 , 0.5 мл 2 н раствора серной кислоты. После слабого нагревания происходит обесцвечивание раствора KMnO_4 .

Получение глицерата меди

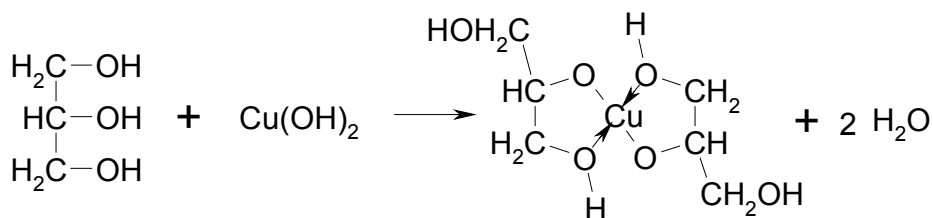
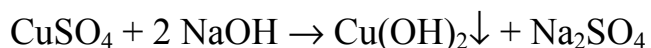
Реактивы:

глицерин;
раствор медного купороса;
раствор гидроксида натрия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку наливают 1–2 мл 2%-ного раствора медного купороса и приливают столько же 10%-ного раствора едкого натра. Получается голубой осадок гидроксида меди (II). К голубому осадку по каплям приливают глицерин, каждый раз встряхивая пробирку. Осадок растворяется и появляется темно-синее окрашивание от образовавшегося глицерата меди.

Тема "Простые эфиры"

Получение диэтилового эфира

Реактивы:

этанол;
серная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
водяная баня.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку приливают 2–3 мл заранее приготовленной смеси из равных объемов этилового спирта и концентрированной серной кислоты и (осторожно!) нагревают на водяной бане. После этого по стенке пробирки прибавляют 5–10 капель этилового спирта. Образовавшийся диэтиловый эфир обнаруживается по запаху.

Определение простой эфирной связи

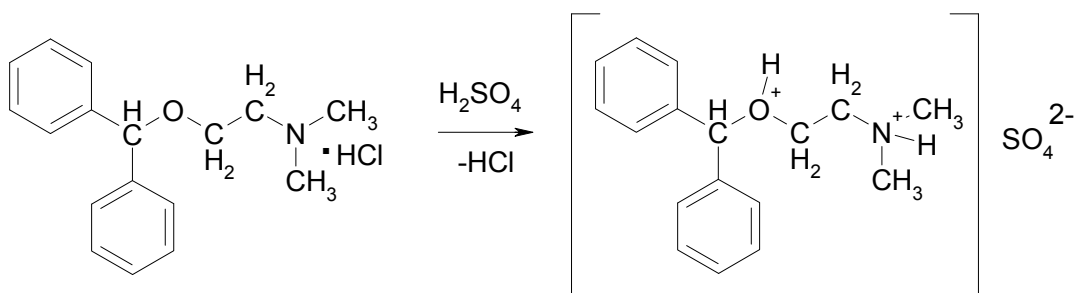
Реактивы:

димедрол;
серная кислота;
вода.

Аппаратура:

часовое стекло.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

На часовое стекло наносят 3–4 капли концентрированной серной кислоты и прибавляют 0.02 г димедрола. Появляется ярко-желтое окрашивание, постепенно переходящее в кирпично-красное.

При добавлении воды окраска исчезает, что связано с разложением оксониевой соли.

Тема "Фенолы"

Растворимость фенолов в воде и их кислотные свойства

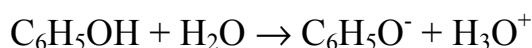
Реактивы:

фенол;
вода;
универсальная индикаторная бумага.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

Несколько кристалликов фенола (*при работе с фенолом нельзя допускать его попадания на кожу, он вызывает ожоги*)

помещают в пробирку, добавляют 2–3 мл воды и встряхивают. Получается эмульсия, которая расслаивается при стоянии. Сверху будет раствор фенола в воде, снизу – раствор воды в феноле. Проверьте универсальной индикаторной бумажкой, какую реакцию среды имеет водный раствор фенола.

Синтез и разложение фенолята натрия

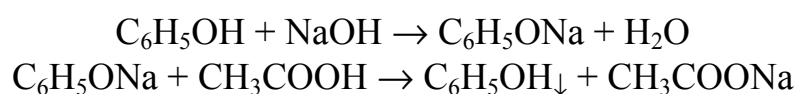
Реактивы:

фенол;
раствор гидроксида натрия;
уксусная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К мутному водному раствору фенола прибавляют по каплям раствор NaOH, образуется прозрачный раствор фенолята натрия.

К прозрачному раствору фенолята натрия прибавить несколько капель уксусной кислоты. Через несколько секунд раствор мутнеет от выделившегося свободного фенола. Следовательно, кислотные свойства фенола настолько слабо выражены, что даже уксусная кислота вытесняет фенол из фенолята натрия.

Получение трибромфенола

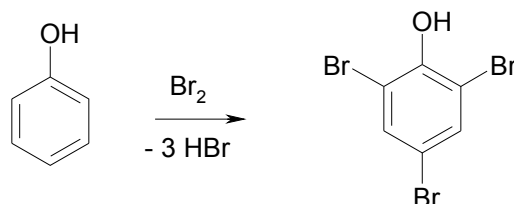
Реактивы:

фенол;
бромная вода.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К 1–2 мл бромной воды добавляют 1 мл прозрачного раствора фенола. Происходит обесцвечивание бромной воды и выпадение белого осадка 2,4,6-трибромфенола.

Цветные реакции на фенолы

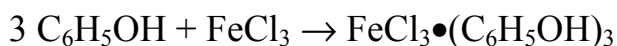
Реактивы:

фенол;
раствор FeCl_3 ;
гидрохинон;
пирокатехин.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К прозрачному раствору фенола прибавить 0,1 н раствора FeCl_3 , проявляется сине-фиолетовое окрашивание. Прodelать цветные реакции с другими фенолами.

Синтез нитрозофенолов методом «обратного» нитрирования

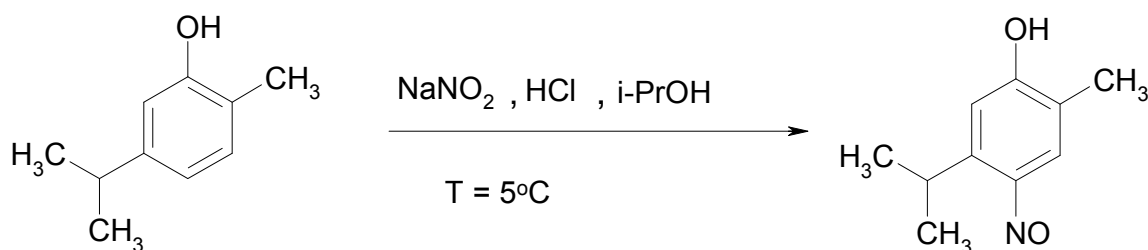
Реактивы:

тимол;
соляная кислота, концентрированная;
нитрит натрия;
изопропиловый спирт.

Аппаратура:

стакан химический;
воронка капельная;
колба круглодонная трехгорлая;
кern, мешалка;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В трехгорлой круглодонной колбе растворяют при перемешивании тимол (1 г) в пропаноле-2 (25 мл). Готовят концентрированный раствор нитрита натрия (0,5 г) в воде и аккуратно приливают в колбу с раствором тимолом в пропаноле-2, стараясь не допускать выпадения осадка тимолом. Охлаждают реакционную

колбу в ледяной бане до температуры менее 5°C (контролировать с помощью погруженного термометра). Затем малыми порциями начинают приливать раствор соляной кислоты 50-процентной концентрации (7 мл). При этом необходимо следить за показаниями термометра (температура реакционной массы не должна превышать 5°C). Реакционную массу перемешивают, выпавший белый осадок нитрозотимола отфильтровывают под вакуумом, на воронке Бюхнера и колбе Бунзена, промывают небольшим количеством пропанола-2 и отжимают стеклянным шпателем или стеклянной пробкой. Выкладывают полученный осадок на чашку Петри и сушат на воздухе. Затем определяют температуру плавления полученного продукта, сравнивают со справочными данными, вычисляют практический выход продукта.

Получение фенолоформальдегидных смол

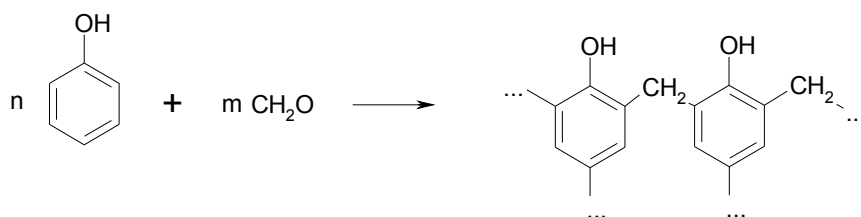
Реактивы:

фенол;
раствор формальдегида;
концентрированная соляная кислота;
спирт.

Аппаратура:

пробирки;
спиртовка;
штатив;
химический стакан;
предметное стекло;
фарфоровая чашка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают несколько кристаллов фенола и 1 мл раствора формальдегида. Смесь нагревают до растворения фенола. Через 3 минуты к раствору добавляют 5 капель концентрированной соляной кислоты и продолжают нагревание до расслоения смеси. Пробирку помещают в стакан с холодной водой. После образования четкой границы между слоями сливают воду и быстро выливают смолу на предметное стекло. Испытывают образовавшуюся смолу на растворимость в спирте.

Небольшое количество смолы нагревают в фарфоровой чашке до затвердевания. Испытывают растворимость в спирте затвердевшей смолы.

Тема "Альдегиды и кетоны"

Получение ацетальдегида из ацетилен

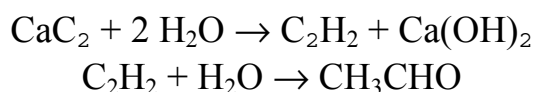
Реактивы:

карбид кальция;
оксид ртути (II);
раствор серной кислоты;
реактив фелинга;
аммиачный раствор гидроксида серебра;
азотная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
шпатель;
газоотводная трубка;
спиртовка;
химический стакан.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают несколько кусочков карбида кальция, немного (на кончике шпателя) оксида ртути (II) и наливают 2 мл раствора серной кислоты. Пробирку быстро закрывают пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опускают в другую пробирку с 2 мл воды так, чтобы газоотводная трубка была погружена в воду. Приемную пробирку охлаждают в стакане воды со льдом. Пробирку с карбидом кальция нагревают 3–4 минуты, пропуская газ через воду. Наличие ацетальдегида в пробирке с водой обнаруживают по характерному запаху и с помощью качественных реакций.

Качественные реакции на альдегидную группу

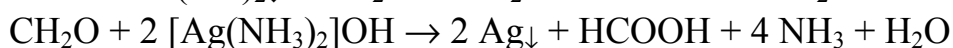
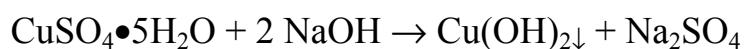
Реактивы:

формалин;
раствор гидроксида натрия;
раствор медного купороса;
реактив фелинга;
аммиачный раствор гидроксида серебра;
азотная кислота.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка;
водяная баня.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

Реакция Троммера. К 1 мл формалина добавляют 2 мл 10%-ного раствора NaOH. Хорошо встряхивают и добавляют по каплям 3%-ный раствор медного купороса до образования осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Осторожно нагревают верхнюю часть пробирки. Образуется красное окрашивание, связанное с образованием закисной меди.

Реакция Фелинга. К 1 мл формалина добавляют равный объем реактива Фелинга. Полученную смесь нагревают до кипения. Появляется красный осадок закисной меди, свидетельствующий о восстанавливающем действии муравьиного альдегида.

Реакция серебряного зеркала. Раствор формальдегида (по 1 мл) наливают в две пробирки и добавляют в каждую пробирку по 1 мл свежеприготовленного аммиачного раствора гидроксида серебра. В одну из пробирок добавляют еще 2–3 капли разбавленного раствора щелочи. Встряхнув пробирки, оставляют их в штативе. Отмечают, в какой пробирке изменение наблюдается раньше. Если серебро не выделяется, то нагревают пробирки с жидкостью несколько минут на водяной бане до 50–60°C. Чтобы получить осадок серебра в виде зеркального слоя, перед проведением опыта следует тщательно вымыть пробирку горячим раствором щелочи и ополоснуть дистиллированной водой.

По окончании работы с аммиачным раствором гидроксида серебра необходимо сразу же вымыть посуду, а образовавшиеся осадки и налеты на ее стенках растворить в разбавленной азотной кислоте.

Получение уротропина

Реактивы:

формалин;

раствор аммиака;

раствор фенолфталеина.

Аппаратура:

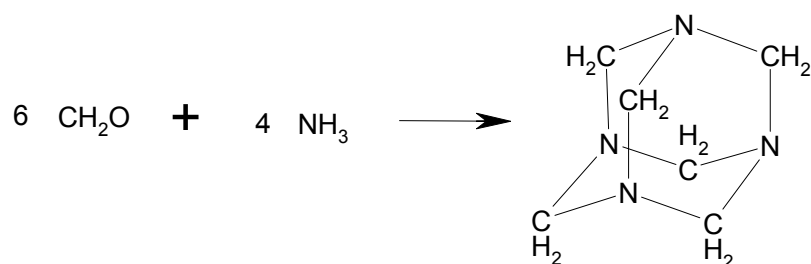
пробирки;

штатив;

спиртовка;

предметное стекло.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают каплю раствора фенолфталеина и по 0.5 мл раствора формальдегида и раствора аммиака. Добавляют еще несколько капель раствора аммиака до образования не исчезающего малинового окрашивания (избыток аммиака). Несколько капель раствора переносят на предметное стекло и осторожно упаривают в пламени спиртовки до появления кристаллов уротропина (гексаметиленetetрамина).

Реакция ацетона с гидросульфитом натрия

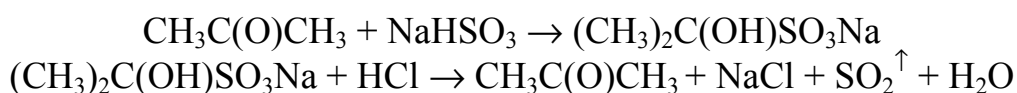
Реактивы:

ацетон;
гидросульфит натрия;
раствор соляной (или серной) кислоты.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку наливают 0.5 мл насыщенного раствора гидросульфита натрия, добавляют 3 капли ацетона. Смесь в пробирке энергично встряхивают и наблюдают выпадение кристаллов бисульфитного производного ацетона. К полученным кристаллам добавляют разбавленный раствор соляной (или серной) кислоты.

Йодоформная реакция кетонов

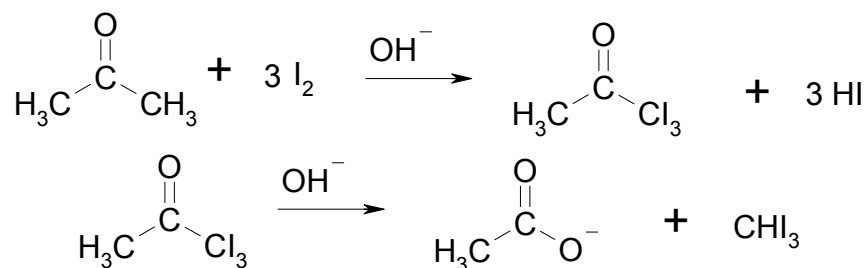
Реактивы:

ацетон;
раствор йода в йодистом калии;
раствор гидроксида натрия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку приливают 1 мл раствора йода в 5%-ном растворе йодистого калия, 1–2 капли ацетона и 1–2 мл воды. Дают некоторое время содержимому пробирки отстояться. Добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до исчезновения окраски. Из раствора выделяются желтые кристаллы йодоформа с резким запахом.

Тема "Карбоновые кислоты"

Кислотные свойства карбоновых кислот

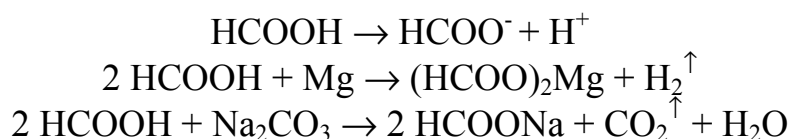
Реактивы:

муравьиная кислота;
метиловый оранжевый;
магниева стружка;
карбонат натрия;
бензойная кислота;
раствор гидроксида натрия;
раствор соляной кислоты.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
лучина.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В три пробирки приливают по 0.5 мл водного раствора муравьиной кислоты. В первую пробирку добавляют каплю метилового оранжевого. Во вторую добавляют немного магниевой стружки. Выделяющийся газ осторожно поджигают горячей лучиной (*опыт проводится в защитных очках!*). В третью поме-

щают немного порошка карбоната натрия. К отверстию пробирки подносят горящую лучину.

В пробирку помещают несколько кристаллов бензойной кислоты и прибавляют 0.5 мл раствора гидроксида натрия. Содержимое пробирки встряхивают до растворения кристаллов. К полученному раствору добавляют по каплям раствор соляной кислоты до выпадения осадка.

Выделение кислот из мыла

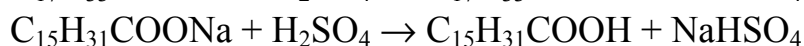
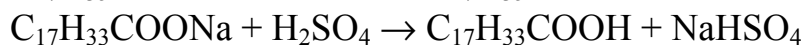
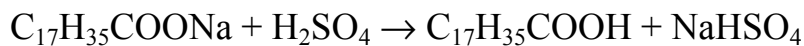
Реактивы:

раствор мыла;
раствор серной кислоты.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К раствору мыла приливают 3–4 мл 10%-ной серной кислоты. Раствор мутнеет от выделившихся не растворимых в воде высших кислот. Смесь нагревают до начала кипения, расплывшиеся жирные кислоты всплывают наверх. При охлаждении пробирки кислоты затвердевают.

Синтез этилацетата

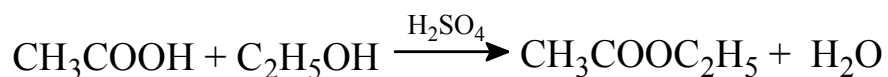
Реактивы:

уксусная кислота;
этанол;
хлористый кальций;
карбонат натрия;
серная кислота;
гидросульфат натрия.

Аппаратура:

колба Вюрца;
штатив;
капельная воронка;
термометр;
электроплитка;
делительная воронка;
водяная баня.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В колбу Вюрца помещают 15 мл спирта и затем осторожно при перемешивании приливают такой же объем концентрированной серной кислоты. В колбу вставляют капельную воронку и термометр, соединяют с длинным водяным холодильником и нагревают на закрытой плитке. Шарик термометра должен быть погружен в жидкость. Нагревают колбу до температуры 115°C. В нагретую жидкость из капельной воронки постепенно приливают смесь 30 мл спирта и 30 мл уксусной кислоты (скорость приливания должна соответствовать скорости отгонки образующегося эфира). По окончании реакции в приемник для удаления уксусной кислоты прибавляют насыщенный раствор углекислого натрия до отсутствия у водного слоя кислой реакции. Раствор углекислого натрия нужно прибавлять постепенно, так как жидкость сильно вспенивается из-за выделения углекислого газа. После этого смесь переливают в делительную воронку, отделяют эфир от нижнего водного слоя и для освобождения от примеси спирта взбалтывают его с 15 мл 50%-ного водного раствора хлористого кальция. Этилацетат сушат безводным гидросульфатом натрия и перегоняют на водяной бане, собирая фракцию с температурой кипения 75–78°C. Выход около 30 г.

Синтез этилформиата

Реактивы:

муравьиная кислота;
этанол;
хлористый кальций;
гидрокарбонат натрия;
лед.

Аппаратура:

колба Вюрца;
штатив
дефлегматор;
химический стакан;
термометр;
электроплитка;
делительная воронка;
водяная баня;
мерный цилиндр.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонной колбе смешивают 8 мл 96%-ной муравьиной кислоты и 14 мл абсолютного этилового спирта и прибавляют 2.5 г безводного хлористого кальция. Смесь нагревают с дефлегматором, соединенным с нисходящим холодильником, на водяной бане; при этом этилформиат отгоняется и собирается в приемнике, охлаждаемом холодной водой.

Полученный продукт последовательно промывают водой, раствором соды и затем снова водой, после чего высушивают безводным хлористым кальцием. Высушенный этилформиат после его фильтрации отгоняют на водяной бане из колбы с высоким дефлегматором, собирая фракцию, кипящую в интервале 53–56°C. Выход около 13 г.

Окисление щавелевой кислоты

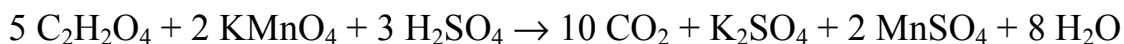
Реактивы:

раствор щавелевой кислоты;
серная кислота;
раствор перманганата калия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К раствору щавелевой кислоты добавляют 1–2 мл серной кислоты, нагревают и приливают 1–2 мл раствора перманганата калия. Происходит обесцвечивание раствора перманганата калия.

Открытие двойной связи в непредельных кислотах

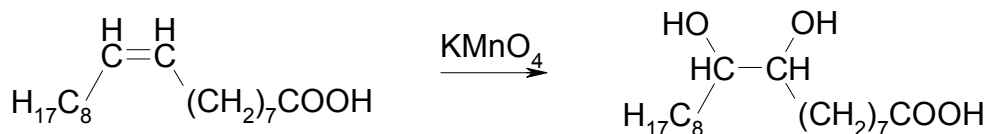
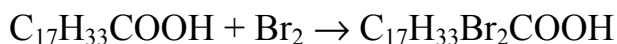
Реактивы:

олеиновая кислота;
бромная вода;
раствор перманганата калия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В две пробирки наливают по 1 мл олеиновой кислоты. В одну добавляют бромной воды, в другую – раствор перманганата калия. После энергичного встряхивания происходит обесцвечивание бромной воды и раствора перманганата калия.

Эладиновая проба

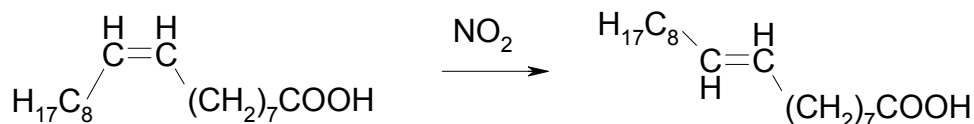
Реактивы:

олеиновая кислота;
азотная кислота;
медная проволока.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В чистую пробирку наливают 2 мл олеиновой кислоты, прибавляют несколько кусочков мелко нарезанной медной проволоки и 5–6 капель концентрированной азотной кислоты. Через несколько минут пробирку охлаждают под краном. Жидкая олеиновая кислота переходит в твердую эладиновую кислоту.

Гидролиз жиров в водно-спиртовом растворе

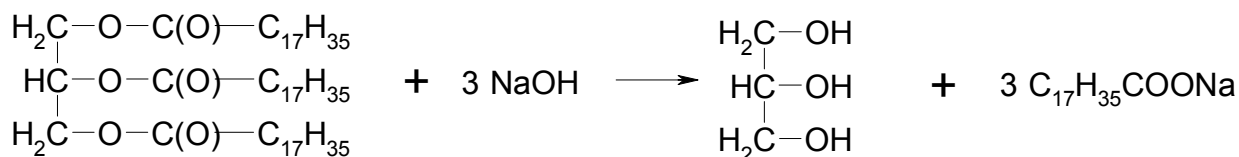
Реактивы:

твердый жир;
этанол;
гидроксид натрия;
хлорид натрия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
стеклянная палочка;
водяная баня;
электроплитка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают немного твердого жира и 3 мл спиртового раствора гидроксида натрия. Смесь перемешивают стеклянной палочкой, помещают в кипящую водяную баню и нагревают в течение 4–5 мин до образования однородной жидкости. Реакцию можно считать законченной, если взятая стеклянной палочкой капля реакционной массы полностью растворится в 4–5 мл воды (на поверхности не образуются капельки жира) с образованием обильной пены при встряхивании. После этого к полученной густой жидкости добавляют 3–4 мл насыщенного раствора хлорида натрия. После расслоения жидкости смесь охлаждают и отделяют затвердевший кусочек мыла.

Свойства салициловой кислоты

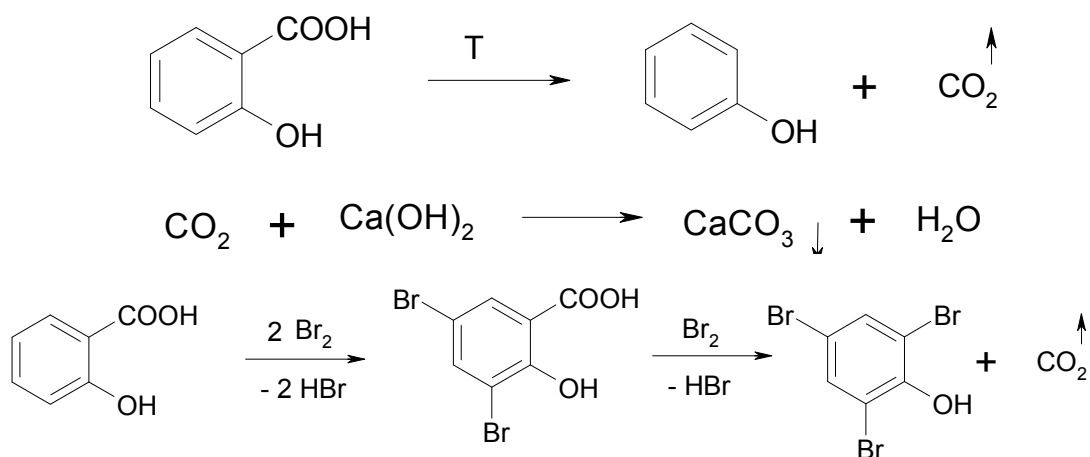
Реактивы:

салициловая кислота;
раствор FeCl_3 ;
раствор гидроксида кальция;
бромная вода.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка;
шпатель;
газоотводная трубка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку наливают 2 мл воды и добавляют несколько кристаллов салициловой кислоты. К полученному раствору приливают 2–3 капли 1%-ного раствора хлорида железа (III).

В сухую пробирку помещают 2 лопатки салициловой кислоты. Закрывают пробирку пробкой с газоотводной трубкой, конец

которой опускают в другую пробирку, содержащую 1 мл насыщенного раствора гидроксида кальция. Нагревают первую пробирку. Через некоторое время во второй пробирке наблюдают помутнение.

В пробирку помещают 1 лопатку салициловой кислоты и 1 мл воды. К полученному раствору по каплям прибавляют бромную воду. После первой капли выпадает белый осадок малорастворимой и неокрашенной 3,5-дибромсалициловой кислоты. После добавления 12–13 капель бромной воды окраска осадка становится светло-желтой, что связано с образованием трибромфенола.

Тема "Хиноны"

Синтез п-бензохинона из гидрохинона

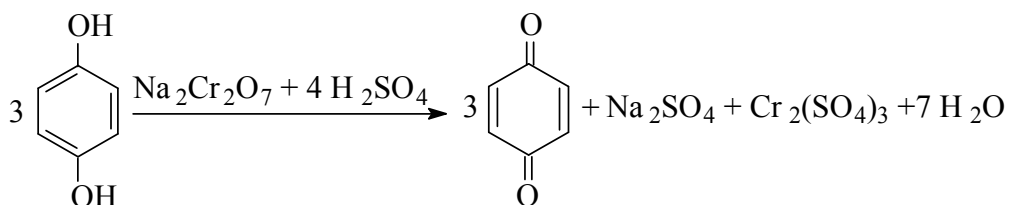
Реактивы:

гидрохинон 11,0 г;
серная кислота концентрированная 8 см³;
бихромат натрия 11,0 г.

Аппаратура:

стакан химический;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

Гидрохинон растворяют при 50°C в 200 см³ воды. К полученному раствору, охлажденному льдом до 20°C, при энергичном перемешивании прибавляют по каплям 8 см³ концентрированной серной кислоты, снова охлаждают до 20°C и медленно приливают охлажденный раствор 11 г двуххромовокислого натрия в 50 см³ воды. Смесь оставляют на 30 мин на льду, время от времени перемешивая, и затем отфильтровывают на воронке Бюхнера образовавшийся желто-зеленый осадок. Промывают водой.

Получение *пара*-бензхинондиоксима из *пара*-бензохинона

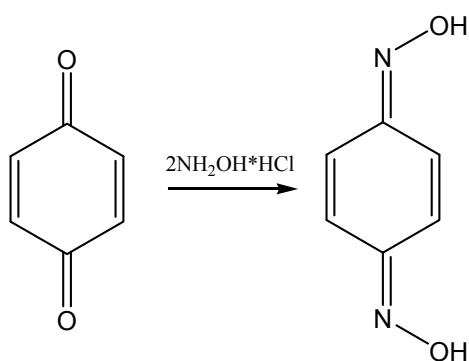
Реактивы:

пара-бензохинон;
солянокислый гидроксилламин;
изопропиловый спирт;
хлороформ.

Аппаратура:

стакан химический;
колба круглодонная термостойкая;
кипелка;
обратный холодильник Либиха;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонную колбу вносят навеску *пара*-бензохинона (полученного ранее), затем добавляют двухкратный избыток $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ (солянокислый гидроксилламин) и 50 мл изопропилового спирта. Затем реакционную массу кипятят на электроплитке (через асбест) до растворения* и последующего образования игольчатых кристаллов. Затем содержимое колбы охлаждают и отфильтровывают через воронку Бюхнера на колбе Бунзена. Полученный продукт осушают на воздухе в бумажной коробке и затем определяют интервал температуры плавления, сверяя его со справочными данными.

***Примечание:** если растворение исходных веществ происходит неинтенсивно, следует добавить в реакционную массу приблизительно 5 мл хлороформа.

Тема "Нитросоединения"

Синтез нитрометана

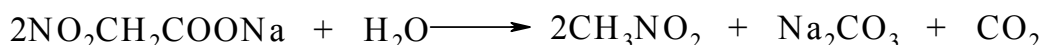
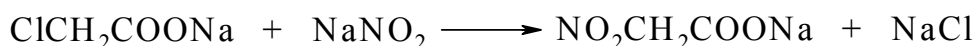
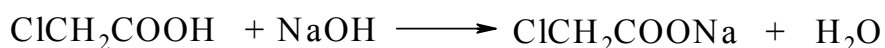
Реактивы:

хлоруксусная кислота;
нитрит натрия;
гидроксид натрия;
хлористый кальций.

Аппаратура:

стакан химический;
термометр;
колба перегонная;
воронка стеклянная;
электроплитка;
водяной холодильник;
водяная баня.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В стакане приготавливают смесь 3.8 г хлоруксусной кислоты (**ОСТОРОЖНО!** Хлоруксусная кислота сильно разъедает кожу) с 4 г толченого льда и нейтрализуют прибавлением по каплям при перемешивании примерно 4 мл 40 %-ного раствора гидроксида натрия до щелочной реакции (по индикаторной бумаге). При нейтрализации температура смеси не должна подниматься выше 20⁰С. Полученную смесь переливают в перегонную колбу, содержащую раствор 2.8 г нитрита натрия в 5 мл воды. Колбу соединяют с нисходящим водяным холодильником и закрывают пробкой с термометром, шарик которого погружен в жидкость. Смесь медленно нагревают до начала выделения пузырьков углекислого газа. Когда выделение газа станет достаточно интенсивным, отставляют плитку и после замедления бурной реакции смесь продолжают нагревать, постепенно доводя температуру до 110⁰С. При этом отгоняется смесь нитрометана и воды. После этого отделяют в делительной воронке нитрометан от воды, су-

шат его безводным хлористым кальцием и перегоняют, собирая фракцию в пределах 95–102⁰С (**ОСТОРОЖНО!** Нитрометан является сильным ядом для нервной системы).

Синтез 3-нитрофталевой кислоты

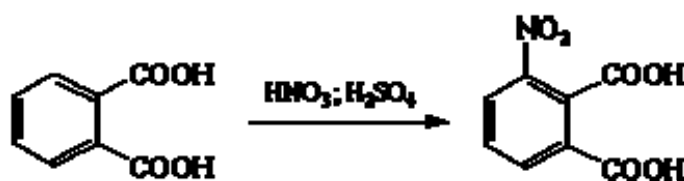
Реактивы:

фталевая кислота;
серная кислота;
азотная кислота;
дистиллированная вода.

Аппаратура:

стакан химический;
колба круглодонная термостойкая;
воронка стеклянная;
кипелка;
обратный холодильник Либиха;
водяная баня;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонную колбу емкостью 100 мл вносят 5 г фталевой кислоты, 4 мл концентрированной H₂SO₄ и 5 мл дымящей (плотн. 1.5 г/см³) HNO₃ (реакцию проводят в вытяжном шкафу). Реакционную смесь нагревают 2 ч на кипящей водяной бане (при этом наблюдается энергичное выделение ядовитых окислов азота). К концу реакции 3-нитрофталевая кислота начинает выпадать в виде блестящих призм. После охлаждения к реакционной смеси добавляют 25 мл воды. Раствор охлаждают в бане со льдом и выпавшую через некоторое время (приблизительно через 1 ч) 3-нитрофталевую кислоту трижды перекристаллизовывают из минимального количества воды, каждый раз охлаждая раствор в бане со льдом. Такой прием позволяет полностью освободиться от примеси 4-нитрофталевой кислоты. Выход около 5 г.

Тема "Аминосоединения"

Получение анилина из нитробензола

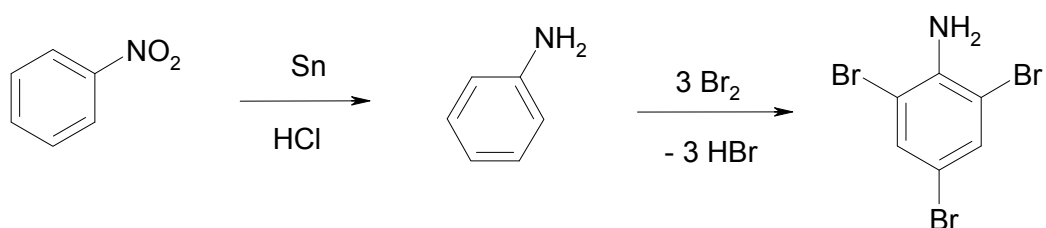
Реактивы:

олово;
соляная кислота, концентрированная;
нитробензол;
бромная вода.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают маленький кусочек олова, 0.5 мл концентрированной соляной кислоты и каплю нитробензола. Бурно протекающая реакция ослабевает через несколько минут. Если реакция замедляется, то смесь подогревают на пламени спиртовки. Реакцию ведут до тех пор, пока все олово не прореагирует. Для этого может понадобиться еще 2–3 капли соляной кислоты.

После охлаждения 0.5 мл полученного раствора приливают в пробирку с 2–3 каплями бромной воды.

Синтез гидразобензола

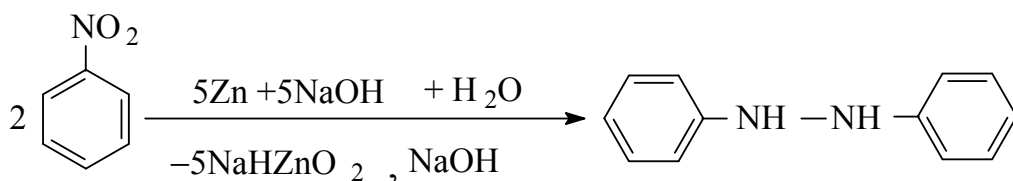
Реактивы:

нитробензол;
цинковая пыль;
гидроксид натрия;
этиловый спирт.

Аппаратура:

колба круглодонная трехгорлая;
воронка стеклянная;
обратный холодильник либиха
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В колбу наливают теплый раствор 4 г гидроксида натрия в 15 мл воды и добавляют 3 г нитробензола в 10 мл спирта. После этого через воронку небольшими порциями вносят 10 г цинковой пыли при интенсивном перемешивании. Новую порцию цинковой пыли вносят только после того, как реакция несколько замедлится. Жидкость в колбе сначала окрашивается в красный цвет, а затем становится светло-желтой. Тогда прибавляют еще 20 мл спирта, нагревают до кипения на водяной бане и тотчас же фильтруют на воронке Бюхнера. Осадок на фильтре промывают теплым спиртом. Фильтрат охлаждают в смеси льда и поваренной соли и после стояния в течение одного часа выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера. Выход около 2 г.

Тема "Дiazосоединения и азокрасители"

Синтез йодбензола из анилина

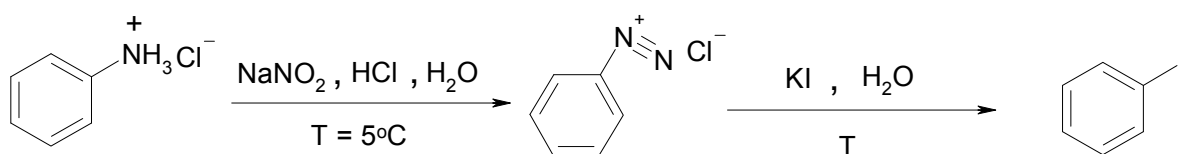
Реактивы:

солянокислый анилин;
соляная кислота,
концентрированная;
нитрит натрия;
йодистый калий;
едкий натр;
хлористый кальций.

Аппаратура:

стакан химический;
воронка капельная;
колба круглодонная;
обратный воздушный холодильник;
установка для перегонки с паром;
воронка делительная.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В химическом стакане емкостью 250 (100) мл смешивают 20 мл концентрированной соляной кислоты и 100 мл воды и к полученному раствору прибавляют 2 г анилина гидрохлорида. Стакан помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры около 5°C. Затем к раствору при непрерывном перемешивании небольшими порциями (по 2–3 мл) приливают охлажденный раствор 1.7 г нитрита натрия в 15 мл воды. Для лучшего охлаждения

реакционной массы можно добавлять в стакан мелкие кусочки льда.

Полученный раствор соли диазония смешивают в круглодонной колбе с раствором 3 г йодистого калия в 10 мл воды и оставляют на несколько часов. Затем к колбе присоединяют обратный воздушный холодильник и нагревают ее на слабо кипящей водяной бане до прекращения выделения азота. После охлаждения раствор подщелачивают концентрированным раствором едкого натра и отгоняют йодбензол с водяным паром. Перегонку ведут до тех пор, пока из холодильника не перестанут стекать маслянистые капли. Дистиллят из колбы-приемника переносят в делительную воронку и нижний слой (йодбензол) сливают в маленькую коническую колбу, осушают безводным хлористым кальцием и отфильтровывают через складчатый фильтр. Определяют показатель преломления, сравнивают со справочными данными.

Синтез о-нитройдбензола

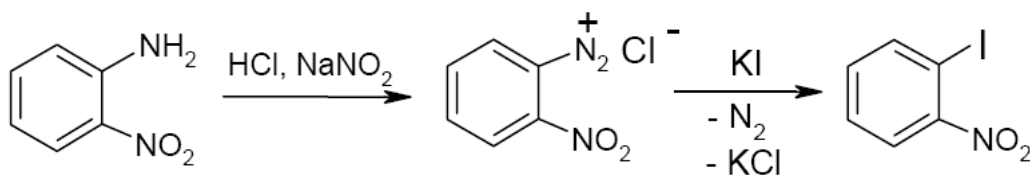
Реактивы:

2-нитроанилин;
соляная кислота, концентрированная;
нитрит натрия;
йодистый калий;
мочевина;
хлористый натрий.

Аппаратура:

стакан химический;
воронка капельная;
колба круглодонная;
колба Бунзена;
воронка Бюхнера;
стеклянная палочка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

ВНИМАНИЕ: ароматические нитросоединения и амины являются кровяными ядами, поэтому работу с ними следует проводить в перчатках в вытяжном шкафу.

В стакане нагревают при перемешивании стеклянной палочкой смесь 5 мл воды, 5 мл концентрированной соляной кислоты и 3.3 г о-нитроанилина. Последний при этом почти полностью растворяется. Затем, продолжая перемешивание, охлаждают раствор

до комнатной температуры (охлаждение сопровождается выпадением мелкокристаллического оранжевого осадка), прибавляют 8 г толченого льда, охлаждают до 0°C в бане со смесью льда и соли и постепенно при перемешивании по каплям из капельной воронки добавляют раствор 2 г нитрита натрия в 5 мл воды, следя за тем, чтобы температура реакционной смеси не поднималась выше 5°C. Через 20–30 мин к полученному раствору соли диазония прибавляют мочевины до прекращения выделения газа и постепенно при помешивании приливают раствор 4.9 г иодида калия в 7 мл воды. При этом происходит бурная реакция, сопровождающаяся выделением азота и выпадением темно-бурого осадка. По окончании реакции осадок отфильтровывают, промывают на фильтре насыщенным раствором иодида калия (при этом он становится желтым), водой и высушивают на воздухе. Выход около 5 г.

Синтез β-нафтолового оранжевого

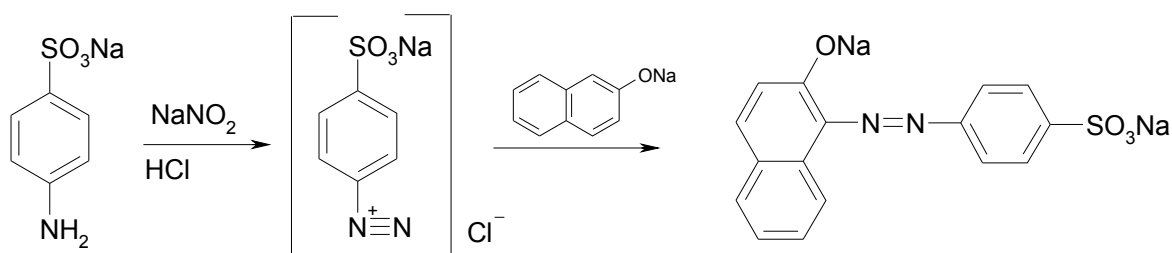
Реактивы:

сульфаниловая кислота;
нитрит натрия;
β-нафтол;
раствор гидроксида натрия;
раствор соляной кислоты;
хлорид натрия;
лед.

Аппаратура:

стакан химический;
термометр;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В стакане растворяют 1.25 г сульфаниловой кислоты в 33 мл 2 н раствора гидроксида натрия и к полученному раствору соли прибавляют раствор 0.5 г нитрита натрия в 6 мл воды. Затем реакционную смесь охлаждают до 10°C и при перемешивании по-

степенно вносят в стакан 4 н раствор соляной кислоты до прекращения образования осадка. Полученную взвесь п-дiazобензолсульфокислоты при комнатной температуре быстро, при перемешивании, приливают к щелочному раствору β-нафтола (1 г в 12 мл 2 н гидроксида натрия). Через несколько минут начинается кристаллизация красителя (натриевой соли) в виде оранжево-желтых листочков. Для уменьшения растворимости красителя прибавляют 6 г хлорида натрия. Смесь охлаждают и фильтруют. Продукт реакции на фильтре промывают холодной водой. Выход 2 г (79 % от теоретического).

Синтез диазоаминобензола

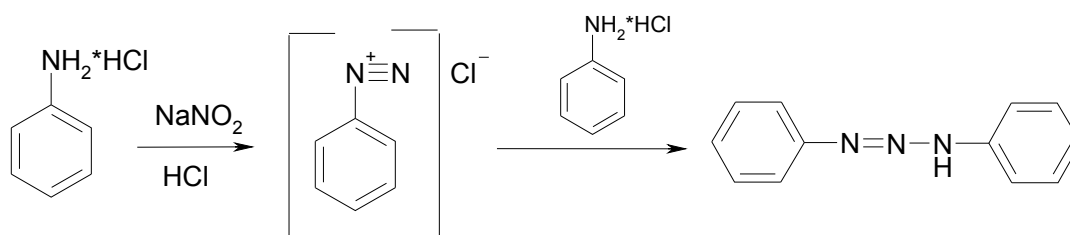
Реактивы:

анилин;
нитрит натрия;
соляная кислота;
ацетат натрия;
этиловый спирт.

Аппаратура:

стакан химический;
термометр;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В стакане вместимостью 100 мл растворяют 2.3 мл анилина в 15 мл соляной кислоты. В раствор, охлаждаемый ледяной водой, добавляют 12 г льда и постепенно при перемешивании приливают раствор 0.9 г нитрита натрия в небольшом количестве воды. Температура реакционной смеси не должна подниматься выше 5°C. После окончания реакции, которое определяют по йодкрахмальной бумаге, реакционную смесь оставляют на 15 минут при охлаждении и затем к ней добавляют раствор 6.25 г ацетата натрия в 25 мл воды. Выпавший осадок диазоаминобензола отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают водой, отжимают и перекристаллизовывают из этилового спирта. Выход продукта 2.3 г (90 % от теоретического).

Тема "Гетероциклические соединения"

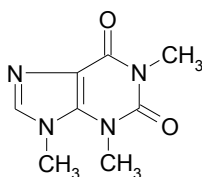
Выделение кофеина из природного сырья (чай)

Реактивы:

тонкоизмельченный чай;
вода.

Аппаратура:

коническая воронка;
чаша для выпаривания;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос;
вата;
электроплитка.



Лабораторная пропись.

В фарфоровую чашу для выпаривания, помещенную на электроплитку (через асбест!), помещают 25 г тонкоизмельченного чая и собирают установку для сублимации (возгонки). Для этого поверхность чаши для выпаривания накрывают кружком фильтровальной бумаги с прорезанными отверстиями, сверху закрепляют в лапке штатива воронку, обернутую смоченной холодной водой фильтровальной бумагой, и заглушенным (неплотно!) при помощи ваты носиком. Аккуратно нагревают установку, следя, чтобы не происходило разложения природного сырья (почернения).

Синтез 5-йод-3-фенил-2,1-бензизоксазола из 4-нитройдбензола и фенилацетонитрила

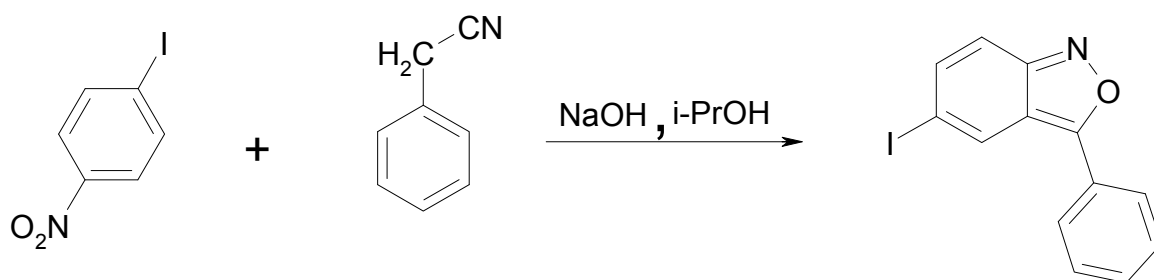
Реактивы:

4-нитройдбензол;
фенилацетонитрил;
гидроксид натрия;
изопропиловый спирт;
соляная кислота,
концентрированная.

Аппаратура:

стакан химический;
колба круглодонная;
кern, мешалка;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В круглодонную колбу, снабженную керном и механической мешалкой, вносят мелкодисперсный гидроксид натрия (5 г, измельчен в ступке) и добавляют изопропиловый спирт (40 мл). Перемешивают в течение 5 мин. Затем последовательно вносят в колбу фенилацетонитрил (1.5 мл) и 4-нитроидбензол (1 г). При этом наблюдается сине-фиолетовое окрашивание реакционной массы, свидетельствующее о формировании сигма-комплекса. Реакционную массу перемешивают при помощи механической мешалки в течение четырех часов. Затем ее выливают в холодную воду (объем воды = 400 мл), находящуюся в химическом стакане ($V = 600$ мл), тщательно перемешивают. Реакционную колбу промывают холодной водой три раза (порциями по 30 мл), при этом промывные воды также выливают в химический стакан. После этого в стакан помещают несколько кусочков льда и обрабатывают полученную в стакане смесь небольшими (по 5 мл) порциями заводской соляной кислоты до нейтрального значения рН (контролировать по универсальной индикаторной бумаге). Выпавший осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера и колбе Бунзена под вакуумом, промывают водой, отжимают шпателем. Переносят на бумажную коробку, сушат на воздухе в течение восьми часов. Определяют массу полученного продукта и температуру его плавления.

Тема "Аминокислоты"

Свойства глицина

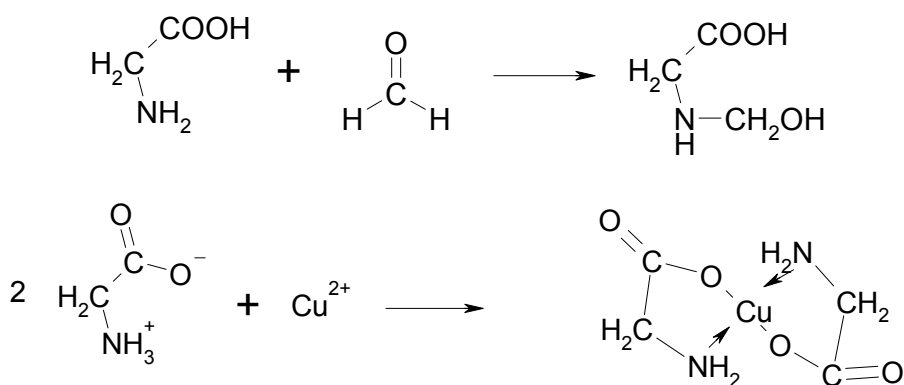
Реактивы:

глицин;
метиловый красный;
формальдегид;
хлорид железа (III);
медный купорос;
ацетат натрия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают 0.5 мл раствора глицина и добавляют 1 каплю метилового красного. В пробирку добавляют 2 капли раствора формальдегида.

К 1 мл раствора глицина добавляют 2 капли раствора хлорида железа (III).

В пробирку наливают 1 мл раствора глицина и вносят по кристаллику медного купороса и ацетата натрия.

Реакция формилирования антраниловой кислоты

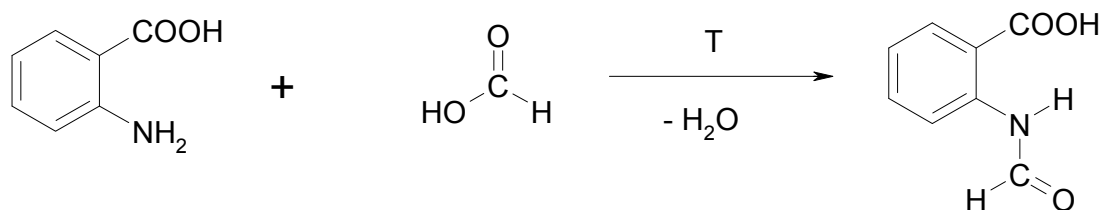
Реактивы:

антраниловая кислота;
муравьиная кислота, концентрированная;
изопропиловый спирт;

Аппаратура:

стакан химический;
колба круглодонная;
кипелка;
шпатель или стеклянная палочка;
воронка Бюхнера и колба Бунзена;
водоструйный вакуум-насос.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В одnogорлую колбу помещают 2 г антраниловой кислоты, приливают 20 мл муравьиной кислоты. Снабжают колбу обратным водяным холодильником, кипелкой и нагревают через асбест при температуре кипения смеси в течение 2 ч. Охлаждают смесь до комнатной температуры, выливают в химический стакан со 100 мл холодной воды. Выпавший осадок отфильтровывают под вакуумом, отжимают, сушат. Определяют практический выход продукта.

Свойства белков

Реактивы:

яичный белок;
раствор формальдегида;
этанол;
уксусная кислота;
медный купорос;
ацетат свинца.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:

$[-\text{CO}-(\text{R})\text{CH}-\text{NH}-] + \text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{солеобразный комплекс}$

$[-\text{CO}-(\text{R})\text{CH}-\text{NH}-] + \text{Pb}^{2+} \rightarrow \text{солеобразный комплекс}$

Лабораторная пропись.

В четыре пробирки помещают по 0.5 мл раствора яичного белка. Содержимое первой пробирки нагревают до кипения, охлаждают и растворяют в воде. В остальные пробирки добавляют соответственно раствор формальдегида, этанол и уксусную кислоту.

Берут две пробирки и помещают в них по 1 мл раствора яичного белка. В первую пробирку добавляют 1 каплю раствора сульфата меди (II), во вторую – 1 каплю раствора ацетата свинца.

Тема "Углеводы"

Окисление глюкозы

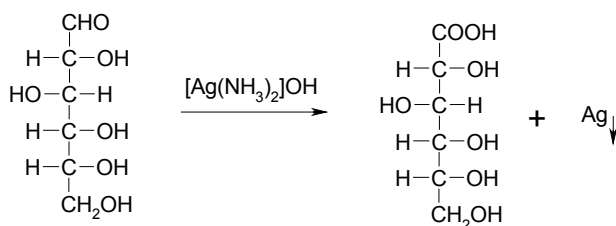
Реактивы:

аммиачный раствор оксида серебра;
глюкоза.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К 2 мл аммиачного раствора оксида серебра в тщательно вымытой пробирке приливают 1 мл 5%-ного раствора глюкозы. Пробирку со смесью нагревают на спиртовке до осаждения на стенках металлического серебра.

Доказательство наличия гидроксильных групп в моно- и дисахаридах

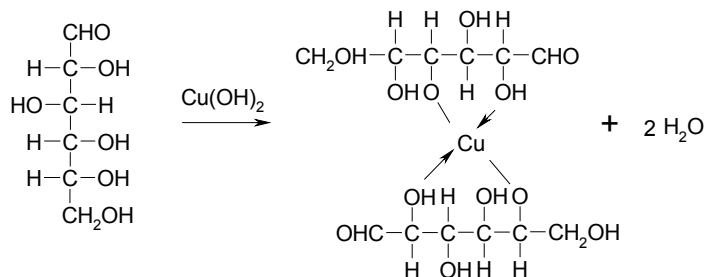
Реактивы:

хлорид кальция;
раствор гидроксида натрия;
глюкоза;
медный купорос;
сахароза.

Аппаратура:

пробирки;
штатив.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

К 1 мл раствора хлорида кальция добавляют 0.5 мл раствора гидроксида натрия и приливают раствор глюкозы до растворения первоначально образовавшегося осадка. Содержимое пробирки взбалтывают.

В пробирке смешивают 1 мл раствора глюкозы, 1 мл раствора гидроксида натрия и 2 капли раствора сульфата меди (II). Содержимое пробирки взбалтывают.

Аналогичные опыты проводят с раствором сахарозы.

Гидролиз сахарозы

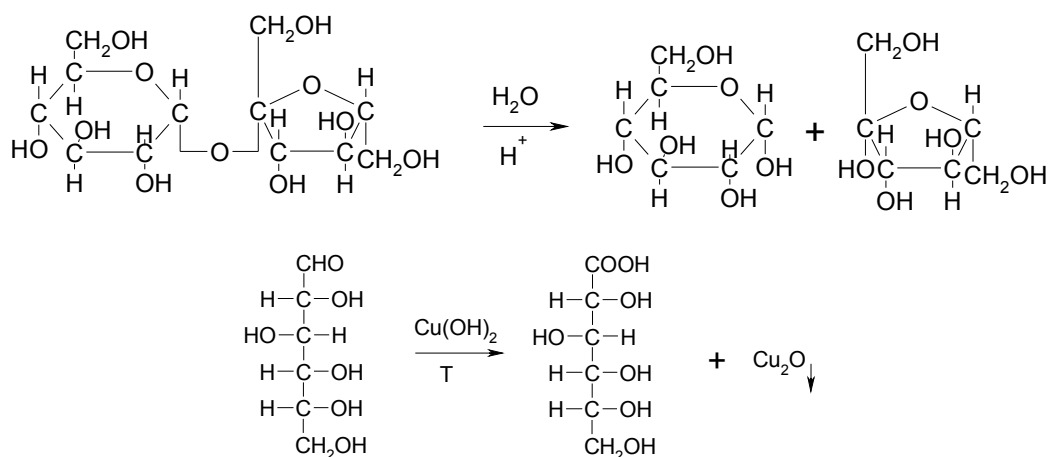
Реактивы:

раствор соляной кислоты;
раствор гидроксида натрия;
медный купорос;
сахароза;
соляная кислота;
резорцин.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирке смешивают 0.5 мл раствора сахарозы, 2 капли раствора соляной кислоты и 0.5 мл воды. Смесь осторожно нагревают в пламени спиртовки в течение 30 секунд, не допуская выброса раствора из пробирки. Смесь делят на две пробирки.

Первую часть раствора нейтрализуют по каплям раствором гидроксида натрия и добавляют 0.5 мл раствора сульфата меди (II). Верхнюю часть пробирки осторожно нагревают до кипения.

Ко второй части гидролизата добавляют крупинку резорцина и 2–3 капли концентрированной соляной кислоты. Нагревают до кипения.

Для сравнения проводят холостой опыт. Водный раствор сахарозы кипятят без добавления соляной кислоты и проводят реакцию с гидроксидом меди (II) и реакцию Селиванова.

Качественная реакция на крахмал

Реактивы:

крахмальный клейстер;
раствор йода в йодиде калия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись.

В пробирку помещают 5 капель 0.5%-ного раствора крахмального клейстера и 1 каплю раствора йода в йодиде калия, разбавленного водой до светло-желтой окраски. Раствор приобретает синюю окраску. Нагревают раствор – окраска исчезает, при охлаждении раствора окраска появляется вновь.

Гидролиз крахмала

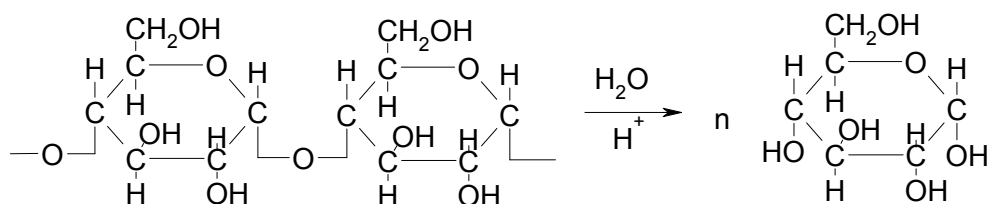
Реактивы:

крахмальный клейстер;
раствор серной кислоты;
раствор йода в йодиде калия.

Аппаратура:

пробирки;
штатив;
спиртовка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись

В пробирку наливают 2 мл крахмального клейстера и добавляют 2 мл раствора серной кислоты. Смесь нагревают до кипения и через равные промежутки времени (2 минуты) пипеткой отбирают пробы раствора (по 0.5 мл) в 5–6 пробирок. В охлажденные пробы добавляют по 1–2 капли раствора йода в йодистом калии. Нагревание раствора прекращают, когда проба раствора с йодом становится слабо-желтой (не изменяет цвета). После охлаждения с гидролизатом проводят качественную реакцию на глюкозу.

Гидролиз целлюлозы

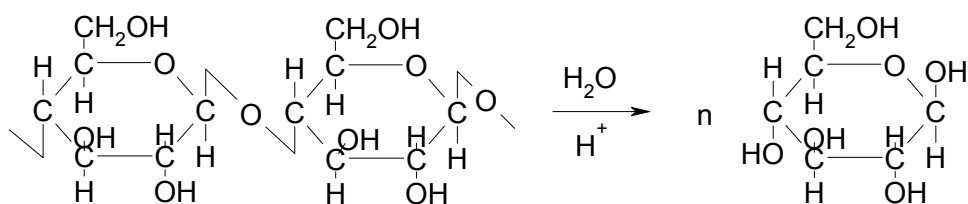
Реактивы:

вата;
раствор серной кислоты;
медный купорос;
гидроксид натрия.

Аппаратура:

фарфоровая ступка;
пестик;
химический стаканчик;
электроплитка.

Схема взаимодействий:



Лабораторная пропись

В фарфоровую ступку помещают небольшой кусочек ваты (или фильтровальной бумаги), приливают 0.5 мл концентрированной серной кислоты и растирают вату (бумагу) пестиком до получения густой кашицы. Если необходимо, добавляют еще несколько капель кислоты. В ступку наливают 10–15 мл воды, растворяют в ней кашицу и выливают раствор в стаканчик. Полученный раствор кипятят около 10 минут. Гидролизат проверяют на присутствие глюкозы – реакция с гидроксидом меди (II).

6. Список рекомендуемой литературы

1. Агрономов, А. Е. Лабораторные работы в органическом практикуме / А. Е. Агрономов, Ю. С. Шабаров. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1971. – 230 с.
2. Лабораторные работы по органической химии / под ред. О. Ф. Гинзбурга и А. А. Петрова. – М.: Высшая школа, 1967. – 296 с.
3. Прянишников, Н. Д. Практикум по органической химии / Н. Д. Прянишников. – М.; Л.: Госхимиздат, 1950. – 245 с.
4. Органикум; пер. с нем. В. М. Потапова, С. В. Пономарева. – М.: Мир, 1979. – Т. 1–2.
5. Шарп, Дж. Практикум по органической химии; пер. с англ. / Дж. Шарп, И. Госни, А. Роули. – М.: Мир, 1993. – 240 с.
6. Свойства органических соединений: справочник / под ред. А. А. Потехина. – Л.: Химия, 1984. – 520 с.
7. Справочник химика. Т. 2. Основные свойства органических соединений и неорганических соединений. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1964. – 1168 с.
8. Гитис, С. С. Практикум по органической химии: учеб. пособие / С. С. Гитис, А. И. Глаз, А. В. Иванов. – М.: Высшая школа, 1991. – 303 с.

Оглавление

1. Техника безопасности при работе в химической лаборатории	
класса опасности А/В1 В-1а.....	3
Общие правила проведения работ.....	3
Правила техники безопасности	5
Правила противопожарной безопасности	6
Меры первой помощи при несчастных случаях	7
2. Оформление отчета о лабораторной работе	8
3. Оборудование химической лаборатории и химическая посуда.....	9
4. Определение индивидуальности и некоторых констант	
органических соединений	11
Тонкослойная хроматография.....	11
Определение температуры плавления.....	16
Определение температуры кипения	18
Определение удельного веса	19
Определение молекулярного веса органических веществ	21
Определение показателя преломления жидкости	22
5. Лабораторные работы	24
Тема "Строение органических соединений"	24
Тема "Предельные углеводороды"	25
Тема "Этиленовые углеводороды"	27
Тема "Ацетиленовые углеводороды"	28
Тема "Диеновые углеводороды"	29
Тема "Алициклические соединения"	31
Тема "Ароматические углеводороды"	31
Тема "Галогенпроизводные углеводородов"	34
Тема "Металлоорганические соединения"	36
Тема "Спирты"	37
Тема "Простые эфиры"	39
Тема "Фенолы"	40
Тема "Альдегиды и кетоны"	44
Тема "Карбоновые кислоты"	47
Тема "Хиноны"	53
Тема "Нитросоединения"	55
Тема "Аминосоединения"	57
Тема "Дiazосоединения и азокрасители"	58
Тема "Гетероциклические соединения"	62
Тема "Аминокислоты"	64
Тема "Углеводы"	66
6. Список рекомендуемой литературы	70

Учебное издание

Ганжа Валентин Владимирович
Котов Александр Дмитриевич
Орлов Владимир Юрьевич

Органическая химия

*Методические указания
к проведению лабораторных работ*

Редактор, корректор И. В. Бунакова
Компьютерная верстка Е. Л. Шелехова

Подписано в печать 31.08.09. Формат 60×84 ¹/₁₆.
Бум. офсетная. Гарнитура "Times New Roman".
Усл. печ. л. 4,18. Уч.-изд. л. 2,92.
Тираж 100 экз. Заказ

Оригинал-макет подготовлен
в редакционно-издательском отделе Ярославского
государственного университета им. П. Г. Демидова.

Отпечатано на ризографе.

Ярославский государственный университет
им. П. Г. Демидова.
150000, Ярославль, ул. Советская, 14.

**В. В. Ганжа
А. Д. Котов
В. Ю. Орлов**

Органическая химия

*Методические указания
к проведению лабораторных работ*