

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХЕРСОНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
Факультет природознавства, здоров'я людини і туризму
Кафедра органічної та біологічної хімії

Речицький О.Н., Кот С.Ю.

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

**до лабораторного практикуму та
індивідуальні завдання
з методів синтезу неорганічних та органічних
сполук**

Херсон – 2016

УДК 546+547 – 3:54.057(075.8)

ББК 24.116 – 5

Р 46

*Рекомендовано Вченою радою Херсонського державного університету
(протокол № 6 від 29.02.2016 р.)*

Автори:

Речицький кандидат хімічних наук, доцент кафедри органічної та біологічної хімії Херсонського державного університету
Олександр Наумович

Кот викладач кафедри органічної та біологічної хімії Херсонського державного університету
Сергій Юрійович

Рецензенти:

Д.Г. Сарібєкова завідувач кафедри хімічних технологій, експертизи та безпеки харчової продукції Херсонського Національного технічного університету, доктор технічних наук, професор

Л.Л. Пилипчук доцент кафедри загальної та неорганічної хімії, кандидат біологічних наук

Речицький О.Н., Кот С.Ю.

Р46 Методичні рекомендації до лабораторного практикуму та індивідуальні завдання з методів синтезу неорганічних та органічних сполук / О.Н. Речицький, С.Ю. Кот – Херсон: ПП Вишемирський В.С., 2016. – 168 с.

ISBN 978-617-7273-31-7

Практикум містить методики конкретних синтезів неорганічних та органічних сполук, а також завдання для самостійної роботи студентів. Велика увага приділена формуванню у студентів вмінь та навичок самостійної роботи. Практикум призначений для студентів спеціальності Хімія.

**УДК 546+547 – 3:54.057(075.8)
ББК 24.116 – 5**

ISBN 978-617-7273-31-7

© Речицький О.Н., 2016
© Кот С.Ю., 2016
© ПП Вишемирський В.С., 2016

Зміст

Вступ	4
Рекомендована література	6
1. Розподіл навчального матеріалу по модулям. Графік контролю індивідуальної роботи студентів. Критерії оцінювання	10
2. Правила роботи в лабораторії неорганічного та органічного синтезу	21
3. Вимоги до ведення робочого журналу	34
4. Методи виділення та очищення сполук	44
5. Методики синтезу неорганічних сполук	73
6. Методики синтезу органічних сполук	93
7. Індивідуальні завдання для самостійної роботи студентів	139
8. Приклади розв'язання та оформлення індивідуальних завдань	149
9. Додатки	158

Вступ

Лабораторний практикум призначений для студентів спеціальності Хімія і відповідає програмі з методів синтезу неорганічних та органічних сполук.

Заняття з методів синтезу неорганічних та органічних сполук, які проводяться після вивчення систематичних курсів неорганічної, органічної, аналітичної та фізичної хімії, передбачає закріплення та розширення раніше одержаних теоретичних знань по деяким темам, а також формування у студентів експериментальних вмінь.

Ці рекомендації створені з урахуванням сучасних вимог щодо підготовки майбутнього фахівця-хіміка та вчителя-хіміка і передбачає перш за все, формування навичок самостійної роботи з лабораторного синтезу органічних і неорганічних сполук, способів виділення їх з реакційної суміші, методів очищення та ідентифікації з використанням для цієї мети як класичних, так і сучасних фізико-хімічних методів дослідження.

У першій частині рекомендацій представлені: розподіл навчального матеріалу по модулям, графік контролю індивідуальної роботи студентів, критерії оцінювання різних форм роботи студентів.

Друга частина включає відомості по методам роботи та основним прийомам неорганічного та органічного синтезу, приділяється увага правилам охорони праці при роботі в лабораторії та наданню першої допомоги при нещасних випадках, а також вимоги до ведення лабораторного журналу.

Третя та четверта частини присвячені одержанню неорганічних та органічних сполук відповідно. Наведені методики синтезів хімічних сполук, які відрізняються прийомами проведення реакцій, виділення та очищення одержаних продуктів. Треба зазначити, що синтези, які рекомендуються для виконання, можуть бути одно- та багатостадійними. Синтезовану речовину необхідно виділити, очистити та ідентифікувати фізичними та хімічними методами.

У п'ятій частині рекомендацій представлені індивідуальні завдання для самостійної роботи студентів. Кожне індивідуальне завдання містить питання для самопідготовки та перелік літератури і задачі, які треба розв'язати. Питання для самопідготовки охоплюють об'єм теоретичного матеріалу, який необхідно вивчити для успішного розв'язування завдань, що стосуються складання схеми багатостадійного синтезу речовини, необхідних розрахунків та ідентифікації проміжних сполук і кінцевого продукту синтезу.

Методичні рекомендації до лабораторного практикуму тісно зв'язані з посібником “Від будови до синтезу органічних сполук” (автори Речицький О.Н., Решнова С.Ф.), в якому викладаються теоретичні основи синтезу органічних сполук.

Рекомендована література

Основна література

Неорганічний синтез

1. Ахметов Н.С. Общая и неорганическая химия / Н.С. Ахметов – М.: Высшая школа, 2001. – 743 с.
2. Карякин Ю.В. Чистые химические вещества / Ю.В. Карякин, И.И. Ангелов – М.: Химия, 1974. – 408 с.
3. Ключников Н.Г. Неорганический синтез / Н.Г. Ключников – М.: Просвещение, 1983. – 304 с.
4. Ключников Н.Г. Неорганический синтез / Н.Г. Ключников – М.: Просвещение, 1988. – 240 с.
5. Логинов Н.Я. Аналитическая химия / Н.Я. Логинов, А.Г. Воскресенский, И.С. Солодкин. – М.: Просвещение. – 1979. – 478 с.
6. Некрасов В.В. Основы общей химии / В.В. Некрасов – М.: Химия, 1973. – Т. 1. – 656 с.; Т. 2. – 688 с.
7. Полинг Л. Общая химия / Л. Полинг – М.: Мир, 1974. – 846 с.
8. Реми Г. Курс неорганической химии / Г. Реми – М.: Мир, Т. 1. – 1972. – 824 с.; Т. 2. – 1974. – 776 с.
9. Степаненко О.М. Загальна та неорганічна хімія / О.М. Степаненко, А.Г. Рейтер, В.М. Ледовський, С.В. Иванов – К.: Педагогічна преса, 2000. – Ч. 1. – 568 с.; Ч. 2. – 783 с.
10. Шевряков М.В. Аналітична хімія / М.В. Шевряков – Херсон: ХДУ, 2007. – 285 с.

Органічний синтез

11. Алексеев В.В. Практикум з органічного синтезу / В.В. Алексеев – Київ: Вища школа, 1970. – 298 с.
12. Беккер Г. Введение в электронную теорию органических реакций / Г. Беккер – М.: Мир, 1977. – 658 с.
13. Васильева Н.В. Органический синтез / Н.В. Васильева,

Т.А. Смолина, В.К. Тимофеева и др. – М.: Просвещение, 1986. – 367 с.

14. Веселовская Т.К. Вопросы и задачи по органической химии / Т.К. Веселовская, И.В. Мачинская, Н.М. Прижилголовская и др. – М.: Высшая школа, 1988. – 256 с.

15. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ / П.И. Воскресенский – М.: Химия, 1973. – 717 с.

16. Гитис С.С. Практикум по органической химии. Органический синтез / С.С. Гитис, А.И. Глаз, А.В. Иванов – М.: Высшая школа, 1991. – 303 с.

17. Гинзбург О.Ф. Практикум по органической химии. Синтез и идентификация органических соединений / О.Ф. Гинзбург, В.С. Завгородний, Л.М. Зубрицкий и др. – М.: Высшая школа, 1989. – 318 с.

18. Днепровский А.С. Теоретические основы органической химии / А.С. Днепровский, Т.И. Темникова – Л.: Химия, 1979. – 520 с.

19. Домбровський А.В. Органічна хімія / А.В. Домбровський, В.М. Найдан – К.: Вища школа, 1992. – 503 с.

20. Ластухін Ю.О. Органічна хімія / Ю.О. Ластухін, С.А. Воронов – Львів: Центр Європи, 2009. – 868 с.

21. Моррисон Р. Органическая химия. Р. Моррисон, Р. Бойд – М.: Мир, 1974. – 1132 с.

22. Нейланд О.Я. Органическая химия / О.Я. Нейланд – М.: Высшая школа, 1990. – 752 с.

23. Несмеянов А.Н. Начала органической химии / А.Н. Несмеянов, Н.А. Несмеянов – М.: Химия, 1974. – Т. 1. – 624 с.; Т. 2. – 744 с.

24. Речицький О.Н. Від будови до синтезу органічних сполук / О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова – Херсон: ПП Вишимірський В.С., 2015. – 400 с.

25. Речицький О.Н. Органічна хімія в схемах / О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова – Херсон: ХДУ, 2014. – Ч. 1. – 438 с.; Ч. 2. – 442 с.; Ч. 3. – 274 с.

26. Сайкс П. Механизмы реакций в органической химии / П. Сайкс – М.: Химия, 1991. – 448 с.

27. Сильверстейн Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений / Р. Сильверстейн, Г. Басслер, Т. Морил – М.: Мир, 1977. – 590 с.

28. Смит В. Органический синтез. Наука и искусство / В. Смит, А. Бочков, Р. Кейпл – М.: Мир, 2001. – 574 с.

29. Справочник химика. – Л. – М.: Химия, 1964. – Т. 2. – 1168 с.

30. Чирва В.Я. Органічна хімія / В.Я. Чирва, С.М. Ярмолюк, Н.В. Толкачова, О.Є. Земляков – Львів: Бак., 2009. – 996 с.

Додаткова література

Неорганічний синтез

1. Ахметов Н.С. Неорганическая химия / Н.С. Ахметов – М.: Высшая школа, 1975. – 670 с.

2. Григор'єва В.В. Загальна хімія / В.В. Григор'єва, В.М. Самійленко, А.М. Сич, О.А. Голуб – К.: Вища школа, 2009. – 471 с.

3. Крешков А.П. Основы аналитической химии / А.П. Крешков – М.: Химия, 1970. – Т. 1. – 471 с.; Т. 2. – 456 с.; Т. 3. – 471 с.

4. Коттон Ф. Современная неорганическая химия / Ф. Коттон, Дж. Уилкинсон – М.: Мир, 1969. – Ч. 1. – 224 с.; Ч. 2. – 469 с.; Ч. 3. – 469 с.

5. Неділько С.А. Загальна та неорганічна хімія: задачі та вправи / С.А. Неділько, П.П. Попель – К.: Либідь, 2001. – 400 с.

6. Романова Н.В. Загальна та неорганічна хімія / Н.В. Романова – К.: Перун, 1998. – 480 с.

7. Телегуз В.С. Основы загальної хімії / В.С. Телегуз – К.: Новий світ, 2000. – 424 с.

8. Скопенко В.В. Координаційна хімія / В.В. Скопенко, Л.І. Савранський – К.: Либідь, 2004. – 424 с.

9. Угай Я.А. Неорганическая химия / Я.А. Угай – М.: Высшая школа, 1989. – 463 с.

Органічний синтез

10. Бакстон Ш. Введение в стереохимию органических соединений / Ш. Бакстон, С. Робертс – М.: Мир, 2005. – 311 с.
11. Гауптман З. Органическая химия / З. Гауптман, Ю. Грефе, Х. Ремане – М.: Мир, 1979. – 832 с.
12. Ионин Б.И. ЯМР-спектроскопия в органической химии / Б.И. Ионин, Б.А. Ершов – Л.: Химия, 1967. – 328 с.
13. Ингольд К. Теоретические основы органической химии / К. Ингольд – М.: Мир, 1973. – 1056 с.
14. Казицина Л.А. Применение УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии в органической химии / Л.А. Казицина, Н.Б. Куплетская – М.: МГУ, 1979. – 238 с.
15. Каррер П. Курс органической химии / П. Каррер – М.: Госхимиздат, 1960. – 1216 с.
16. Матье Ж. Курс теоретических основ органической химии / Ж. Матье, Р. Панико – М.: Мир, 1975. – 556 с.
17. Пентин Ю.В. Физические методы исследования в химии / Ю.В. Пентин, Л.В. Вилков – М.: Мир, ООО “Издательство АСТ”, 2003. – 683 с.
18. Потапов В.М. Стереохимия / В.М. Потапов – М.: Химия, 1976. – 695 с.
19. Рагойша А.А. Текстовый поиск научной химической информации в интернете / А.А. Рагойша – Минск: БГУ, 2012. – 64 с.
20. Робертс Дж. Органическая химия / Дж. Робертс, М. Касерио – М.: Мир, 1968. – Т. 1. – 592 с.; Т. 2. – 550 с.
21. Терней А. Современная органическая химия / А. Терней – М.: Мир, 1981. – Т. 1. – 678 с.; Т. 2. – 651 с.
22. Физер Л., Физер М. Органическая химия / Л. Физер, М. Физер – М.: Химия, 1970. – Т. 1. – 688 с.; Т. 2. – 800 с.

1. Розподіл навчального матеріалу по модулям.

Графік контролю індивідуальної роботи студентів.

Критерії оцінювання

Підсумкова оцінка з курсу методів синтезу неорганічних та органічних сполук виставляється з урахуванням аудиторної та самостійної роботи студентів на протязі двох семестрів (їх інтенсивності, ритмічності, якості засвоєння матеріалу).

При вивченні методів синтезу неорганічних та органічних сполук використовується модульно-рейтинговий принцип організації навчального процесу. Матеріал курсу, що вивчається, розподіляється на 3 модулі. В кожному модулі, як правило, передбачається виконання відповідних лабораторних робіт, виконання індивідуального домашнього завдання (розв'язування комплекту задач по темі), здача колоквиуму або виконання контрольної роботи. Кожна форма роботи оцінюється певною кількістю балів (оцінкою). Бали (оцінки), одержані за всі форми роботи, підсумовуються і помножуються на коефіцієнт відвідування лекцій і лабораторних робіт. Таким чином, до кінця семестру або навчального року кожний студент набирає певну суму балів – рейтинг:

$$P = k \cdot \sum B, \text{ де}$$

P – рейтинг;

$\sum B$ – загальна сума балів за всі форми роботи;

k – коефіцієнт відвідування

$$k = \frac{\text{кількість відвіданих годин}}{\text{загальна кількість годин}}$$

Особи, які мають рейтинг нижче 50 % до екзамену (заліку) не допускаються. Зміст модульної форми навчальної діяльності і контролю індивідуальної роботи, максимальна кількість балів, якими вони оцінюються, наведені в таблицях 1-2.

Примітка: рейтинг передбачає виконання і здачу всіх видів завдань і звітів у чітко встановлені строки. Поза графіком здача завдань і звітів не приймається.

**Розподіл навчального матеріалу по модулям.
Зміст модулів та форми контролю.
Синтез неорганічних та органічних сполук**

№ модуля	Зміст модуля	Види навчальної діяльності та форми контролю	Максимальна	
			Кількість балів	оцінка
1	Синтез неорганічних сполук	Методи очищення сполук (перегонка та перекристалізація)	2·100=200	2·5=10
		4 синтези неорганічних сполук	4·100=400	4·5=20
		Індивідуальне завдання № 1 Контрольна робота або колоквиум	100 100	5 5
2	Синтез аліфатичних органічних сполук	3 синтези органічних сполук	3·100=300	3·5=15
		Індивідуальне завдання № 2	100	5
		Контрольна робота або колоквиум	100	5
3	Синтез ароматичних органічних сполук	3 синтези органічних сполук	3·100=300	3·5=15
		Індивідуальне завдання № 3	100	5
		Контрольна робота або колоквиум	100	5
Всього			1800	90

Таблиця 2.1

Критерії оцінювання допуску до виконання синтезу

	Критерії, за які нараховуються бали	Кількість балів, яка нараховується
1. Розрахунок синтезу	Допуски не здавав	0
	Виконаний вірно	16-20
	Виконаний частково	1-15
	Відсутні	0
2. Рівняння реакції або механізм	Знає та записані	1-5
	Відсутні або не знає	0
3. План синтезу	Знає	6-10
	Знає частково	1-5
	Не знає	0
4. Техніка безпеки	Знає	1-3
	Не знає	0
5. Схема лабораторної установки, приладу	Знає	1-5
	Не знає	0
6. Прийоми виконання операції	Знає	1-5
	Не знає	0
7. Властивості вихідних сполук та продуктів	Знає	1-2
	Не знає	0
Всього		50

Таблиця 2.2

Критерії оцінювання проведення синтезу

	Критерій, за які нараховуються бали	Кількість балів, яка нараховується (+) або знімається (-)
1. Виконання синтезу з виходом, %	Синтез виконаний з виходом η % від методики	0
		1-10
		11-30
		31-50
		51-70
		71-90
		91-95
		96-100
	Не виконувався	0
2. Розрахунки виходу	Виконані вірно	+5
	Виконані частково	+3
	Не виконані	0
3. Виконання окремих операцій	Виконувались вірно	+5
	Виконувались з помилками (за кожну неправильну операцію)	-3
	Порушення техніки безпеки	-3
4. Фізико-хімічні константи синтезованих сполук	Встановлені вірно (різниця не більше 5° С від літературних)	+5
	Відрізняються від літературних (різниця більше 5 °С)	+3
	Не встановлені	0
5. Звіт про виконаний синтез	Складений вірно, зданий вчасно	+10
	Частково відображає виконану роботу	+2-5
	Зданий поза графіком	-5 (за кожний тиждень)
	Не складаний	0
Всього		50

Критерії оцінювання індивідуального завдання

Завдання	Критерій за який нараховується бали	Кількість балів, яка нараховується
1. Лабораторний шлях синтезу А→Б, у запропоновану кількість стадій	Шлях синтезу запропонований правильно, присутні плани синтезів окремих стадій	21-40
	Запропонований частково правильний ланцюг синтезу	11-20
	Відсутній план однієї чи декілька стадій	5-10
	Відсутній основний ланцюг лабораторних синтезів	0
2. Розрахунки реактивів	Виконані вірно	16-20
	Виконані частково	5-15
	Відсутні	0
3. Ідентифікація вихідних, проміжних та кінцевих продуктів	Запропоновані вірно	16-20
	Запропоновані з помилками	5-15
	Відсутня	0
4. Механізм реакції чи способи одержання сполуки С	Механізм реакції вірний. Вказаний спосіб одержання сполуки С	6-10
	Присутні помилки	1-5
	Відсутні	0
5. Інші можливі шляхи синтезу	Шляхи запропоновані вірно	6-10
	Присутні помилки	1-5
	Відсутні	0
	Індивідуальне завдання не виконане чи не здавалося	0
Всього		100

Таблиця 2.4

Критерії оцінювання контрольної роботи

Питання контрольної роботи	Критерії оцінювання контрольної роботи	Кількість балів, яка нараховується
1. Розрахункова задача	Задача розв'язана правильно, раціональним шляхом	91-100
	Задача розв'язана раціональним шляхом, але містить одну несуттєву помилку	81-90
	Задача розв'язана раціональним шляхом, але містить дві-три несуттєві помилки	61-80
	Задача розв'язана нераціональним шляхом	41-60
	При розв'язуванні задачі допущена суттєва помилка	21-40
	Задача розв'язана невірно	1-20
	Задача нерозв'язана	0
Всього		100
2. Теоретичні питання	Відповідь повна без помилок	91-100
	Відповідь повна, але містить одну несуттєву помилку	81-90
	Відповідь повна, але містить дві-три несуттєві помилки	61-80
	Відповідь повна, але містить одну суттєву помилку	41-60
	Відповідь або неповна, без логічної послідовності, або містить дві суттєві помилки	21-40
	Відповідь містить більше двох суттєвих помилок, або виконана менше ніж на 50 %	1-20
	Відповідь відсутня	0
Всього		100

Переведення оцінок з семибальної шкали в 100-бальну

Семи-бальна система	Середній бал	100-бальна система	Залік	Семи-бальна система	Середній бал	100-бальна система	Залік			
Відмінно А (5)	5	100	Зараховано	Незадовільно FX (2)	2,7	59	Не зараховано			
	4,9	97			2,6	56				
	4,8	93			2,5	52				
	4,7	90			2,4	49				
Добре Б (4,5)	4,6	89			2,3	45				
	4,5	87			2,2	42				
	4,4	85			2,1	38				
	4,3	83			2,0	35				
Добре С (4)	4,2	81						Незадовільно F (2)	1,9	34
	4,1	80							1,8	29
	4,0	78		1,7					23	
	3,9	76		1,6	18					
Задовільно D (3,5)	3,8	74		1,5	13					
	3,7	73		1,4	8					
	3,6	71	1,3	4						
	3,5	69	1,2	3						
	3,4	67	1,1	2						
Задовільно E (3)	3,3	64	1	1						
	3,2	63								
	3,1	62								
	3,0	61								
	2,9	60								
	2,8	60								

Практична частина з методів синтезу неорганічних та органічних сполук починається з методів виділення і очищення речовин (перекристалізація, перегонка з водяною парою, проста та фракційна перегонка), а також визначення фізико-хімічних констант (температури плавлення та кипіння, показника заломлення тощо). В цій частині практикуму студенти знайомляться з основними методами роботи, одержують навички конструювання простих лабораторних установок, використання приладів, оформлення лабораторного журналу та ін.

Після цього студент допускається до виконання індивідуальних синтезів, які визначаються викладачем. Варіанти синтезів наведені в таблицях 3 та 4.

Перед виконанням індивідуального синтезу студент повинен опрацювати рекомендовану літературу і скласти відповідний пропис, який включає характеристику властивостей одержуваної речовини, хімізм та фізико-хімічні умови синтезу, схему лабораторної установки, методику виконання роботи та необхідні розрахунки, включаючи складання теоретичного матеріального балансу. Вихідними даними для розрахунків є завдання на одержання певної маси чи об'єму речовини.

До виконання синтезу студент допускається тільки після складання "допуску", який передбачає знання всього вище перерахованого і особливо методики виконання роботи та охорони праці.

Після виконання синтезу студент повинен провести розрахунки практичного виходу сполуки (%), скласти звіт про виконану роботу. Виконані та оформлені синтези з окремих розділів практичного курсу разом з відповідними теоретичними питаннями захищаються студентами на наступному занятті або колоквиумах.

Послідовність виконання неорганічних синтезів та завдання на одержання певної кількості речовини

Варіант	Методи виділення і очищення речовин		Синтез № 1		Синтез № 2		Синтез № 3		Синтез № 4	
	Речовина	м, г V, дм ³	Речовина	м, г	Речовина	м, г	Речовина	м, г	Речовина	м, г
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	N-Фенілетан-амід Хлороформ	1,0 50	Плюмбум(II) оксид	→	Свинець (відновлення воднем)	20	Купрум(II) сульфат кристалогідрат	→	Купрум(I) хлорид	5,5
2	Бензоатна кислота Бензен	1,0 50	Барій пероксид	1,0	Залізо (алюмотермія)	1,8	Цинк карбонат	5,0	Натрій гексанітро-кобальтаг(III)	3,0
3	2-Гідрокси-бензоатна кислота Пропанон	1,0 50	Сіль Мора	1,5	Хлор	→	Цинк хлорид	10	Мідь (з розчинів солей цинком)	1,5
4	N-Фенілетан-амід Етанол	1,0 50	Алюміній гідроксид	→	Алюміній сульфат	4,0	Купрум(II) сульфат кристалогідрат	→	Купрум(I) бромід	6,0
5	Карбамід Хлороформ	1,0 50	Бромідна кислота	50	Мідь (електролітична)	2	Нікол(II) хлорид	→	Нікол диметил-глюксимат	1,1
6	Бензоатна кислота Етанол	1,0 50	Алюміній сульфат	3,8	Купрум(II) оксид	→	Мідь (відновлення воднем)	1,7	Бромідна кислота	60
7	2-Гідрокси-бензоатна кислота Бензен	1,0 50	Купрум(II) сульфат кристалогідрат	→	Тетрааміно-купрум(II) сульфат	1,5	Ферум(III) оксид	→	Залізо (відновлення воднем)	1,0

Продовження таблиці 3

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
8	N-Фенілетан-амід Етанол	1,0 50	Кобальт(II) гідроксид	→	Кобальт(II) нітрат	6,1	Мідь (з розчинів солей алюмінієм)	→	Тетрааміно-купрум(II) гідроксид	1,2
9	Карбамід Хлороформ	1,0 50	Цинк карбонат	→	Цинк оксид	5,5	Барій пероксид	1,1	Залізо (алюмотермія)	2
10	Бензоатна кислота Хлороформ	1,0 50	Ферум(III) нітрат	→	Ферум(III) гідроксид	6,4	Бромідна кислота	55	Купрум(II) оксид	1,5
11	Тіокарбамід Бензен	1,0 50	Мідь (електролі-тична)	2	Бромідна кислота	40	Цинк сульфат	→	Цинк гідроксид	3,1
12	N-Фенілетан-амід Чотирьох-хлористий карбон	1,0 50	Нікол(II) хлорид	→	Нікол(II) карбонат	7,5	Сіль Мора	1,5	Бромідна кислота	50
13	Карбамід Пропанон	1,0 50	Купрум(II) оксид	→	Мідь (відновлення воднем)	3,5	Кобальт(II) нітрат	→	Нагрій гексанітро-кобальтат	4,0
14	2-Гідрокси-бензоатна кислота Пропан-2-ол	1,0 50	Цинк хлорид	15	Хлор		Хром(II) оксид	→	Амоній дихромат	3,5
15	Бензоатна кислота Етанол	1,0 50	Залізо (відновлення воднем)	→	Ферум(III) сульфат кристалогідрат	3,5	Алюміній гідроксид	→	Алюміній сульфат	4,0

Послідовність виконання органічних синтезів та завдання на одержання певної кількості речовини

Варіант	Синтез № 5		Синтез № 6		Синтез № 7		Синтез № 8		Синтез № 9		Синтез № 10	
	Речовина	м, г	Речовина	м, г	Речовина	м, г	Речовина	м, г	Речовина	м, г	Речовина	м, г
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	Бутилetanoat	20	2-Метил-2-хлоропропан	22	Нітробензен	→	Анілін	→	Хлоробензен	11	1,5-дифенілпента-1,4-діен-3-он	7
2	1-Бромобутан	12	Фенілметанол	→	Бромометилбензен	15	1,3-Динітробензен	→	3-Нітроанілін	6	2-Йодопропан	12
3	Нітробензен	→	Анілін	→	Йодобензен	15	Пропанон	20	Йодоетан	16	2-Бромометилпропан	25
4	2-Бромпропан	16	Нітробензен	→	Анілін	→	Бромобензен	10	Етилetanoat	25	2-Етаноатбензоатна кислота	6
5	Бензоатна кислота	→	Етилбензоат	12	2-Бромометилпропан	20	Нітробензен	→	Анілін	9	β -Нафтолоранж	5
6	Бромоетан	17	Бромобензен	10	1-Йодобутан	13	2-Етокси-нафтален	9	Фенілметанол		Хлоробензен	18
7	1,3-Динітробензен	→	3-Нітроанілін	8	Алізариновий жовтий	3	1-Бромобутан	24	Етилetanoat	30	Пропанон	25
8	Флуоресцеїн	→	Еозин	3	3-Фенілпропенова кислота	5	β -Нафтолоранж	4	2-Йодопропан	14	Бутилetanoat	20
9	4-Бромотолуен	4	Пропанон	→	1,5-дифенілпента-1,4-діен-3-он	6	Нітробензен	→	Анілін	→	<i>N</i> -Фенілетанамід	12

Продовження таблиці 4

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
10	3-Феніл-пропенова кислота	7	Бромостан	→	N,N-Діетил-анілін	8	Діазаміно-бензен	5	Феніл-метанол	→	Бромо-метилбензен	20
11	2-Метил-2-хлоропропан	24	Нітро-бензен	→	Анілін	→	Бромо-бензен	12	2-Етаноат-бензоатна кислота	10	Ізопентил-етаноат	20
12	Фенілметанол	→	Хлоро-метил-бензен	15	2-Бромо-пропан	21	Флуоресцеїн	→	Еозин	5	3-Феніл-пропенова кислота	4
13	2-Йодо-пропан	12	Бензоатна кислота	→	Етил-бензоат	15	Бромо-бензен	14	Нітро-бензен	→	Анілін	15
14	Нітробензен	→	Анілін	→	Хлоро-бензен	12	2-Бромо-2-метил-пропан	18	1-Хлоро-бутан	21	β -Нафтол-оранж	3
15	Етилбензоат	14	Нітро-бензен	→	Анілін	→	Йодобензен	17	2-Хлоро-пропан	18	Йодостан	21

2. Правила роботи та охорони праці в лабораторії неорганічного та органічного синтезу

Загальні правила роботи в лабораторії неорганічного та органічного синтезу

1. Всі роботи в лабораторії неорганічного та органічного синтезу виконуються лише з дозволу викладача, в його присутності або в присутності лаборанта.

Категорично забороняється працювати в лабораторії одному.

2. Студент повинен працювати на відведеному і закріпленому за ним робочому місці і не міняти його без дозволу викладача.

3. Під час роботи в лабораторії слід підтримувати своє робоче місце в чистоті і порядку. На робочому місці не повинно бути зайвого (непотрібного в даній роботі) обладнання, посуду і реактивів. Закінчивши роботу, треба прибрати всі прилади і посуд в шафу або здати лаборанту.

4. Під час роботи в лабораторії **забороняється:**

- а) голосно розмовляти;
- б) займатися будь-якими сторонніми справами;
- в) одночасно виконувати кілька робіт;
- г) їсти, пити воду, палити цигарки.

5. Категорично забороняється залишати без нагляду діючі прилади, запалені газові пальники, увімкнені нагрівальні та інші електричні прилади.

6. Користуючись газом, електронагрівальними приладами, водопроводом, треба своєчасно закривати крани чи вимикати прилади. Слід економно витрачати газ, електроенергію, воду, хімічні реактиви, розчинники чи інші матеріали, обережно поводитись з посудом і обладнанням. Закінчивши роботу в лабораторії, слід виключити газ, вимкнути електроприлади, закрити крани водопроводу.

7. Забороняється кидати в раковини та зливні лійки папір, сірники, бите скло та інші тверді речі, а також виливати концентровані розчини кислот та лугів, легкозаймисті речовини і речовини з неприємним запахом. Тверді

рештки, щоб запобігти виведенню з ладу каналізаційної системи, слід викидати у відро чи інший спеціально для цього призначений посуд, а кислоти і розчинники, які після переробки можна повторно використати, слід зливати у відповідні банки та склянки.

8. Всі хімічні речовини треба зберігати у відповідному закритому посуді обов'язково з етикетками, на яких зазначено формулу, назву, а для розчинів і концентрацію.

Правила охорони праці в лабораторії неорганічного та органічного синтезу

1. Роботу з дуже отруйними речовинами, такими, як диметилсульфат, хлорангідриди найпростіших кислот, фосген, хлор, бром, нітроген(II) оксид і нітроген(IV) оксид та ін., слід проводити в спеціальному приміщенні, з невеликими кількостями – в загальній лабораторії, але в добре діючій і обов'язково включеній витяжній шафі.

2. Колби Бунзена, Кляйзена та інший посуд, який використовують у роботі з вакуумом, треба перевіряти на міцність до початку роботи. Під час перевірки слід вживати спеціальних запобіжних засобів: захисні окуляри, захисні щити з плексигласу, сітки.

При всіх роботах, пов'язаних з вакуумом (перегонка в вакуумі, вакуум-фільтрування, висушування у вакуум-ексикаторах) і підвищеним тиском (нагрівання в запаяних ампулах та їх відкривання), слід застосовувати захисні щити або окуляри з органічного скла.

3. Леткі легкозаймісті, вибухові і взагалі горючі речовини (етери, спирти, петролейний етер, бензин, бензен, ацетон та ін.) забороняється ставити чи переливати поблизу від вогню (газові пальники, спиртівки) або відкритих електронагрівальних приладів.

4. Петролейний етер, бензин, етери, спирти, бензен, його гомологи, ацетон та інші легкозаймісті речовини можна нагрівати лише в колбах з зворотним холодильником на водяній або масляній бані.

При роботі з діетиловим етером (перегонка, застосування етеру як розчинника і середовища) нагрівання слід проводити у нагрітій заздалегідь

водяній бані на значній віддалі від нагрівного приладу. Треба стежити за тим, щоб і сусід не працював з відкритим вогнем.

5. Випарювати (невеликі кількості) етери, спирти, ацетон, хлороформ, бензен і подібні до них леткі легкозаймисті, отруйні речовини можна лише у витяжній шафі.

6. Пробірку, в якій нагрівається речовина, студент має тримати отвором від себе і товаришів, що працюють поруч, бо перегріту речовину може викинути з пробірки.

7. Металеві натрій і калій слід зберігати в гасі або ксилені в банках, які закриті корками (ні в якому разі не можна закривати банку притертою скляною пробкою). Не можна брати ці метали пальцями, а лише пінцетом. Слід очищати натрій і калій від кірки, різати якнайдалі від води і приладів, де є діючі водяні холодильники.

Всі операції з натрієм і калієм слід виконувати на сухому фільтрувальному папері безпосередньо перед роботою з ними.

Відважувати натрій і калій треба в гасі, бензині, ксилені або абсолютному етері. Всі роботи з металевими натрієм і калієм виконувати в захисних окулярах.

Обрізки металевого натрію і калію ні в якому разі не викидати в раковину чи у відра для сміття. Їх негайно треба збирати у спеціальні банки з гасом і здавати лаборанту.

8. Категорично забороняється зберігати концентровану нітратну кислоту в одній шафі з органічними речовинами.

9. Розводити водою концентровану сульфатну кислоту треба обережно при безперервному перемішуванні, доливаючи кислоту до води, а не навпаки.

10. Наливаючи концентровані розчини кислот і лугів, слід користуватись захисними окулярами та гумовими рукавичками. Бром переливати лише під тягою, надівши гумові рукавички.

11. Категорично забороняється набирати піпетками розчини кислот і лугів, легколеткі та отруйні речовини, всмоктуючи їх безпосередньо ротом.

Для цього слід користуватися гумовими грушами або шприцами.

12. Під час роботи з отруйними речовинами (нітросполуки, феноли, диметилсульфат і особливо металева ртуть) стежити за тим, щоб вони не потрапили на столи, підлогу, руки та одяг.

13. Галогенопохідні насичених вуглеводнів (бромистий та йодистий етил, хлороформ, чотирьоххлористий карбон та ін.) не можна сушити металевим натрієм, бо може статися сильний вибух.

Ліквідація наслідків нещасних випадків і надання першої допомоги

1. В разі виникнення пожежі треба:

а) вимкнути рубильники електромережі, погасити пальники, спиртівки тощо;

б) вжити заходів до локалізації пожежі – негайно прибрати та винести посуд з вогненебезпечними речовинами, балони з горючими газами;

в) вивести потерпілих і одночасно приступити до гасіння пожежі – засипати піском, накрити полум'я мокрою ковдрою, залити великою кількістю води, якщо горюча речовина не спливає на поверхню.

Категорично забороняється гасити водою полум'я етеру, бензену, бензину, металевого натрію.

Коли вогнище пожежі велике слід застосовувати для гасіння вогнегасник і одночасно сповістити пожежну команду.

г) у разі займання на людині одягу негайно накинути на неї мокру ковдру або ковдру з азбесту, халат, пальто та ін., щоб припинити доступ повітря до одягу, що горить. Людині, на якій загорівся одяг, ні в якому разі не можна бігати по кімнаті, бо при цьому горіння одягу значно посилюється (роздувається полум'я).

2. При опіках вогнем:

а) прикласти на обпечену частину тіла вату, змочену етиловим спиртом з масовою часткою 96 %;

б) сильніші опіки (поява на шкірі пухирів) змочувати етиловим спиртом або розчином калій перманганату з масовою часткою 4 %;

в) у випадку сильніших опіків (руйнування тканини) покрити рану стерильною пов'язкою і негайно відправити потерпілого до лікарні.

3. При опіках кислотами ретельно промити обпечене місце сильним струменем води, потім розчином натрій гідрогенкарбонату з масовою часткою 3 %;

4. При попаданні на шкіру лугів ушкоджене місце добре промити водою, а потім розчином оцтової кислоти з масовою часткою 0,5 %.

5. При попаданні їдких лугів або кислот в очі негайно промити їх великою кількістю води (ні в якому разі не закриваючи очей). Після цього, якщо в очі попав луг, промити розчином борної кислоти з масовою часткою 2 %, коли кислота – розчином натрій гідрогенкарбонату з масовою часткою 3 %. Після надання першої допомоги потерпілому слід обов'язково звернутися до лікаря.

6. При попаданні на шкіру бромю треба зняти його ватою, змоченою бенzenом, петролейним етером, спиртом або концентрованим розчином натрій тіосульфату (гіпосільфіт), після чого добре промити водою.

7. Фенол з шкіри змивати спиртом або бенzenом.

8. При дрібних порізах склом вийняти осколки з рани, прикласти до рани вату, змочену концентрованим розчином ферум(III) хлориду, і накласти пов'язку.

При глибоких порізах, особливо при порушенні великих кровоносних судин, накласти жгут, зробити тугу пов'язку і відправити потерпілого в медпункт або лікарню.

9. При отруєннях хлором або бромом вивести потерпілого на свіже повітря і давати нюхати етиловий спирт або слабкий розчин амоніаку.

10. Розлитий диметилсульфат нейтралізувати розчином амоніаку.

Робоче місце студента

Основним робочим місцем студента в лабораторії неорганічного та органічного синтезу, як і в іншій хімічній лабораторії, є лабораторний стіл, а в ряді випадків і витяжна шафа.

За кожним студентом на період роботи з неорганічного та органічного синтезу закріплюється постійне робоче місце і те обладнання, яке потрібне для виконання більшості робіт: штативи універсальні Бунзена, штатив для пробірок, електронагрівальні прилади, деякий хімічний скляний та фарфоровий посуд, дрібний інструмент (пінцет, скальпель, шпатель, затискачі та ін.).

Обладнання та посуд, які потрібні лише для окремих робіт, студент одержує у лаборанта перед початком заняття.

Під час роботи на лабораторному столі (у витяжній шафі) не повинно бути зайвих речей, які заважають працювати.

Почавши працювати, не можна залишати робоче місце, особливо коли включені газові та електронагрівальні прилади, вакуум-насоси, водопровід. Порухення цієї вимоги може спричинитися до нещасного випадку.

На робочому столі студента завжди має бути ряд загально важливих реактивів, потрібних протягом усього практикуму. До таких реактивів належать концентровані та розведенні неорганічні кислоти, розчини лугів, осушуючі речовини (безводні кальцій хлорид, натрій сульфат та магній сульфат), деякі розчинники (бензен, ацетон, етиловий спирт). Реактиви для кожного синтезу слід одержувати перед початком занять у лаборанта в такій кількості, яка необхідна за розрахунками за методикою.

На лабораторному столі не можна тримати підручники й посібники, бо як обережно не працювати, на книжки попадають бризки реактивів, що веде до їх псування.

На робочому місці, тобто лабораторному столі, завжди має бути робочий журнал студента.

Лабораторне обладнання та правила збирання установок при виконанні неорганічних та органічних синтезів

В лабораторних умовах звичайно використовують скляний посуд. Конструкція приладу визначається умовами здійснення процесу. Для робіт, пов'язаних з нагріванням, і робіт під вакуумом використовують круглодонні колби. Частина приладу щільно сполучають за допомогою пробок або скляних

стандартних (взаємозамінних) шліфів, так як під час реакції не повинна відбуватися втрата компонентів.

В багатьох випадках необхідно поступове, по краплях, додавання рідкого компонента реакційної суміші. Речовину, що додають, часто необхідно відразу рівномірно розподілити по всьому об'єму реакційної маси, що досягається перемішуванням.

Таке додавання проводять за допомогою крапельних ліжок, які вставлені на пробках або шліфах у колбу (рис. 1).



Рис. 1. Крапельні та ділильні лійки.

Перемішування здійснюють механічними скляними мішалками або мішалками з насадками з тефлону (рис. 2).



Рис. 2. Типи мішалок.

Якщо перемішування проводять у відкритому посуді, то мішалку пропускають через пробку з отвором, яку закріплюють у лапці штативу. Якщо перемішують у закритому посуді, мішалку пропускають через спеціальні затвори, які закривають пристрій. Мішалку з'єднують за допомогою гумової трубки з валом або шківом двигуна. Для перемішування невеликих кількостей реакційної суміші використовують магнітні мішалки.

Нагрівання реакційної суміші, як правило проводять на банях, на електроплитках або газових пальниках.

Для нагрівання до температури не вище 100 °С використовують водяні бані. Відгонку та нагрівання легкогарючих рідин, киплячих вище 100 °С (до 200 °С) використовують масляні, гліцеролові та гліколеві бані. Нагрівання до більш високих температур проводять на піщаних банях.

Нагрівання та кип'ятіння проводять у круглodonних колбах, які з'єднанні з зворотними холодильниками різної конструкції і які служать для конденсації рідин, що випаровуються (рис. 3).



Рис. 3. Холодильники:

1 – ялинковий; 2 – прямий (Лібіха); 3 – Димрота; 4 – кульковий; 5 – повітряний.

Найбільш ефективні для такої мети кульковий або ялинковий холодильники та холодильник Димрота. Холодильник Лібіха бажано не використовувати, так як в багатьох випадках його ефективність дуже мала.

При перегонці рідин ($T_{\text{кип.}} < 150 \text{ }^\circ\text{C}$) використовують прилади з низхідним холодильником, в якому відбувається конденсація парів. Найбільш часто для цієї мети використовується холодильник Лібіха. При перегонці рідини

($T_{\text{кип.}} > 150 \text{ } ^\circ\text{C}$) використовують повітряний холодильник, який складається з внутрішньої трубки холодильника Лібіха. Щоб запобігти перегріву рідини, в рідину поміщають “кип’ятильники”. “Кип’ятильники” можна вносити тільки у холодну рідину.

Для більш гарного розділення речовин при перегонці використовують дефлегматори, які мають велику площу зіткнення з парами речовини. В дефлегматорах відбувається збагачення парів більш леткого компоненту.

Для проведення реакцій при охолодженні (до температури $0 \text{ } ^\circ\text{C}$) використовують лід. Більш ефективного охолодження досягають сильним подрібненням льоду. Для більш глибокого охолодження використовують охолоджуючі суміші (суміш натрій хлориду з льодом – $-5 \div -18 \text{ } ^\circ\text{C}$, суміш кальцій хлориду з льодом – $-9 \div -55 \text{ } ^\circ\text{C}$).

Вибір установки для синтезу визначається, в першу чергу, задачею, що стоїть перед експериментатором, умовами проведення реакції, а також властивостями вихідних та кінцевих продуктів.

Збирання установки повинно проводитися з великою ретельністю та акуратністю, так як це є неприємною умовою успішної та безпечної роботи. Зібрані установки повинні бути не тільки грамотними конструкційно, але й мати привабливий вигляд.

Окремі частини установки необхідно сполучати одну з одною обережно, підбираючи пробки та інші деталі ще до закріплення приладу в штативі. Посуд підбирають такого об’єму, щоб реагуючі речовини займали не більше $\frac{2}{3}$ об’єму. Якщо реакційна суміш буде нагріватися, то обов’язково використовують термостійкі круглодонні колби відповідного об’єму.

Хімічний посуд та лабораторні установки за допомогою лапок, затискачів і муфт монтують на штативах, на стаціонарних або пересувних стендах. Для того, щоб лапки та затискачі могли міцно опиратися на муфти, останні треба закріплювати відкритою частиною доверху. Не слід туго зажимати посуд лапками. Між лапкою та скляною поверхнею поміщають гумову або шкіряну прокладку.

Вся установка повинна бути зібрана в одній площині або по одній лінії (за виключенням деяких випадків), без перекосів. Дефлегматори, мішалки, зворотні холодильники кріплять суворо вертикально, а нізхідні холодильники під нахилом. Якщо установка призначена для роботи під атмосферним тиском, то необхідно, щоб вона вільно сполучалась з атмосферою для запобігання підвищення тиску у системі. Для захисту реагуючих речовин від взаємодії вологи повітря (якщо це треба) використовують хлоркальцієві трубки.

Експеримент в хімії дуже часто супроводжується нагріванням. Тому необхідно заздалогіть вирішити витримає чи ні даний посуд нагрівання. Посуд, виготовлений з термостійкого скла, має свій фірмовий знак – білий чи матовий квадратик або коло. Для нагрівання використовують нагрівальні бані. В залежності від матеріала, що використовують у якості теплоносія, розрізняють бані повітрянні, водяні, масляні, гліцеролові, металеві, піщані та інші.

Починаючи роботу, слід ще раз ретельно оглянути прилад та впевнитися у правильності його складання. **Зібрану установку необхідно показати викладачу. Заповнювати установку реагентами необхідно тільки після того, як викладач підтвердив правильність збирання установки!**

Підготовка хімічного посуду

Очищення хімічного посуду визначає якість досліджень, виконаних при повторному її використанні. Найбільш ретельно повинно бути очищений посуд, який застосовується в операціях з особливо чистими речовинами. Поверхня скляних, порцелянових, металевих і полімерних матеріалів може містити жирові та смолисті забруднення, органічні і неорганічні сполуки та аерозольні частинки. Домішки можуть сорбуватися на поверхні або вимиватися зі стінок хімічного посуду. На забруднення, що потрапляють у хімічний посуд з повітря, часто не звертають уваги, тому що вони візуально часто непомітні. Тим часом міське повітря містить від $3 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-5}$ г/см³ пилу, до якого входять SiO₂ (до 60 %), Al₂O₃ (до 40 %), Fe₂O₃ (до 16 %), CaCO₃ (до 6 %), MgCO₃ (до 0,8 %), Pb (до 0,05 %), сполуки купруму, натрію, хлориди, сульфати та інші домішки. Особливо багато в повітрі хімічних лабораторій домішок гідроген хлориду,

амоніаку та амоній хлориду. Грубі механічні забруднення видаляють із хімічного посуду за допомогою різних волосяних щіток і йоржів з застосуванням гарячого розчину мила або прального порошку (застосування металевих щіток і йоржів не допускається!). Грубі забруднення зі скляних і кварцових посудин не можна видаляти за допомогою піску, активованого вугілля, силікагелю та інших твердих частинок, оскільки вони можуть залишити на поверхні подряпини, часто майже непомітні, але які призводять до руйнування скла. Якщо волосяним йоржем не вдається проникнути до місця забруднення, у мильний розчин варто накидати обрізки фільтрувального паперу або шматочки тканих матеріалів, а потім багаторазово струснути посуд, що очищується. Після видалення грубих забруднень органічним розчинником знімають жирові плями, що залишилися. Цього можна досягти обробкою посуду “гострою” парою протягом 30-60 хв. Парова обробка дозволяє видалити з поверхні плями воску, парафіну, різних продуктів переробки нафти. Одночасно відбувається вилуговування скла, видалення з нього полісилікатів лужних металів з одночасним їхнім гідролізом і утворенням на поверхні скла своєрідної захисної плівки з силіцій(IV) оксиду. Після цих операцій для подальшого очищення використовують спеціальні миючі суміші.

Хромова суміш складається з калій дихромату і концентрованої сульфатної кислоти (калій або натрій дихромат масою 5-9 г та концентрована сульфатна кислота об'ємом 100 см³). Ця суміш у результаті реакції:



містить деяку кількість хром(IV) оксиду – більш сильного окисника, ніж калій дихромат і концентрована сульфатна кислота. Суміш руйнує більшість органічних речовин і перетворює плівки і плями оксидів та інших сполук металів у добре розчинні у воді гідрогенсульфати і гідроксихромати. Обробку посуду проводять у витяжній шафі, тому що суміш виділяє отруйний і леткий оксид CrO₃. Суміш стає непридатною, як тільки вона набуває зеленого забарвлення в результаті відновлення йонів Cr⁶⁺ до йонів Cr³⁺. Зберігають суміш у товстостінній порцеляновій склянці, закритій товстою скляною

пластинкою. Хромова суміш непридатна для очищення скляних пористих фільтрів та інших пористих мас через сильну адсорбцію хромат-іонів порами (фільтри набувають зеленого забарвлення). Йони хрому не вилучаються з пор навіть при багаторазовому кип'ятінні скляних фільтрів у чистій воді.

Перманганатна суміш складається з водного розчину калій перманганату [$w(\text{KMnO}_4) = 3-4 \%$] об'ємом 100 см^3 , що містить концентровану сульфатну кислоту об'ємом $1-5 \text{ см}^3$. Якщо після обробки такою сумішшю на стінках посуду з'являється бурий наліт манган(IV) оксиду, то його видаляють, обполіскуючи посудину концентрованою хлоридною кислотою, водним розчином щавлевої кислоти або водним розчином натрій гідрогенсульфату(IV) [$w(\text{NaHSO}_3) = 5 \%$]. Після обробки посуду одним з перерахованих реагентів його ретельно ополіскують чистою водою. Не рекомендується застосовувати лужну перманганатну суміш для очищення скляних і кварцових посудин. Ознакою відпрацьованості суміші є зникнення її фіолетового забарвлення.

Суміш Комаровського складається з рівних об'ємів водного розчину дигідроген пероксиду [$w(\text{H}_2\text{O}_2) = 5-6 \%$] і розчину хлоридної кислоти [$w(\text{HCl}) = 20 \%$]. Її застосовують для видалення поверхневих забруднень зі скла, кварцу та полімерних матеріалів. Ця суміш залишає поверхню більш чистою, ніж хромова або перманганатна. Перед використанням суміш Комаровського підігривають до температури $30-40 \text{ }^\circ\text{C}$, а після ополіскування посудин чистою водою перевіряють на відсутність у воді хлорид-іонів (проба з AgNO_3).

Вимитий посуд висушують, вживаючи всі запобіжні заходи від забруднення його домішками повітряного середовища. Для цієї мети використовують прилади, обладнані пристроями для підігріву та знепилення повітря, що подається по поліпропіленових трубках, на які надягають вимитий посуд. Випускають і прості штативи-сушарки, виготовлені, як правило, з полімерних матеріалів. Такі сушарки розташовують над раковинами або спеціальними піддонами для збору стікаючої води. Для сушіння посуду використовують і звичайну сушильну шафу. Вимитий посуд сушать у ньому при температурі $80-105 \text{ }^\circ\text{C}$, розташовуючи його на емальованих піддонах або в

кюветах з поліпропілену. Висушений посуд для охолодження залишають на якийсь час у вимкненій сушильній шафі, а потім переносять у спеціальний бокс для зберігання або у великий ексікатор, вільний від осушувача. Допускається сушіння відмитого посуду ополіскуванням спочатку чистим етанолом, а потім діетиловим етером або ацетоном. Спирт видаляє воду з поверхні, а етер або ацетон змивають плівку спирту і легко випаровуються зі стінок посудини.

Методом контролю чистоти відмитої скляної та кварцової поверхні є спостереження за поведінкою на ній водяної плівки. Якщо поверхня вільна від домішок гідрофобних речовин (малорозчинні, не взаємодіючі з водою речовини), то водяна плівка розподіляється тонким рівномірним шаром, змочуючи всю поверхню посудини без розривів у водяній плівці. Забруднена поверхня змочується водою нерівномірно, окремими ділянками. Мінімальна кількість виявлених цим візуальним методом забруднень становить $1 \cdot 10^{-7}$ - $1 \cdot 10^{-5}$ г/см². Більш чутливим є метод розпилення чистої води на відмиту поверхню за допомогою пульверизаторів. При відсутності гідрофобних забруднень дрібні крапельки води будуть змочувати поверхню і покривати її суцільною водяною плівкою. У місцях же забруднень буде спостерігатися скупчення крапель. Метод дозволяє виявити $2 \cdot 10^{-8}$ - $3 \cdot 10^{-7}$ г/см² гідрофобної речовини.

3. Вимоги до ведення робочого журналу

1. Лабораторні роботи повинні бути оформлені у робочому журналі за певною схемою. Усі записи в журналі необхідно розміщувати на правому боці аркуша. На лівому боці аркуша робити рисунки приладів, обчислення для таблиць 5 і 6 (працювати без чернетки), розраховувати вихід продукту. Крім того викладач може вносити зауваження до плану.

2. Для основної та проміжної реакцій необхідно скласти рівняння реакцій з стехіометричними коефіцієнтами, вказуючи механізм та перехідні стани процесу (якщо це відомо) і використовуючи структурні формули. Для побічних реакцій скласти усі можливі теоретичні побічні продукти і рівняння реакцій, в яких вони можуть утворитися.

3. Таблицю 5 “Розрахунок синтезу” заповнювати наступним чином:

- в графу 1 вписувати структурні формули усіх вихідних сполук та їх назви;

- в графі 2 проставляти значення молярних мас з точністю до 0,1 розраховані самостійно;

- графи 4 і 9 заповнювати у тих випадках, коли в реакції використовуються не тільки індивідуальні речовини, але і розчини (головним чином кислот та лугів). Як правило густина цих розчинів наведена в хімічних довідниках;

- потім заповнювати графу 8 на основі рекомендованої методики і запропонованих кількостей однієї з вихідних речовин або речовин, що одержують з урахуванням виходу реакції;

- якщо дано об’єм речовини у кубічних сантиметрах, то його перевести в масу у грамах. Після цього заповнювати графу 7;

- графи 5 і 6 заповнювати, зробивши розрахунки за рівнянням реакції, за обліком речовин, що взяті для проведення синтезу;

- на основі зробленого запису зробити висновки про те, які речовини у даному синтезі беруться у надлишку, а які у недостатчі і для перших заповнюють графи 10 і 11. У наведеному зразку надлишок (графа 10)

хлористого бензоїлу дорівнює $0,038 - 0,0335 = 0,0045$ моль, а натрій гідроксиду $0,0838 - 0,067 = 0,0168$ моль. В графу 11 записувати обчислені масові частки від ділення цих цифр на 0,0335 (у відсотках).

Усі розрахунки проводити на лівому боці аркуша робочого журналу. Якщо викладач вносить корективи до рекомендованої методики, то у розрахунок синтезу вносити дані, враховуючи ці корективи. Після заповнення таблиці 5 “Розрахунок синтезу”, на основі рекомендованої методики записати план роботи з рисунками приладів, що використовують, детальніше і по пунктах. В ньому записувати усі послідовні операції, які повинні виконуватися при роботі, з поясненням мети цих операцій.

4. У розділі “План синтезу” спочатку необхідно вказати літературне джерело.

План роботи повинен бути самостійно переосмисленою методикою, яка наведена у методичці, а не бути її копією. План роботи поділити на 4 етапи:

1. Приготування реактивів та збирання приладу.
2. Проведення реакції.
3. Відокремлення одержаної сполуки.
4. Очищення речовини.

У кожному розділі по пунктам описати усі операції, які необхідно виконати. На кожному етапі роботи вказати кількості речовин, що використовують. Особливу увагу звернути на правила охорони праці. Опис приладів у плані не приводити, а малювати на лівому боці сторінки їх схеми, вказуючи ємність колб, вид бань, тип холодильників та ін.

В кінці плану вказати очікувану кількість речовини згідно методики та константи цієї речовини.

5. Розрахунок синтезу та план роботи обов’язково перевіряється викладачем. Виконувати роботу дозволяється тільки після затвердження плану викладачем (підпис викладача).

6. В кінці плану роботи відмітити специфічні властивості сполуки, що одержують: стійкість, токсичність, фізіологічну дію і заповнити графу

“Константи речовини” за лабораторними даними у таблиці 6 “Константи і вихід продукту реакції”.

7. Звіт про виконання синтезу писати у процесі його виконання. Спочатку описати очищення вихідних речовин, якщо вона проводилась, та описати перевірку концентрації розчинів кислот або лугів за густиною. Потім докладно описати синтез даної речовини: дати опис приладів і вказати кількості кожного з реагентів, які були введені в реакцію (в грамах і молях), а також розчинників. Вказати умови проведення реакції, характерні особливості її протікання. Особливо відмітити зміни, що проходять в реакційній суміші при реакції, та ознаки, що характеризують протікання реакції (зміна забарвлення, зміна температури суміші та ін.). Якщо були допущені відхилення від наміченого у плані ходу роботи, то обов'язково вказують на них і наслідки, що були зумовлені цими відхиленнями від методики.

Обов'язково відмітити тривалість окремих операцій, стадію на якій робота була припинена та відкладена до наступного заняття. Особливу увагу приділити опису способу виділення і очищення продукту реакції, вказати вихід неочищеного препарату. При виділенні рідкого продукту, вказують спосіб фракціонування з описом приладу і числа виділених фракцій, температури кипіння, маси їх при кожній перегонці, втрат при перегонці, констант кожної стадії очищення аж до одержання речовини у чистому вигляді з константами, які підтверджують її чистоту.

При одержанні кристалічної речовини описати спосіб її кристалізації, вказуючи кількість речовини, яка була взята для перекристалізації і кількість розчинника. Обов'язково вказати температуру плавлення речовини як неочищеної, так і після кожної перекристалізації.

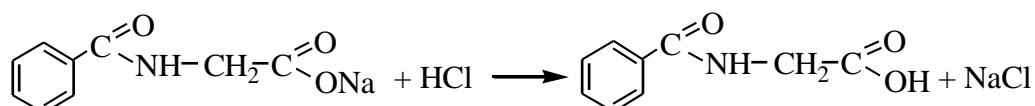
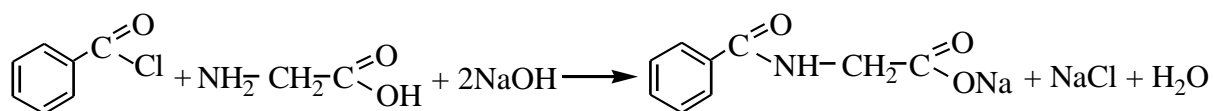
8. Константи і виходи одержаних речовин навести в кінці звіту у таблиці 6 “Характеристика одержаної речовини”.

Приклад оформлення синтезів у робочому журналі

“15” жовтня 2015 р.

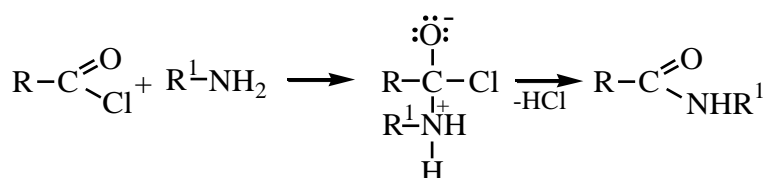
Синтез гіпурової кислоти

Основна і проміжна реакції:

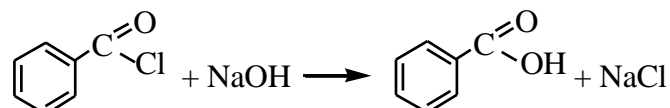


Тип основної реакції S_N2

Механізм основної реакції:



Побічні реакції:



План синтезу

Грандберг И. И. Практические и семинарские занятия по органической химии. М. – Высшая школа, 1987. – 164 с.

Розрахунки

Необхідно одержати 4,5 г гіпурової кислоти

1. Вихід реакції

За рівнянням реакції можна одержати (по недостатчі):

$$m(\text{гип.к} - \text{ти}) = \frac{m(\text{глиц.}) \times M(\text{гип.к} - \text{ти})}{M(\text{глиц.})};$$

$$m(\text{гип.к} - \text{ти}) = \frac{1,0 \text{ г} \times 179,0 \text{ г/моль}}{75,0 \text{ г/моль}} = 2,39 \text{ г};$$

$$\eta(\text{гип.к} - \text{ти}) = \frac{m_{\text{пр.}}(\text{гип.к} - \text{ти})}{m_{\text{теор.}}(\text{гип.к} - \text{ти})};$$

$$\eta(\text{гип.к} - \text{ти}) = \frac{1,8 \text{ г}}{2,39 \text{ г}} = 0,75.$$

2. За обліком реакції повинні одержати:

$$m_{\text{теор.}}(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}}) = \frac{m_{\text{пр.}}(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}})}{\eta(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}})};$$
$$m_{\text{теор.}}(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}}) = \frac{4,5 \text{ г}}{0,75} = 6,0 \text{ г}.$$

3. За рівнянням реакції необхідно взяти гліцину:

$$m(z_{\text{л.}}) = \frac{m(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}}) \times M(z_{\text{л.}})}{M(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}})};$$
$$m(z_{\text{л.}}) = \frac{6,0 \text{ г} \times 75,5 \text{ г/моль}}{179,0 \text{ г/моль}} = 2,51 \text{ г};$$
$$\nu(z_{\text{л.}}) = \frac{2,51 \text{ г}}{75,0 \text{ г/моль}} = 0,0335 \text{ моль}.$$

За методикою гліцину необхідно 0,0335 моль, або $m = 2,51 \text{ г}$.

Хлористого бензоїлу за рівнянням реакції:

$$m(x_{\text{б.}}) = \frac{m(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}}) \times M(x_{\text{б.}})}{M(z_{\text{п.к}} - m_{\text{и}})};$$
$$m(x_{\text{б.}}) = \frac{6,0 \text{ г} \times 141,0 \text{ г/моль}}{179,0 \text{ г/моль}} = 4,73 \text{ г};$$
$$\nu(x_{\text{б.}}) = \frac{4,73 \text{ г}}{141,0 \text{ г/моль}} = 0,0335 \text{ моль}.$$

За методикою на 1 моль гліцину приходиться 1,135 моль хлористого бензоїлу, тому необхідно взяти:

$$\nu(x_{\text{б.}}) = 0,0335 \times 1,135 = 0,0380 \text{ моль або}$$
$$m(x_{\text{б.}}) = 0,0380 \text{ моль} \times 141,0 \text{ г/моль} = 5,36 \text{ г}.$$

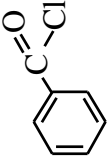
Натрій гідроксид за рівнянням реакції – для 1 моль гліцину необхідно 2 моль NaOH, тому:

$$\nu(\text{NaOH}) = 0,0335 \text{ моль} \times 2 = 0,0670 \text{ моль або}$$
$$m(\text{NaOH}) = 0,0670 \text{ моль} \times 40,0 \text{ г/моль} = 2,68 \text{ г}.$$

За методикою на 1 моль гліцину необхідно 2,5 моль NaOH, тому на 0,0335 моль гліцину необхідно 0,0838 моль NaOH, або:

$$m(\text{NaOH}) = 0,0838 \text{ моль} \times 40,0 \text{ г/моль} = 3,35 \text{ г}.$$

Розрахунок синтезу

Назва сполуки та її формула	Вихідні сполуки		Для розчинів концентрація, % або моль/дм ³ та густина, г/см ³	Необхідна кількість					Надлишок	
	Молярна маса, г/моль	Константи за літературою		За рівнянням		За методикою			моль	%
				моль	грам	моль	чистої речовини	даной концентрації		
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
 хлористий бензоїл	140,6	$T_{\text{кип.}} = 198 \text{ }^\circ\text{C}$ $T_{\text{пл.}} = -1 \text{ }^\circ\text{C}$ $n^{20} = 1,5537$ $\rho^{20} = 1,217 \text{ г/см}^3$	–	0,0335	4,73	0,0380	5,36 4,4 см ³	–	0,0045	13,5
$\text{NH}_2\text{CH}_2\text{C}(=\text{O})\text{OH}$ гліцин (глікокол)	75,0	$T_{\text{кип.}} = 233 \text{ }^\circ\text{C}$	–	0,0335	2,51	0,0335	2,51	–	–	–
NaOH натрій гідроксид	40,0	$T_{\text{пл.}} = 328 \text{ }^\circ\text{C}$	$w = 10 \%$ $\rho^{20} = 1,115 \text{ г/см}^3$	0,0670	2,68	0,0838	3,35	30,04 см ³ w = 10 %	0,0168	26

Маса розчину:

$$m_{p.}(NaOH) = \frac{m(NaOH)}{v(NaOH)};$$

$$m_{p.}(NaOH) = \frac{3,35 \text{ г}}{0,1} = 33,5 \text{ г};$$

$$V_{p.}(NaOH) = \frac{m(NaOH)}{\rho(NaOH)};$$

$$V_{p.}(NaOH) = \frac{33,5 \text{ г}}{1,115 \text{ г/см}^3} = 30,04 \text{ см}^3.$$

Реактиви

Реактиви	Маса, г	Об'єм, см ³	Кількість речовини, моль	Примітка
Для синтезу				
Гліцин	2,51			
Натрій гідроксид (w(NaOH) = 10 %)	3,35	30,04		
Хлористий бензоїл	5,36	4,4		
Лід				
Хлоридна кислота				За необхідністю
Для виділення продукту синтезу				
Вода				Для промивання
Для очищення речовини				
Чотирьоххлористий карбон		15		Для видалення бензойної кислоти
Чотирьоххлористий карбон		5		Для промивання
Вода		75		Для перекристалізації
Вугілля активоване				За необхідністю

Посуд та обладнання

Посуд та обладнання	Ємність, см ³	Кількість
Конічна колба	100	1
Гумова пробка		1
Хімічний стакан	100	1
Годинникове скло		1
Лійка Бюхнера		1
Колба Бунзена	250	1

Одержано 4,33 г.

$$\text{Вихід за теорією } \eta(\text{гіп.к-ти}) = \frac{4,33 \text{ г}}{6,01 \text{ г}} = 0,72 \text{ чи } 72 \%;$$

$$\text{Вихід за методикою } \eta(\text{гіп.к-ти}) = \frac{4,33 \text{ г}}{4,5 \text{ г}} = 0,96 \text{ чи } 96 \%.$$

План синтезу

1. Приготування вихідних реактивів та збирання приладів

1.1. Підготувати конічну колбу ємністю 100 см³ та гумову пробку, хімічний стакан ємністю 100 см³, годинникове скло, лійку Бюхнера, колбу Бунзена.

1.2. Приготувати розчин натрій гідроксиду [(w(NaOH) = 10 %)] об'ємом 30 см³ (натрій гідроксид масою 3,35 г розчинити у воді об'ємом 26,65 см³).

2. Проведення реакції

2.1. Розчинити в конічній колбі ємністю 100 см³ гліцин масою 2,51 г в розчині натрій гідроксиду (w(NaOH) = 10 %) об'ємом 30 см³.

2.2. Додати у два прийоми хлористий бензоїл масою 5,36 г (4,4 см³). Кожний раз зачиняти пробкою і сильно струшувати, поки не зникне запах хлористого бензоїлу.

2.3. Внести у колбу лід і по краплях додати при перемішуванні концентровану хлоридну кислоту до $pH = 3$.

3. Виділення одержаної речовини

3.1. Осад відфільтрувати, промити холодною водою і сушити на повітрі.

4. Очищення речовини

4.1. Гіпурова кислота забруднена бензойною кислотою. Перенести осад у хімічний стакан ємністю 100 см³, додати чотирьоххлористий карбон об'ємом 15 см³, накрити годинниковим склом і кип'ятити 5 хвилин. Бензойна кислота розчиняється.

4.2. Відфільтрувати осад на лійці Бюхнера, промити чотирьоххлористим карбоном об'ємом 5 см³.

4.3. Гіпурову кислоту перекристалізувати з води об'ємом 75 см³. Якщо водний шар забарвлений, його треба кип'ятити з активованим вугіллям масою 0,5 г і відфільтрувати гарячим.

4.4. Залишити розчин для кристалізації.

4.5. Осад відсмоктувати і сушити на повітрі.

4.6. Вихід 4,5 г. $T_{пл.} = 187\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Звіт

Приготували розчин натрій гідроксиду з масовою часткою натрій гідроксиду 10 %. Для цього зважили на терезах натрій гідроксид масою 3,35 г, помістили у конічну колбу ємністю 100 см³ і розчинили натрій гідроксид у воді об'ємом 27 см³. До розчину натрій гідроксиду додали гліцин масою 2,51 г. Утворився розчин гліцину в натрій гідроксиді. Потім, до цього розчину у витяжній шафі додали хлористий бензоїл об'ємом 2,2 см³. Колбу зачинили гумовою пробкою і сильно струсили. Як тільки зник запах хлористого бензоїлу (5 хв.), додали ще хлористий бензоїл об'ємом 2,2 см³, знову зачинили гумовою пробкою і сильно струсили. Після того як зник запах хлористого бензоїлу (6 хв.) у колбу внесли шість шматочків льоду і по краплях додали концентровану хлоридну кислоту до $pH = 3$. Контроль за універсальним індикаторним папірцем. Усього витрачено хлоридної кислоти об'ємом 0,8 см³. В колбі випав осад гіпурової кислоти. Відфільтрували осад на лійці Бюхнера, промили холодною водою об'ємом 50 см³ і висушили на повітрі. Маса забрудненої гіпурової кислоти 4,75 г. $T_{пл.} = 175\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Гіпурова кислота забруднена бензойною кислотою. Перекристалізували з чотирьоххлористого карбону. Осад помістили в хімічний стакан ємністю 100 см³, додали чотирьоххлористий карбон об'ємом 15 см³, накрили годинниковим склом і кип'ятили 5 хвилин. Бензойна кислота розчинилась у чотирьоххлористому карбоні. Суміш охолодили і кристали, що випали, відсмоктали на лійці Бюхнера. Осад на лійці промили чотирьоххлористим карбоном об'ємом 5 см³.

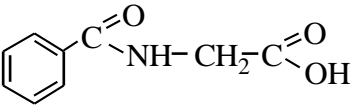
Перекристалізували гіпурову кислоту з води об'ємом 75 см³. Чисту гіпурову кислоту відсмоктали і сушили на повітрі.

Вихід 4,33 г.

$T_{1пл.} = 185-186\text{ }^{\circ}\text{C}$; $T_{2пл.} = 184-186\text{ }^{\circ}\text{C}$; $T_{3пл.} = 185-186\text{ }^{\circ}\text{C}$;

$T_{ср.пл.} = 184,7-186\text{ }^{\circ}\text{C}$

Виходи та константи продуктів синтезу

Назва сполуки і структурна формула	Константи				Вихід			
	За літературними джерелами	Встановлені у роботі				г	%	
		T _{кпл.}	T _{пл.}	n ²⁰	ρ ²⁰		Від теорет.	Від метод.
Гіпурова кислота  <chem>O=C(NC(=O)O)c1ccccc1</chem> M = 179,0 г/моль	T _{пл.} = = 187 °C	184,7- 186 °C			4,33	72	96	

Робота завершена

“23” ЖОВТНЯ 2015 р.

Витрачено 10 робочих годин

Препарат здано

“30” ЖОВТНЯ 2015 р.

Зауваження

Оцінка

Викладач

(підпис)

4. Методи виділення та очищення сполук

Очищення твердих речовин від домішок є частковим випадком більш загальної задачі – розділення твердої суміші неорганічних та органічних сполук. Використовують різні методи розділення та очищення твердих сполук, Вибір методу визначається властивостями речовини, що піддають розділенню або очищенню, характером домішок, ступенем чистоти, а також економічністю методу.

Органічні сполуки, що належать до різних класів, мають різну розчинність. Ця обставина використовується для очищення та розділення органічних сполук шляхом кристалізації, а також при проведенні екстракції.

Очищення та розділення рідких речовин можуть здійснюватися за допомогою різних видів перегонки (проста перегонка, вакуумна перегонка, перегонка з водяною парою), а також возгонки. Для розділення сумішей, які складаються з речовин дуже близьких за хімічною будовою, використовується хроматографія.

Перекристалізація

Найважливішим методом очищення твердих речовин є перекристалізація. Вона ґрунтується на насиченні підходящого розчинника забрудненою речовиною при нагріванні, фільтруванні гарячого розчину від нерозчинних домішок і послідовному охолодженні розчину, у результаті чого, як правило, з розчину викристалізовується більш чиста речовина.

Для одержання чистої речовини методом перекристалізації спочатку необхідно підібрати розчинник. Речовина повинна розчинятися в ньому при нагріванні і погано при охолодженні, він не повинен взаємодіяти з речовиною, розчинність основної речовини повинна різко відрізнятися від розчинності домішок, розчинник повинен легко вилучатися з поверхні кристалів.

При перекристалізації невідомої речовини, коли розчинник і необхідні кількості його невідомі, слід провести попередні досліди у пробірках з малими кількостями речовини. При виборі розчинника спочатку користуються старим правилом: “подібне розчиняється в подібному”.

Речовину розтерти і невелику кількість її (приблизно масою 0,1 г) помістити в пробірку, додати розчинник об'ємом 1 см³ та спостерігати за розчинністю при кімнатній температурі, при нагріванні і кристалізацією при охолодженні. Якщо речовина одразу розчинилась, то розчинник не підходить для перекристалізації. Якщо речовина погано розчиняється при нагріванні, то в пробірку додати розчинник об'ємом 0,5 см³ і нагрівати до кипіння. Гарячий розчин фільтрувати та охолодити. Осад, що випав, відфільтрувати, висушити, зважити та визначити температуру плавлення ($T_{пл.}$). Якщо температура плавлення підвищилась, а втрати при кристалізації не перевищують 20 %, то такий розчинник можна признати придатним для кристалізації основної маси. Якщо придатний розчинник підібрати не вдається, то використовують суміш розчинників, з яких один добре, а інший погано розчиняє речовину, що очищують. Для цього до гарячого розчину речовини у першому розчиннику додати по краплях другий розчинник до того часу, поки не утвориться стійке помутніння. Цей розчин нагріти до прозорості і залишити для кристалізації.

При проведенні перекристалізації основної маси наважку забрудненої речовини помістити у круглодонну або конічну колбу з зворотним холодильником. В колбу покласти кип'ятільники. Через зворотний холодильник у колбу влити розчинник, кількість якого недостатня для повного розчинення речовини. Необхідно підтримувати інтенсивне кипіння для кращого контакту твердої речовини з гарячою рідиною. Якщо речовина погано розчиняється, то можна додати ще трохи розчинника. Щоб уникнути викиду, перед додаванням нової порції розчинника реакційну масу необхідно охолодити. Якщо речовина в основному розчиняється в малій кількості розчинника, а невеликі залишки через великий розмір зернин стійко не розчиняються, їх доцільно відфільтрувати, а не додавати розчинник. Якщо використовують суміші розчинників, то спочатку розчинити невелику кількість речовини у гарячому розчиннику. Потім повільно додати другий розчинник (який гірше розчиняє речовину) до того часу, поки осад, що утворюється у

місці падіння краплі, не буде розчинятися. Необхідно слідкувати за тим, щоб кількість другого розчинника була невеликою.

Гарячий розчин, насичений речовиною, що кристалізується, відфільтрувати від нерозчинних домішок на лійці для гарячого фільтрування. Потім фільтрат охолодити, посудину з гарячим фільтратом не щільно закрити, щоб запобігти попаданню пилу і залишити охолоджуватися. Щоб утворились крупні кристали, розчин повинен охолоджуватись повільно. Для більш повного виділення осаду охолодження можна вести в бані з льодяною водою або в холодильнику.

Деякі органічні речовини утворюють пересичені розчини. Тому щоб почалась кристалізація необхідно у розчин внести затравку або потерти склянню паличкою по стінці посудини.

Смолисті домішки органічних речовин можуть надавати забарвлення розчинам. Такі домішки ускладнюють кристалізацію, їх можна виділити адсорбцією. Полярні розчинники знебарвлювати активованим вугіллям, яке додати до гарячого розчину у кількості 2-5 % від маси речовини, що кристалізується. **(Обережно! Необхідно розчин охолодити, щоб не було бурного кипіння)**. Потім розчин старанно перемішувати деякий час, кип'ятити і у гарячому стані фільтрувати. Якщо необхідно обробку повторити. Неполярні розчинники (гексан, чотирьоххлористий карбон) знебарвити алюміній оксидом, фільтруючи розчин крізь шар адсорбенту.

Осад, який випав, ввідсмоктати за допомогою водострумного насосу на воронці Бюхнера (рис. 4), промити на фільтрі та висушити.

Після висушування кристалічну речовину зважити, визначити температуру плавлення. Якщо необхідно перекристалізацію повторити ще раз.

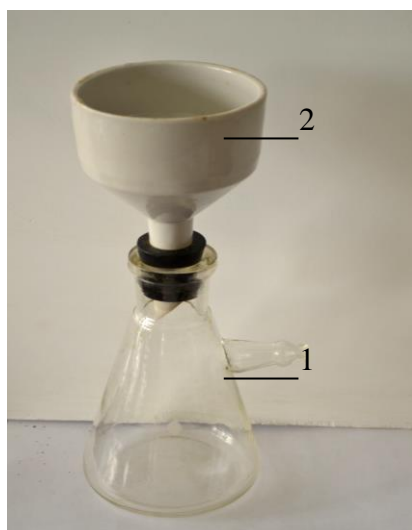


Рис. 4. Прилад для фільтрування:
1 – колба Бунзена; 2 – лійка Бюхнера.

Перегонка

1. Перегонка являє собою важливий метод розділення і очищення рідин.
2. Вона застосовується для відокремлення розчинників, для розділення декількох продуктів реакції, що мають різні температури кипіння ($T_{\text{кип.}}$), для очищення від домішок.
3. За умовами проведення розрізняють три види перегонки:
 - а) при атмосферному тиску;
 - б) при зменшеному тиску (перегонка в вакуумі);
 - в) з водяною парою.
4. У найпростішому випадку перегонка полягає в нагріванні рідини до кипіння та конденсації її парів у вигляді дистилату у холодильнику.
5. Способи перегонки розділяють на дві групи:
 - а) проста перегонка;
 - б) ректифікація.

Проста перегонка

Проста перегонка (рис. 5) застосовується у тих випадках, коли температури кипіння речовин, що утворюють суміш, значно відрізняються одна від одної. Задовільне розділення – різниця в температурах кипіння рідин не менше $80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Проста перегонка зручна для очистки речовин від нелетких або важко летких домішок.

Для проведення простої перегонки широко використовуються колби Вюрца. Один з типів колби Вюрца у місці приєднання відповідної трубки має невелике коліно, яке запобігає потраплянню у холодильник крапель, що виносяться парами. Слід звернути увагу на те, що ртутна куля термометра знаходиться на 0,5 см нижче отвору відповідної трубки і що він повинен добре омиватися парами рідини, що відганяється. Холодильник зветься прямим або низхідним. Якщо температура кипіння перегінної рідини нижче 120-130 °С – застосовують холодильник з водяною оболонкою – холодильник Лібіха. Вода безперервно повинна поступати до холодильника, інакше може виникнути пожежа або вибух. Якщо температура кипіння перегінної рідини вище 120-130 °С, використовують повітряний холодильник.

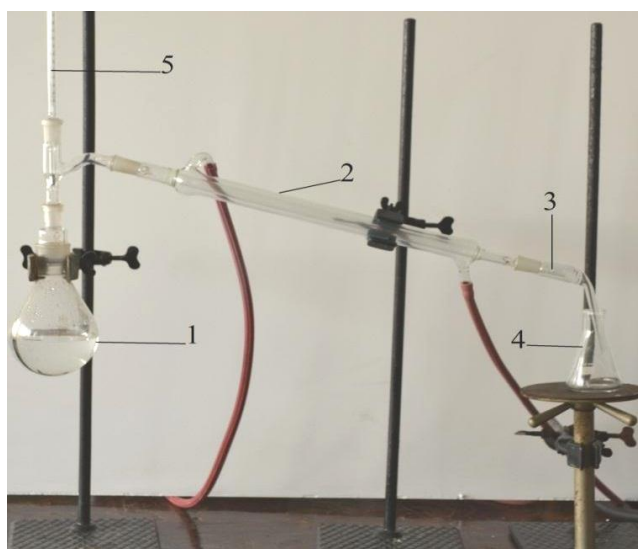


Рис. 5. Прилад для простої перегонки:
1 – колба Вюрца; 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приймач; 5 – термометр.

Як приймач можна використовувати плоскодонні колби. Для рідин, що гідролізуються, використовуються алонж з тубусом. Потрібно постійно слідкувати, щоб внутрішній простір приладів, що не призначені для роботи під тиском, завжди були з'єднані з атмосферою.

Після того як установка зібрана, в колбу налити рідину, що переганяється. Колбу для перегонки заповнити не більш, ніж на $\frac{2}{3}$.

У рідину помістити кип'ятильники, вони запобігають перегріванню рідини. Звернути увагу: кип'ятильники вносити до початку нагрівання, бо можливий викид речовини!

Вибір приладу для нагрівання залежить від температури кипіння рідини, що переганяється, її вогне- та вибухонебезпечності.

Перегінну колбу нагрівати так, щоб перегонка проходила поступово, тільки в цьому випадку можна судити про температуру кипіння фракції, що відганяється. Швидкість перегонки вибирати таку, щоб в секунду стікало не більше 1-2 крапель дистиляту. При перегонці чистої рідини температура кипіння під час процесу залишається постійною і тільки під кінець перегонки, коли пари трохи перегріваються, вона збільшується на 1-2 °С. Помітне підвищення температури в процесі перегонки говорить про те, що відганяється суміш речовини.

При перегонці збирати декілька фракцій:

перша фракція – поки не встановиться постійна температура;

друга фракція – при постійній температурі в інтервалі 1-2 °С.

В кінці перегонки рідина перегрівається, тому необхідно зменшити нагрівання і продовжити перегонку. Третя фракція – при зростанні температури більше, як на 2-3 °С.

Залежно від характеру речовини, яку піддають перегонці (легколетка і легкозаймиста чи вогнестійка), та її температури кипіння, добирати відповідний нагрівальний прилад: при перегонці рідини з температурою кипіння до 80 °С перегінну колбу нагрівати на водяній бані, а речовини з вищою температурою кипіння (вогнебезпечні і вогнестійкі) – на парафіновій (до 200 °С), масляній або металевій (сплав Вуда). Крім того, при перегонці вогнестійких речовин можна використовувати також газовий пальник з азбестовою сіткою чи без неї, повітряну і піщану бані, електричні колбонагрівачи з закритою спіраллю.

Перегінну колбу слід занурювати в баню так, щоб рівень рідини в колбі був нижчий за рівень рідини у бані.

При перегонці летких легкозаймистих рідин слід користуватися банею із закритим підігрівом, а ще краще (при перегонці таких речовин, як етиловий етер, обов'язково!) баню нагрівати якнайдалі від приладу для перегонки, а потім її підставляти під перегінну колбу, а в цей час підігрівати другу баню.

Ректифікація

Ректифікація – це спосіб розділення або очищення рідин з достатньо близькими температурами кипіння шляхом перегонки з використанням спеціальних колонок, в яких пари, що підіймаються, взаємодіють зі стікаючою назустріч їм рідиною (флегмою), яка утворюється у результаті часткової конденсації пари. В результаті багаторазового повторення процесів випаровування та конденсації пара збагачується легколетким компонентом, висококиплячий компонент стікає разом з флегмою у перегінну колбу.

На ефективних колонках, що використовуються у промисловості або наукових дослідженнях, можна розділити рідини, які відрізняються за температурою кипіння менше ніж на 1 °С. Звичайні лабораторні колонки дозволяють розділяти рідини з різницею температур кипіння не менше 10 °С.

Ректифікаційна колонка повинна бути термоізольована, щоб процеси, які в ній відбуваються, протікали в умовах максимально близьких до адіабатичних. При значному зовнішньому охолодженні або перегріванні стінок колонки правильна її робота неможлива.

Щоб забезпечити тісне зіткнення пари з рідиною, ректифікаційні колонки заповнюють насадкою. В якості насадок використовують скляні буси, скляні або фарфорові кільця, короткі обрізки скляних трубок, скляні спіралі. Використовуються ректифікаційні колонки і з ялинковою наколкою типу “зірка”.

Ефективність роботи колонки залежить від кількості флегми, що поступає на зрощення. Для одержання достатньої кількості флегми ректифікаційна колонка повинна бути сполучена з конденсатором. Роль конденсатора з частковою конденсацією пари може виконувати звичайний дефлегматор (рис. 6).

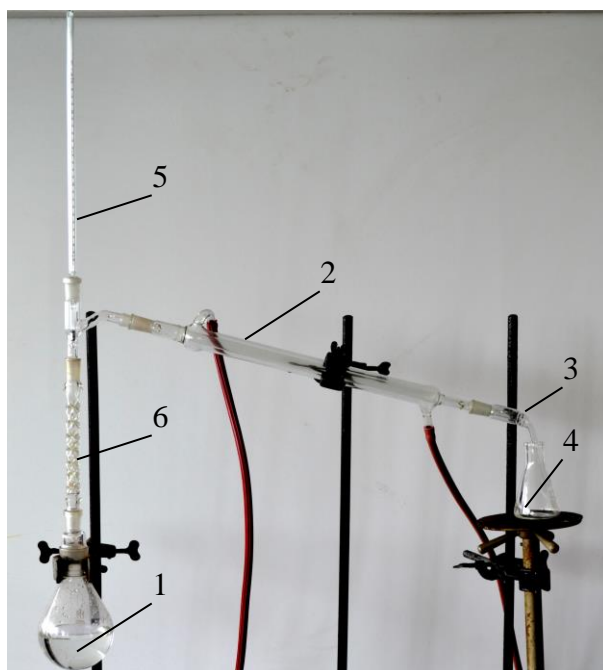


Рис. 6. Прилад для ректифікації:

1 – колба Вюрца; 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приймач; 5 – термометр; 6 – дефлегматор.

Перегонка з водяною парою

Коли одним із компонентів суміші є вода, а другим – летка речовина (рідка чи кристалічна), яка має нелеткі домішки (найчастіше це смолисті речовини), то перегонка з водяною парою є одним із зручних методів розділення і очищення, який широко застосовується як у хімічних лабораторіях, так і в промисловості. Зручність методу перегонки з водяною парою полягає в тому, що він дає можливість при атмосферному тиску і температурі нижче 100 °С виділити з суміші речовини з високою температурою кипіння.

Для перегонки з водяною парою в лабораторних умовах користуються приладом, зображеним на рис. 7.

У перегінну круглодонну колбу помістити рідину, яку треба перегнати з водяною парою, і туди ж додати невелику кількість води (приблизно $\frac{1}{5}$ об'єму взятої для перегонки речовини). Колбу слід підібрати такого розміру, щоб рідини в ній було не більше як на $\frac{1}{3}$ її загальної ємності. Колбу сполучити з пароутворювачем через трійник. Пароутворювач наповнити водою приблизно на $\frac{2}{3}$ його ємності, слідкуючи за рівнем води через водомірне скло.

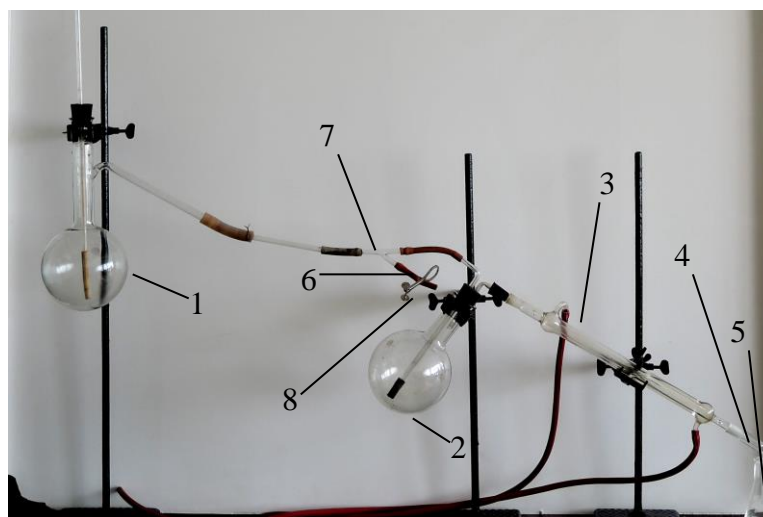


Рис. 7. Прилад для перегонки з водяною парою:
1 – пароутворювач; 2 – колба для перегонки; 3 – водяний холодильник Лібіха;
4 – алонж; 5 – приймач; 6 – запобіжна трубка; 7 – трійник; 8 – затискач.

Верхній отвір пароутворювача закрити пробкою, через яку проходить скляна запобіжна трубка, нижній кінець якої повинен доходити майже до дна, а верхній мати довжину не менше 50 см. При роботі треба весь час стежити за рівнем води в запобіжній трубці. Якщо спостерігається підняття рівня води, що свідчить про значне підвищення тиску, потрібно зменшити нагрівання, але ні в якому разі не припиняти його, щоб не засмокталася рідина з перегінної колби в пароутворювач.

Перегінну колбу закрити пробкою, через яку пропущено дві скляні трубки, перша з них – паропідвідна – доходить майже до дна колби і зігнута під тупим кутом, а верхній її кінець (теж зігнутий) сполучити гумовою трубкою з трійником (водовіддільником). Друга трубка паровідвідна – зігнута під гострим кутом. Один її кінець пропустити через пробку перегінної колби так, щоб він виходив з пробки на 2-3 мм, а другий – через пробку, що сполучає прилад з холодильником. Цей кінець має виходити з пробки на 40-50 мм. Водяний холодильник сполучити з алонжем, кінець якого опустити у приймач.

Перегінна колба має бути розміщена під деяким кутом, що дає можливість запобігти попаданню бризок у дистилат.

На початку роботи пароутворювач від'єднати від перегінної колби або, що зручніше, відкрити затискач на трійнику і нагріти до кипіння води. В цей же

час перегінну колбу також нагріти, доводячи в ній рідину майже до кипіння, після чого нагрівання припинити. Такий попередній підігрів потрібний, щоб запобігти охолодженню і конденсації пари, яка надходить з пароутворювача, внаслідок чого збільшується об'єм рідини в перегінній колбі. Як тільки вода в пароутворювачі закипить, його з'єднати (закрити затискач) з перегінною колбою.

Після закінчення перегонки треба насамперед відкрити затискач на трійнику і лише після цього припинити нагрівання пароутворювача. Якщо цього не зробити, то внаслідок зменшення тиску пари, рідина з колби перейде у пароутворювач.

З добутого дистилляту виділити речовину, застосовуючи, залежно від її властивостей, різні способи, про що даються вказівки в методиках синтезів.

Випаровування за допомогою роторного випарника

Широке застосування одержав ефективний метод випаровування розчинників у вакуумі за допомогою роторних випарників (рис. 8) при відносно низькій температурі.

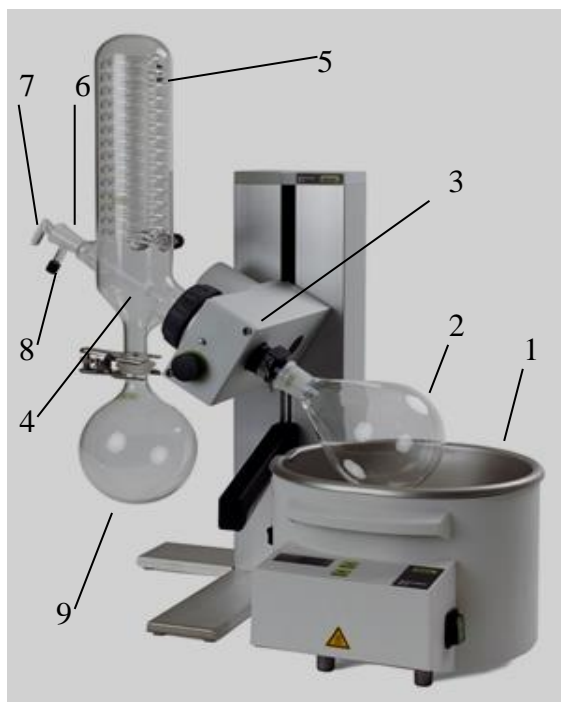


Рис. 8. Випарник ротаційного типу:

- 1 – водяна баня; 2 – випарник (колба, що обертається); 3 – мотор та ущільнення;
- 4 – перехід з двома горловинами та відводом; 5 – холодильник; 6 – трьохходовий кран;
- 7 – відвід для сполучення з атмосферою; 8 – відвід для всмоктування розчину;
- 9 – приймач дистилляту.

Принцип роботи полягає в тому, що колба з рідиною, яка випаровується, сполучена з холодильником, приймачем дистиляту і насосом, обертається навколо своєї вісі у похилому положенні. При цьому на внутрішній поверхні колби увесь час утворюється тонкий шар рідини, а зовнішня – нагрівається на бані. Внаслідок великої поверхні випаровування відбувається дуже швидко.

Екстракція

Метод добування із суміші одного з компонентів за допомогою розчинника називається екстракцією.

Екстракцію використовують для виділення речовини з суміші або розчинів певним розчинником. Діставання ґрунтується на різній розчинності речовини, яку виділяють, та домішок. Одна з цих речовин повинна бути нерозчинна у розчиннику, що використовується.

Екстракція рідин

Найбільше використання має екстракція речовини з водного розчину органічним розчинником. Екстрагувати речовину (тверду або рідку) з розчину можна за певних умов:

1. Підібраний розчинник практично не змішується з розчинником, в якому розчинена речовина;
2. Речовина, яку екстрагують, розчиняється в ньому краще, а домішки гірше, ніж у розчиннику, в якому вони розчинені.

Щоб прискорити екстракцію речовини з розчину, треба збільшити поверхню стикання його з розчинником, яким екстрагують. Для цього рідини енергійно струшують, здебільшого в ділильній лійці, за допомогою якої шари рідин легко відокремити.

У якості екстрагентів найбільш часто використовують діетиловий етер, бензен, хлороформ, етилацетат, чотирьоххлористий карбон, петролейний етер, та ін. Розчинник повинен мало розчинятися в іншій фазі. Розчинність в ньому речовини, яку екстрагують, повинна бути значно вище, ніж в розчиннику з якого відбувається екстракція. Розчинник повинен мати невисоку температуру кипіння, при виділенні чистої речовини – легко відганятися при достатньо

низькій температурі. Розчин та екстрагент повинні значно відрізнятися за густиною. Доцільно екстрагувати розчин декілька разів невеликими порціями розчинника.

Якщо речовина, яку екстрагують, добре розчиняється у фазі, з якої відбувається екстракція (особливо у воді), то використовують метод висолювання. До розчину додають тверду сіль, яка володіє високою розчинністю у воді (натрій хлорид, натрій сульфат та ін.) – відбувається зміна густини розчину, зменшується розчинність речовини, яку екстрагують і екстракція відбувається легше.

Якщо при екстракції водних розчинів спостерігається утворення стійких емульсій, то для знищення останніх можна використовувати насичення розчину неорганічною сіллю, або додавання декількох крапель спирту, або просто залишити суміш на деякий час для розшарування.

Найчастіше екстракцію речовини проводять у товстостінній ділильній лійці (рис. 2). Попередньо необхідно змазати кран та пробку ділильної лійки спеціальним мастилом та переконатися в їх герметичності. Потім у ділильну лійку налити стільки розчину та екстрагенту, щоб загальна кількість рідини була не більше $\frac{3}{4}$ об'єму лійки. Об'єм розчинника повинен складати приблизно $\frac{1}{5}$ від об'єму розчину. Воронку закрити пробкою і, притримуючи одною рукою пробку, а іншою – кран, обережно струсити лійку хитним рухом, тримаючи її у горизонтальному положенні. Потім лійку знову струсити у горизонтальному положенні. Цю операцію повторити декілька разів, поки повітряний простір над рідиною не буде насичений парами розчинника. При цьому, при відкриванні крана, не буде характерного шипіння. По закінченні струшуванні лійку закріпити у штативі за допомогою лапки та кільця. Після розшарування рідин відкрити пробку. Рідину нижнього шару злити у колбу через кран, верхнього – через верхній отвір лійки у іншу колбу. Для більш повного виділення речовини часто доводиться проводити екстракцію з одного і того ж розчину кілька разів підряд, використовуючи кожного разу свіжі порції розчинника. Одноразова екстракція великою кількістю розчинника дає гірші результати, ніж

багаторазова повторна екстракція невеликими порціями. Екстракцію повторити декілька разів, поки речовина перестане переходити у розчинник. В цьому можна переконатися, випаровуючи краплю екстракту з останньої порції на годинниковому склі. Екстракцію закінчити, коли не залишається при випаровуванні залишку. У тому випадку, коли важко визначити, який з шарів водний, а який – органічний, тоді краплю кожного з шарів прилити у пробірки з водою і визначити, в якій пробірці відбувається змішування. Екстракція забарвлених розчинів проводиться до тих пір, поки припиниться забарвлювання розчинника.

При роботі з сильнокислими, лужними або подразнюючими розчинами, екстракцію проводити у захисних окулярах.

При нейтралізації кислого розчину розчином натрій карбонату виділяється карбон(IV) оксид. Це призводить до підвищення тиску у лійці і при струшуванні може вибити пробку. Тиск треба вирівнювати обережно, відчиняючи кран лійки і перевернув її краном догори.

Екстракція твердих речовин

Екстракцію твердої речовини проводять у спеціальному екстракторі безперервної дії – приладі Сокслета (рис. 9).

До колби, яка містить розчинник та кип'ятильники, приєднати спеціальну насадку з зворотним холодильником. Усередину насадки помістити гільзу, згорнуту з фільтрувального паперу і наповнену твердою речовиною, яку екстрагують. Гільза повинна бути щільно закрита з обох кінців, щоб запобігти механічному вимиванню речовини. Розчинник у колбі нагріти до кипіння. Пари, проходячи через широку трубку насадки, конденсуються у холодильнику і поступово розчинник капає у насадку, екстрагуючи при цьому речовину в гільзі. Наповнивши гільзу до рівня бокової сифонової трубки, рідина поступає у колбу. Така екстракція проходить безперервно і порівняно невеликими кількостями розчинника.

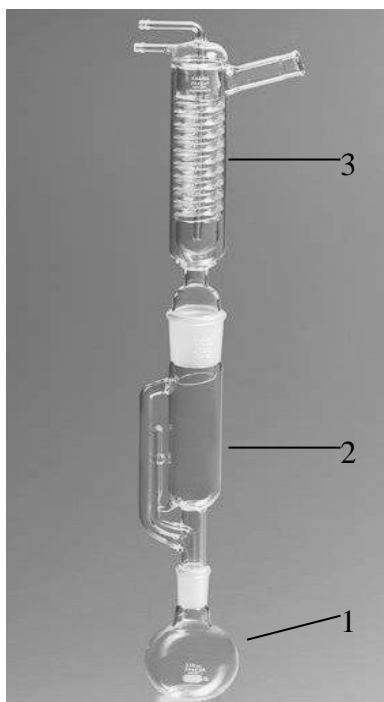


Рис. 9. Прилад (апарат) Сокслета:
1 – круглодонна колба; 2 – екстрактор; 3 – холодильник.

Хроматографія

Хроматографія ґрунтується на різниці у рухомості речовин при проходженні їх через двохфазну систему, що обумовлено різною взаємодією цих речовин з компонентами фаз. Розрізняють три основних види хроматографії: адсорбційну, розподільну та йонообмінну.

При адсорбційній хроматографії використовується різниця в ступені сорбції компонентів суміші на поверхні твердої тонкоподрібненої речовини (адсорбенту).

Розподільна (адсорбційна) хроматографія ґрунтується на різниці коефіцієнтів розподілу компонентів суміші між двома рідинами, які не змішуються, так званими рухливою та нерухливою фазами, що нанесена на твердий носій.

Дуже часто при розділенні грає роль як розподіл, так і адсорбція.

За технікою експерименту розрізняють хроматографію на колонці, паперову хроматографію, тонкошарову хроматографію.

При адсорбційній хроматографії в якості сорбентів (нерухомої фази) використовують тверді (полярні і неполярні) речовини, які володіють великою

поверхнею, причому здатні до оборотної взаємодії з сумішшю, що розділяється. Найбільш часто використовують алюміній оксид та силікагель.

Розділення компонентів суміші при розподільній хроматографії проводиться з використанням двох рідин, що не змішуються, в яких компонент суміші розчиняється і розподіляється між ними у відповідності з коефіцієнтом розподілу. Одна з фаз є нерухливою і знаходиться в порах твердого носія. А друга рухлива, яка просуває компоненти суміші по твердій фазі.

Розчинник, який є рухливою фазою, проходячи через нерухливу фазу, захоплює речовини, що розділюють і які знаходяться на носії. Відбувається поступовий розподіл компонентів суміші між рухливою та нерухливою фазами у відповідності з коефіцієнтом розподілу до стану рівноваги.

Хроматографія на колонці

Колонкою для хроматографії може слугувати скляна бюретка діаметром 8-12 мм та довжиною 25-30 см. В колонку поміщають адсорбент, так щоб він утворив рівномірно і щільно насипаний стовпчик (рис. 10).

Для цього на дно колонки (перед звуженням) поміщають шматочок вати.

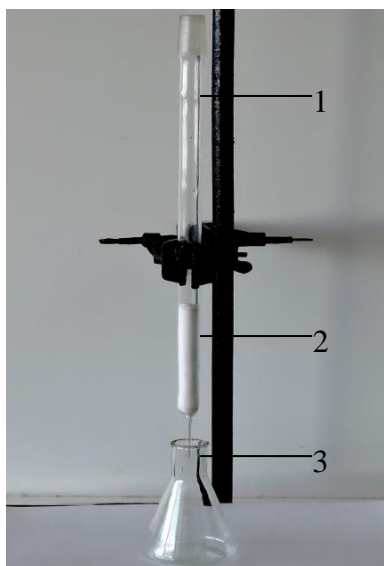


Рис. 10. Хроматографічна колонка:
1 – колонка; 2 – адсорбент; 3 – приймач.

Алюміній оксид (або інший адсорбент) внести у колонку у сухому вигляді або виготовити суспензію у розчиннику, який буде використаний для хроматографії. У першому випадку алюміній оксид поступово засипати у

колонку, при цьому весь час злегка постукувати по колонці (дерев'яною паличкою або скляною паличкою, на яку надіта гумова трубка), щоб адсорбент рівномірно ущільнився. Потім адсорбент просочити розчинником.

При другому способі наповнення колонки адсорбент сильно взмутити у розчиннику. Одержану суспензію внести невеликими порціями у колонку при постукуванні. Розчинник повинен стікати зі швидкістю 15-20 крапель в хвилину.

Після заповнення колонки адсорбентом, в колонку внести суміш, що розділяють. Після того, як суміш повністю вбереться, обережно порціями налити розчинник так, щоб на поверхні адсорбенту завжди залишався невеликий шар рідини. При пропусканні розчинника відбувається розділення речовин. За розділенням забарвлених речовин слідкувати по утворенню кольорових зон. Зони речовин, що розділяють, поступово спускаються донизу колонки. Їх поступово вимити з адсорбенту, збираючи забарвлені розчини в окремі приймачі. При розділенні суміші безбарвних речовин за ходом розділення слідкувати, відбираючи рівні об'єми фракцій, за допомогою тонкошарової хроматографії.

Тонкошарова хроматографія

Тонкошарова хроматографія (ТШХ) є ефективним методом ідентифікації та розділення малих кількостей речовин на невеликому шарі адсорбенту і за короткий час. Хроматографування можна проводити у закріпленому та незакріпленому шарі адсорбенту. Для хроматографування широко використовуються сілуфольні пластинки, які представляють собою алюмінієву фольгу, що покрита закріпленим шаром силікагелю та люмінесцентного індикатору. Такий індикатор дозволяє спостерігати за розділенням по флуоресценції в ультрафіолетовому світлі.

На пластинці з адсорбентом на відстані 1,0-1,5 см від нижнього краю і паралельно йому провести м'яким олівцем лінію старту і на відстані 10 см від лінії старту провести лінію фінішу. На лінії старту скляним капіляром нанести краплі розчинів досліджуваних речовин на відстані 1-1,5 см один від одного. В

одну точку можна наносити до 50 мкг речовини (діаметр плями не повинен перевищувати 3-5 мм). Після нанесення зразку на сорбент, розчиннику дати можливість випаруватись, пластинку помістити в нахиленому положенні у камеру для хроматографування, на дно якої налитий елюент шаром 0,8-1 см. Шар елюенту повинен бути нижче лінії старту. Для пластинок з закріпленим шаром адсорбенту кут нахилу може бути 30-70°. Потім камеру щільно закрити кришкою або пробкою, щоб не порушити співвідношення розчинників (при використанні суміші) за рахунок випаровування (рис. 11).

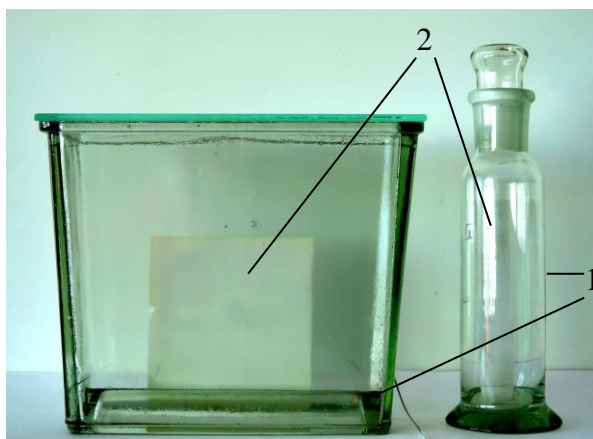


Рис. 11. Тонкошарова хроматографія:
1 – хроматографічна камера; 2 – хроматографічна пластинка.

Коли розчинник досягне лінії фінішу, пластинку витягнути з камери та висушити. При хроматографуванні безбарвних речовин пластинку помістити в атмосферу речовини, що легко адсорбується (наприклад йод). При цьому чистий сорбент на пластинці забарвлюється, а плями речовин залишаються безбарвними. Пластинку помістити в посуд з йодом на 5-10 хв., потім пластинку витягнути і залишити на повітрі для випаровування надлишку йоду. Поступово яскраво відзначаються контури плям речовин. Безбарвні речовини можна визначати також за допомогою кольорових реакцій на характеристичні групи. Для цього пластинку помістити у камеру для оббрикування і оббрикати спеціальним реактивом. В тих місцях, де знаходяться речовини, з'являються забарвлені плями. Речовини з системою спряжених зв'язків можна визначати на пластинках "сілуфол UV-254" з люмінесцентним індикатором. При внесенні такої пластинки в УФ-світло плями речовин забарвлюються у

фіолетовий колір. У всіх випадках вимірюють відстань від лінії старту до центра плями (*l*_{плями}).

Для характеристики речовини застосовують термін хроматографічна рухомість (R_f) – відношення довжини пробігу зони речовини до довжини пробігу елюенту:

$$R_f = \frac{l(\text{плями})}{l(\text{розчинника})}$$

R_f являється характеристикою кожної речовини, але залежить від якості сорбенту і елюенту. Тому проводять порівняння величин R_f досліджуваної речовини з “свідком”, який наноситься на ту же пластинку. “Свідком” може бути передбачувана речовина, яка одержана іншим методом.

Висушування органічних речовин

Висушування твердих речовин

Осад, одержаний після перекристалізації або в результаті реакції і відфільтрований на лійці, завжди містить деякі кількості рідкої фази. Віддаляють її висушуванням. Вибір способу висушування визначається природою сполуки.

Тверді речовини можна сушити на повітрі при кімнатній температурі та при нагріванні у сушильній шафі. При кімнатній температурі тверді речовини найчастіше сушать в фарфорових чашках або на фільтрувальному папері. У сушильній шафі тверді речовини сушать на годинниковому склі, в фарфорових чашках або бюксах. Температура у сушильній шафі повинна бути значно нижче температури плавлення речовини, що висушують. Категорично забороняється сушити в сушильній шафі речовини на папері. Швидкість висушування тим більше, чим вище температура. Багато органічних сполук при високій температурі розкладаються і окиснюються киснем повітря. Такі сполуки сушать при розрядженні у лабораторних вакуум-ексикаторах. Широко використовуються для висушування інфрачервоні лампи.

Висушування можна проводити у присутності речовин, що поглинають пари розчинника. Для цієї мети широко використовують ексикатори, зокрема, вакуум-ексикатори (рис. 12).



Рис. 12. Прилади для висушування та зберігання речовин:
1 – ексикатор; 2 – вакуум-ексикатор.

Висушування рідин

При висушуванні рідин їх головним чином звільняють від води. Присутність води нерідко заважає проведенню реакції, сприяє розкладу речовин, а при перегонці – утворенню азеотропної суміші з основною речовиною, що приводить до її втрати. У якості осушників використовують неорганічні речовини, які зв'язують воду і повинні бути індиферентними до речовин, що висушують. Вибір осушника визначається природою речовини, що висушують.

У колбу налити рідину, додати 1-3 % осушника. Сосуд закрити пробкою (якщо не виділяється газ) або пробкою, яка сполучена з хлоркальцієвою трубкою, та залишити на деякий час. Висушувати металевим натрієм можна тільки у тому випадку, якщо присутні сліди води, тоді у посуд поміщають декілька тонко нарізаних шматочків натрію.

Іноді воду можна відділити, використовуючи азеотропну відгонку, якщо дана речовина з водою утворює азеотроп. Спочатку відганяється азеотроп, а після відділення води залишається зневоднена речовина. Але при цьому методі втрачається велика кількість речовини. Дуже ефективним є висушування за допомогою цеолітів.

Осушники, що найбільш часто використовуються для осушування рідин

Класи сполук	Можна використовувати	Неможна використовувати
Вуглеводні (насичені, циклоалкани, ароматичні)	Кальцій хлорид, натрій сульфат, магній сульфат, натрій (метал.)	
Галогенопохідні вуглеводнів	Кальцій хлорид, натрій сульфат, магній сульфат	Натрій (метал.)
Спирти	Калій карбонат, натрій сульфат, магній сульфат, купрум(II) сульфат, кальцій оксид	Натрій (метал.), кальцій хлорид
Альдегіди та кетони	Натрій сульфат, магній сульфат	Натрій гідроксид, калій гідроксид, кальцій оксид
Аміни	Натрій гідроксид, калій гідроксид, калій карбонат, кальцій оксид	Кальцій хлорид
Кислоти, естери	Натрій сульфат, магній сульфат	Натрій гідроксид, калій гідроксид, кальцій оксид, натрій (метал.)
Етери	Кальцій хлорид, кальцій оксид, барій оксид, натрій сульфат, магній сульфат, натрій (метал.)	

Висушування газів

Газоподібні речовини в балонах або ті, що одержують безпосередньо в лабораторії, містять пари води та інших летких рідин.

Для висушування газів можна використовувати концентровану сульфатну кислоту, якщо вона не вступає з ними у реакцію. З твердих осушників використовують фосфор(V) оксид (для кислих та нейтральних газів) і натронне вапно (для основних та нейтральних газів). Для висушування рідинами використовуються склянки для промивання газів рідинами. Тверді речовини для висушування поміщають в колонку або склянку.

З низькокиплячих газів пари води та інших рідин можна відділити виморожуванням у холодильній пастці.

Визначення деяких фізичних констант органічних речовин

Для кожної органічної речовини характерні певні фізичні властивості. Найбільш легко визначаються температура плавлення та кипіння, показник заломлення та густина. Вони одночасно можуть бути і критерієм чистоти

органічної речовин. Речовину здебільшого можна вважати чистою тільки тоді, коли фізичні константи не змінюються в процесі повторного очищення.

Визначення температури плавлення

Температурою плавлення речовини називають температуру, при якій тверда речовина перебуває в стані рівноваги з власним розплавом. Кожна хімічно чиста тверда речовина має, як правило, сталу, характерну для неї температуру плавлення.

Чисті речовини мають досить різко виявлену точку плавлення. При звичайних лабораторних методах визначення температури плавлення чистої речовини її спостерігають в інтервалі від появи рідкої фази (“змокання” речовини) до повного розплавлення (повне зникнення кристалів). Навіть незначне забруднення речовини веде до зниження, інколи досить значного, температури плавлення.

Визначення температури плавлення покладено в основу одного з методів ідентифікації речовини – встановлення її тотожності з вже відомою речовиною, або того, що різні методи синтезу ведуть до утворення однієї і тієї ж сполуки.

Для визначення температури плавлення користуються різними приладами.

Температуру плавлення найчастіше визначають нагріванням речовини в капілярі, який опущено разом з термометром у спеціальний посуд (прилад), що нагрівається. Цей метод простий, доступний, потребує невеликої кількості речовини, незначних витрат часу і дає досить добрі результати. Для роботи користуються тонкостінними запаяними з одного боку капілярами. Довжина капіляра 60-80 мм, внутрішній діаметр 0,8-1 мм.

Для проведення роботи використовують прилад, зображений на рис. 13. Залежно від температури плавлення досліджуваної речовини прилад наповнюють рідинками: при температурі плавлення 150-200 °С – гліцеролом ($T_{\text{кип.}} 290 \text{ °С}$), 200-300 °С – концентрованою сульфатною кислотою ($T_{\text{кип.}} 338 \text{ °С}$) або вазеліновим маслом.

При визначенні температури плавлення в таких приладах (особливо в приладах з сульфатною кислотою) слід бути дуже обережним, працювати обов'язково в захисних окулярах.

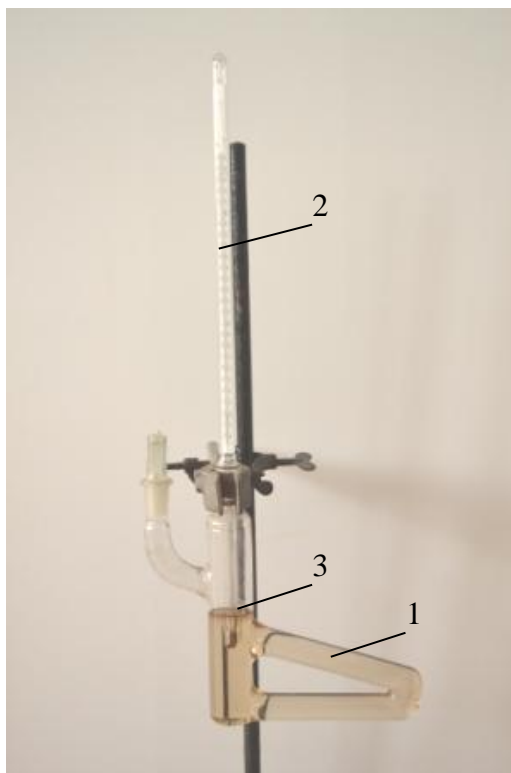


Рис. 13. Прилад для визначення температури плавлення:
1 – прилад Тіле; 2 – термометр; 3 – капіляр.

Визначення температури плавлення проводиться таким чином:

1. Наповнити капіляр, для чого його занурити відкритим кінцем у добре розтерту на годинниковому склі речовину, повернути отвором догори і легенько постукуючи, заповнити його так, щоб порошок перемістився в його нижню частину. Це повторити кілька разів, наповнюючи капіляр так, щоб стовпчик речовини у капілярі був 3-5 мм. Щоб ущільнити речовину, капіляр кілька разів (5-10) кинути запаяним кінцем вниз у вертикально вставлену на жорстку підставку скляну (діаметром 10-15 мм) трубку. Після ущільнення висота стовпчика повинна бути 2-3 мм. Капіляр з речовиною прикріпити до термометра тоненьким гумовим кільцем або тонкою мідною дротинкою так, щоб наповнена частина капіляра була на рівні середини кульки термометра.

2. Термометр з капіляром за допомогою гумової пробки з прорізом проти шкали термометра закріпити у приладі або використати термометр з шліфом.

3. Повільно підігрівати прилад, користуючись для цього газовим пальником (через азбестову сітку). Швидкість нагрівання має бути такою, щоб температура підвищувалась на 4-6 °С, а поблизу від точки плавлення на 1-2 °С за хвилину. Відмітити показання термометра в момент “змокання” речовини (початок плавлення) і зникнення кристалів, тобто утворення прозорого розплаву (як кінець плавлення).

Прилад частково охолодити, потім замінити капіляр з речовиною і повторити визначення. Середнє із трьох і буде температурою плавлення.

Визначення температури кипіння

Температура, при якій тиск пари стає рівним зовнішньому тиску, називається температурою кипіння. Отже, температура кипіння рідини залежить від тиску і її визначення пов'язане з певними труднощами. У практиці температурою кипіння речовини вважають інтервал температури кипіння, який спостерігають при перегонці речовини.

Визначення густини

Густина речовини є однією з головних величин, що характеризують її властивості. Густина являє собою кількість маси речовини в об'ємі. Відповідно питома маса – це відношення маси речовини до її об'єму. На практиці, поряд з абсолютними величинами густини (кг/м³, г/см³, г/л та ін.), частіше, особливо для характеристики рідин, користуються безрозмірними величинами – відносною густиною і відносною питомою вагою. Ці величини являють собою відношення густини або питомої маси досліджуваної речовини до густини або питомої маси порівнюваної з нею речовини (звичайно води) при 4 °С та 101,3 кПа (760 мм рт. ст.). Таким чином, чисельні значення відносної густини і відносної питомої маси досліджуваної речовини однакові при постійних умовах.

Визначення відносної густини як найважливішої фізичної константи варто проводити поряд з температурою кипіння. Густина має важливе значення для розпізнавання багатьох рідких ізомерів, характеристики сумішей, обчислення мольної рефракції і т. д.

Оскільки всі тіла змінюють свій об'єм залежно від температури, то, природно, і значення густини будуть коливатися при зміні температури. Так, при зниженні температури густина звичайно збільшується, а при підвищенні – зменшується. Дуже важливо, щоб зважування речовини і води одного і того ж об'єму проводилося при одній і тій же температурі. Різниця температури в 1 °С за інших рівних умов дає помилку у величині відносної густини, рівну 0,02-0,1 %. Стандартна температура, при якій рекомендується визначати густина, – 20 °С.

Ареометри являють собою скляні трубки з розширенням донизу у вигляді кульки, заповненої шротом або спеціальною масою. У вузькій верхній частині ареометра є шкала з поділками. Найменші значення густини нанесені на шкалі вгорі, а найбільші – унизу, тому що глибина занурення ареометра тим більша, чим менша густина.

Для визначення відносної густини досліджувану рідину налити у скляний циліндр без носика і бажано без поділок, ємністю від 250 до 500 см³. Розмір циліндра має відповідати розміру ареометра. Рідину не можна наливати в циліндр до країв, щоб уникнути її переливання при зануренні приладу. Занурювати ареометр треба обережно, не торкаючись стінок циліндра і не випускаючи з рук ареометра доти, поки не переконаєтеся, що він плаває. При визначенні густини ареометр має знаходитися в центрі циліндра і не торкатися дна. Відлік за поділками шкали ареометра роблять по верхньому меніску рідини. По закінченні роботи ареометр промити у воді, витерти насухо і вкласти у спеціальний футляр. Ареометри виготовляються з тонкого скла, тому поводитися з ними треба дуже обережно.

Густина речовин залежить від їхньої структури і молекулярної маси. Вуглеводні звичайно легші за воду. Густина алканів менша від густини олефінів, а останні мають меншу густина, ніж ацетиленові вуглеводні з тим же числом атомів карбону в молекулі. На величину густини ненасичених вуглеводнів впливає і місцезнаходження кратного зв'язку. Переміщення подвійного чи потрійного зв'язку в середню частину молекули спричиняє

збільшення густини речовин. Введення в молекули вуглеводнів характеристичних груп, що мають кисень, призводить до збільшення густини, однак її значення залишається менше одиниці. З усіх органічних сполук, що містять кисень, найменша густина етерів. Сполуки, що мають дві і більше характеристичних груп, звичайно важчі за воду. Густина, що перевищує одиницю, спостерігається ще й у насичених низькомолекулярних карбонових кислотах (наприклад, у мурашиної й оцтової). Цей факт пояснюється асоціацією молекул цих речовин.

Визначення показника заломлення

Абсолютний показник заломлення – це відношення швидкості проходження світла у вакуумі до швидкості проходження світла в речовині, що досліджується. На практиці визначають так званий відносний показник заломлення – відношення швидкості поширення світла в повітрі до швидкості поширення світла в речовині.

За законом рефракції показник заломлення, n – величина постійна для кожної речовини. Вона також дорівнює відношенню синуса кута падіння (α) на поверхню розподілу двох середовищ до синуса кута заломлення (β):

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta};$$

Показник заломлення залежить від температури та довжини хвилі, при якій проводять визначення, а в розчинах, крім того, – від їхньої концентрації та природи розчинника. Підвищення температури викликає зменшення величини показника заломлення. Прилади, за допомогою яких визначають показник заломлення, називаються рефрактометрами. Якщо немає інших указівок у відповідній методиці, визначення показника заломлення проводити при температурі $20 \pm 0,5$ °C і довжині хвилі D спектра випромінювання натрію ($\lambda = 589,3$ нм); показник заломлення, визначений за таких умов, позначати індексом n_D^{20} . Для дистильованої води він становить 1,3330.

Експериментально встановлено, що в межах температури $20 \pm 0,5$ °C показники заломлення води і розчинених у ній речовин змінюються практично

однаково. Це дозволяє не термостатувати водні розчини, а визначати при однаковій температурі показники заломлення води й аналізованого розчину, що значно спрощує аналіз.

Для калібрування рефрактометра використовують еталонні рідини або дистильовану воду.

Рефрактометрія застосовується для встановлення чистоти та підтвердження тотожності деяких речовин, а також для визначення концентрації речовини в розчині

Рефрактометричний метод застосовують для кількісного визначення розчинів з концентрацією не менше 3-4 %. Аналіз розчинів з меншою концентрацією призводить до збільшення похибки.

Очищення органічних розчинників

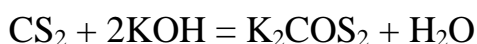
Хлороформ

Одержаний будь-яким методом хлороформ може містити домішки: вихідні продукти (ацетон, спирт), проміжні продукти (ацетальдегід і продукти неповного хлорування) та ін. Тому одержаний хлороформ очищують у такий спосіб: від спирту відмити водою (відстоюють і зливають нижній хлороформний шар); потім промити кілька разів концентрованою сульфатною кислотою (осмолюються можливі органічні домішки). Відібрати верхній хлороформний шар, збовтати з розчином натрій карбонату або натрій гідроксиду від надлишку сульфатної кислоти, промити водою від солей, що утворилися. Потім хлороформ перегнати (вся система для перегонки має бути герметичною, щоб не відбулося окиснення). Температура кипіння хлороформу $61,3\text{ }^{\circ}\text{C}$, $n_D^{20} = 1,4456$. Сушити хлороформ в осушнику; вологу, що залишилася, видалити за допомогою прожареного кальцій хлориду. Зібрати хлороформ у пляшку, куди попередньо налити етиловий спирт у кількості 1 % від маси хлороформу (консервант, який не допускає утворення отруйного фосгену COCl_2).

Хлороформ заборонено сушити натрієм – відбувається вибух!

Чотирьоххлористий карбон

Технічний чотирьоххлористий карбон може містити сірковуглець [$w(\text{CS}_2)$ до 4 %]. Для його очистки чотирьоххлористий карбон об'ємом 1 дм³ залити у круглодонну колбу ємністю 2 дм³, оснащену мішалкою та зворотним холодильником, додати розчин калій гідроксиду (калій гідроксид масою 114 г у воді об'ємом 100 см³ та етанолу об'ємом 100 см³). На протязі 30 хв. при інтенсивному перемішуванні витримати суміш при температурі 50-60 °С. За цей час сірковуглець прореагує з калій гідроксидом:



Відділити лужний шар, чотирьоххлористий карбон промити водою і знову повторити лужну очистку половинною кількістю водно-спиртового розчину лугу. Після промивання водою провести кілька разів обробку концентрованою сульфатною кислотою (кожного разу брати кислоту кількістю 5 % від об'єму CCl_4) до припинення появи забарвлення. Потім чотирьоххлористий карбон ретельно промити водою, висушити безводним кальцій хлоридом та перегнати, захищаючи від вологи і збираючи фракцію, що кипить при температурі 76,8 °С, $n_D^{20} = 1,4603$.

Чотирьоххлористий карбон заборонено сушити натрієм – відбувається вибух!

Бензен

Технічний бензен містить тіофен [$w(\text{тіофен})$ близько 0,05 %], який неможливо відділити від бензену фракційною перегонкою або дробною кристалізацією. Для виділення тіофену з бензену використовують його здатність сульфуватися концентрованою сульфатною кислотою, тоді як бензен в цих умовах не вступає в реакцію.

Технічний бензен струсити декілька разів по 20-30 хв. з окремими порціями концентрованої сульфатної кислоти (10 % від об'єму бензену). Після відстоювання відділити нижній кислотний шар. Обробку вести до тих пір, доки кислотний шар не залишиться безбарвним або слабкозабарвленим у жовтий колір, а проба на тіофен буде негативною. Очищений бензен промити 2 рази

водою, розчином натрій гідроксиду [$w(\text{NaOH}) = 10\%$], знову водою, а потім висушити безводним кальцій хлоридом. Перегнати, збираючи фракцію, що кипить при температурі 80-81 °С, $n_D^{20} = 1,5011$.

Аналогічно провести очистку толуену, слідкуючи за тим, щоб температура була не більше 25-30 °С, оскільки толуен сульфується легше ніж бензен.

Спирт етиловий

Спирт-ректифікат являє собою азеотропну суміш етилового спирту з водою ($[w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 95,6 \%$ та $w(\text{H}_2\text{O}) = 4,4 \%$]. Для багатьох цілей використовується спирт, що називається “абсолютним”, він містить основної речовини не менше 99,5 %. В промисловості такий спирт одержують азеотропною перегонкою з бенzenом, а в лабораторії – зневодненням за допомогою свіжеприготованого кальцій оксиду. Для одержання останнього у муфельній печі прокалити невеликі шматочки чистого мармуру при температурі 800-1000 °С на протязі 4-6 годин. Одразу після охолодження оксид, що утворився, перенести у щільно закриту банку або у колбу для абсолютування спирту.

В круглодонну колбу ємністю 2 дм³ помістити спирт-ректифікат об’ємом 1 дм³, внести свіжепрокалений кальцій оксид масою 220-250 г. Суміш кип’ятити з зворотним холодильником на водяній бані на протязі 6-8 год. і залишити на ніч, закривши отвір зворотнього холодильника хлоркальцієвою трубкою. Замінити зворотній холодильник на дефлегматор та низхідний холодильник і спирт перегнати. Перші порції дистиляту об’ємом 15-20 см³ відкинути, а спирт зібрати одразу у склянку, в якій він буде зберігатися. Абсолютний спирт дуже гігроскопічний і тому його необхідно зберігати у склянці з притертою пробкою. Температура кипіння етанолу 78,16 °С, а ректифікату – 78,3°С, $n_D^{20} = 1,3613$.

Ацетон

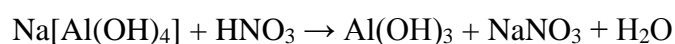
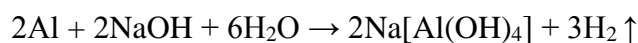
Технічний ацетон містить домішки води, метанолу та оцтової кислоти. Для очищення ацетон об’ємом 1 дм³ змішати з водою об’ємом 300-350 см³ і

перегнати на водяній бані з круглодонної колби ємністю 2 дм³ з дефлегматором висотою 25-30 см³. Збирати фракцію з температурою кипіння до 70 °С. Цю фракцію помістити у колбу з добре діючим зворотним холодильником, додати розтертий у порошок калій перманганат (калій перманганат масою 4-5 г на ацетон об'ємом 1 дм³) і кип'ятити на водяній бані до знебарвлення розчину. Потім додати ще калій перманганат масою 2 г, кип'ятити на водяній бані 1 год., якщо розчин за цей час не знебарвився, тоді замінити зворотний холодильник на низхідний і ацетон відігнати. Для висушування ацетон помістити у колбу з зворотним холодильником, закрити хлоркальцієвою трубкою, додати безводний кальцій хлорид (кальцій хлорид масою 120 г на ацетон об'ємом 1 дм³), і кип'ятити. Кальцій хлорид двічі замінювати кожні 5-6 годин. Переливати ацетон на свіжий осушувач необхідно швидко, оскільки він дуже добре поглинає вологу.

Ацетон переганяють над кальцій хлоридом. Температура кипіння ацетону 56,24 °С, $n_D^{20} = 1,3591$.

5. Методики синтезів неорганічних сполук

Алюміній гідроксид (Al(OH)₃)



У фарфоровому стакані ємністю 2 дм³ приготувати розчин натрій гідроксиду (натрій гідроксид масою 65 г розчинити у воді об'ємом 500 см³) і до нього поступово, невеликими порціями, додати металевий алюміній масою 50 г у вигляді стружок. При цьому рідина сильно розігрівається та бурхливо вскипає внаслідок виділення водню **(операцію слід проводити під тягою, подалі від вогню, у захисних окулярах)**.

По закінченні реакції рідину відфільтрувати, фільтрат розбавити водою об'ємом 2 дм³ і при перемішуванні поступово додати нітратну кислоту ($\rho = 1,18-1,19$ г/см³) до нейтральної реакції (проба з метиловим червоним). Витрата кислоти складає близько 275 см³. Осад алюміній гідроксиду, що випав, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і промити на фільтрі 8-10 разів гарячою дистильованою водою до негативної реакції промивних вод на сульфат-іон (проба з барій хлоридом). Препарат одержують у вигляді пасти. Якщо треба приготувати сухий алюміній гідроксид, то пасту висушити при температурі не вище 110 °С.

Алюміній сульфат (Al₂(SO₄)₃) (з алюміній гідроксиду)



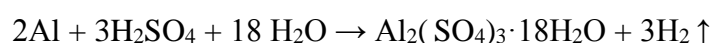
1. До розчину сульфатної кислоти (сульфатну кислоту об'ємом 100 см³ ($\rho = 1,84$ г/см³) розчинити у воді об'ємом 140 см³) поступово додати сухий алюміній гідроксид масою 100 г. Реакція протікає з сильним розігріванням, після закінчення реакції та охолодження утворюється біла пориста маса.

Вихід 425 г.

2. Для приготування препарату у вигляді добре утворених кристалів до киплячого розчину сульфатної кислоти (сульфатну кислоту об'ємом 36 см³ ($\rho = 1,84$ г/см³) розчинити у воді об'ємом 340 см³) додати сухий алюміній

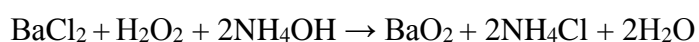
гідроксид до повного зв'язування сульфатної кислоти (при додаванні до проби реакційного розчину об'ємом 3 см³ розчину натрій тіосульфату об'ємом 0,5 см³ [(C^{1/2}/₂Na₂S₂O₃) = 1 моль/дм³] рідина на протязі 2 хв. повинна залишатися прозорою). Потім розчин відфільтрувати, фільтрат упарити до густини 1,38 г/см³ та охолодити. Кристали, що випали, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4).

Алюміній сульфат (Al₂(SO₄)₃) (з алюмінію металевого)



До порошкоподібного алюмінію масою 1 г прилити розчин сульфатної кислоти [w(H₂SO₄) = 10 %] масою 40 г. Розчинення алюмінію у розведеної сульфатної кислоті відбувається повільно, тому необхідно використовувати дрібний порошок алюмінію. Розчин кип'ятити 4-5 год. у колбі зі зворотним холодильником, відфільтрувати від нерозчиненого алюмінію і домішок, трохи підкислити сульфатною кислотою, упарити до ²/₃ початкового об'єму і охолодити до температури 10 °С. При цьому випадає кристалогідрат (Al₂(SO₄)₃·18H₂O). Безбарвні кристали, що випали, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і висушити між аркушами фільтрувального паперу.

Барій пероксид (BaO₂)

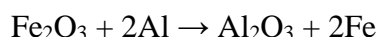


У розчин барій хлориду (барій хлорид кристалогідрат масою 100 г BaCl₂·2H₂O (ч.) розчинити у воді об'ємом 250 см³) (замість розчину барій хлориду можна використовувати насичений розчин барій нітрату(V) масою 100 г) внести дигідроген пероксид [w(H₂O₂) = 30 %] об'ємом 250 см³. Потім при перемішуванні додати розчин амоній гідроксиду (ρ = 0,91 г/см³) об'ємом 200 см³. Дати суміші відстоятися, після чого рідину злити. Осад барій пероксиду (BaO₂·8H₂O) відділити декантацією холодною водою 2-3 рази, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) та старанно промити (рекомендується чергувати промивання на фільтрі і декантацію). Промитий осад висушити у

фарфоровій чашці при температурі 50-70 °С, зрідка розтираючи його шпателем. Коли вміст чашки перетвориться у розсипчасту масу, підвищити температуру до 75-80 °С. Сухий препарат розтерти у ступці і перенести у банку з притертою пробкою.

Вихід 55-60 г препарату, що містить 96 % BaO₂.

Залізо (Fe) (алюмотермічний метод)



Розраховані кількості ферум(III) оксиду та алюмінію (алюміній взяти у вигляді дрібних піщинок) насипати у паперовий кульок, який в свою чергу вмістити у сталевий ящик з піском (рис. 14). При проведенні реакції слід брати вихідні речовини масою не менше 25-30 г (сумарно). В реакційній суміші зробити невелике заглиблення і засипати тонким шаром (1-1,5 мм) запалювальну суміш. Стрічку магнію вставити в заглиблення, яке потім заповнити запалювальною сумішшю у формі гірки. Запалювальна суміш: 9 мас. ч. розтертого барій пероксиду змішати з 1 мас. ч. порошкоподібного алюмінію. Запалювальну суміш підпалити за допомогою магнієвої стрічки. Реакцію слід проводити у витяжній шафі, звідки необхідно забрати усі легкозаймисті матеріали. **Працювати у захисних окулярах!** Після закінчення реакції реакційну суміш охолодити і корольок металу відділити від шлаку та піску, шматочки шлаку, що пристали до металу, відділити за допомогою молотка на сталевій плиті.

Вихід продукту реакції у лабораторних умовах складає 70-90 %.

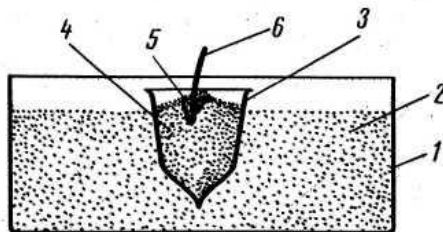
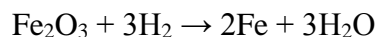


Рис.14. Алюмотермічне відновлення оксидів у піску:

- 1 – металевий ящик; 2 – пісок; 3 – паперовий кульок; 4 – суміш оксиду з алюмінієм;
5 – запалювальна суміш; 6 – стрічка магнію.

Залізо (Fe) (відновлення воднем)



Розраховану кількість ферум(III) оксиду за допомогою вузького шпателя помістити у скляну трубку та нагрівати її в струмені водню, до певної температури. Кінці трубки закрити гумовими пробками, в які з одного кінця вставити трубку, що підводить водень, а з іншого – трубку, що відводить пари води і водень, що не вступив до реакції (рис. 15). Попередньо установку перевірити на герметичність. Для цього кінець газопідвідної трубки занурити на 4-5 см у воду і пропустити водень. Бульбашки газу, що виділяються, вказують на герметичність приладу. Перед нагріванням трубки, повітря з неї необхідно витиснути воднем. Водень для відновлення одержати в апараті Кіпа (рис.15).

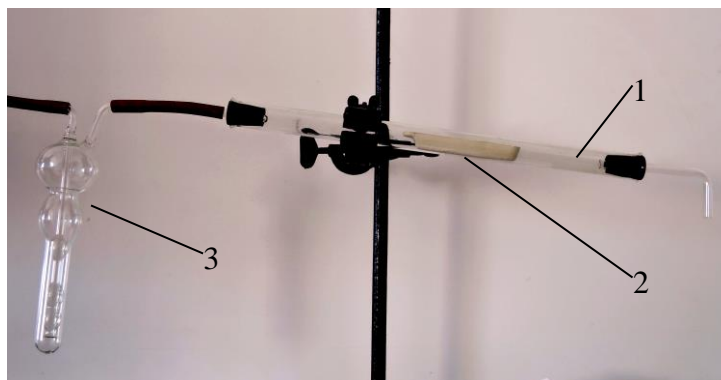


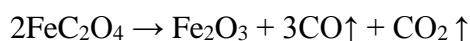
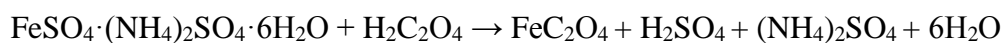
Рис. 15. Відновлення оксидів воднем:
1 – скляна трубка; 2 – лодочка з оксидом; 3 – промивалка.

Після перевірки приладу на герметичність, сильним струменем водню витиснути повітря. Водень, що виходить з трубки, зібрати у пробірці (під водою) та перевірити на чистоту. Тільки після цього трубку нагрівати в струмені водню, пропускаючи його з швидкістю 1-2 бульбашки в 1 секунду. Водень пропускати у надлишку на протязі 20-30 хв., або, до утворення тонкого порошку або спеченого порошку.

Після закінчення реакції прилад охолодити в струмені водню, від'єднати газопідвідну трубку та вийняти продукт реакції.

Не можна розбирати прилад у гарячому стані, так як повітря у реакторі може утворювати з воднем вибухову суміш!

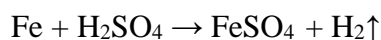
Ферум(III) оксид (Fe_2O_3)



У гарячий розчин солі Мора (сіль Мора масою 150 г розчинити у воді об'ємом 200 см³) прилити повільним струменем при сильному перемішуванні гарячий насичений при температурі 95-98 °С розчин шавлевої кислоти об'ємом 80-90 см³. Осад ферум оксалату, який випав, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) та промити гарячою водою до негативної реакції промивних вод на сульфат-іон. Осад висушити при температурі 100-110 °С та прожарити невеликими порціями у фарфоровій чашці при температурі 400-500 °С, безперервно перемішуючи скляною паличкою.

Вихід 30 г (майже 100 %).

Ферум(II) сульфат ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)



Залізо у вигляді дроту або ошурок розчинити у розчині сульфатної кислоти і нагріти, поки залишок заліза зовсім не перестане розчинятися. Розчин відфільтрувати у колбу, підкислити сульфатною кислотою до кислої реакції на конго червоний. Після охолодження насичити дигідроген сульфідом і щільно закрити колбу, залишити на 2-3 дні. Після цього рідину нагріти на водяній бані і відфільтрувати від осадів вуглецю, карбідів, CuS, SnS, Al₂S₃ та ін. Фільтрат перелити у колбу Вюрца та упарити на ¹/₂, пропускаючи при цьому крізь розчин вуглекислий газ вільний від кисню, після чого залишити розчин для кристалізації у атмосфері вуглекислого газу.

На наступний день маточний розчин злити, промити кристали спочатку водою, потім спиртом і помістити препарат між аркушами фільтрувального паперу, як можна швидше, постійно перемішуючи, висушити його при 30 °С.

Ферум(III) нітрат ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$)

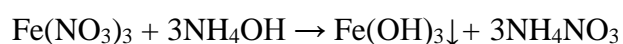


Для одержання ферум(III) нітрату ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) чисте залізо, що виготовлено відновленням ферум(III) оксиду воднем, масою 60 г розчинити невеликими порціями при нагріванні в надлишку розведеної нітратної кислоти [$w(HNO_3) = 50-55\%$] об'ємом 600 см³. Реакція відбувається 2-2,5 години.

Розчин відфільтрувати у фарфорову чашку, концентрувати на водяній бані і залишити для кристалізації в екзикаторі над сульфатною кислотою. Кристали, що випали, відсмоктати на скляному фільтрі, промити невеликою кількістю льодяної води, яка підкислена нітратною кислотою і висушувати нетривалий час в екзикаторі над твердим калій гідроксидом.

Розчин нітрату, нагрітий до температури 40-45 °С, концентрувати в колбі, пропускаючи крізь розчин струмінь повітря, висушений сульфатною кислотою. Після появи на стінках перших кристалів, розчин охолодити. Сіль можна також виділити з розчину, додавши до нього концентрованої нітратної кислоти, у якій нітрат погано розчиняється. Після двох перекристалізацій нітрат містить тільки сліди деяких елементів.

Ферум(III) гідроксид ($Fe(OH)_3$)



До розчину ферум(III) нітрату (ферум(III) нітрат ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) масою 200 г розчинити у дистильованій воді об'ємом 1 дм³, нагрітої до температури 70 °С), при сильному перемішуванні прилити з крапельної лійки розчин амоній гідроксиду [$w(NH_4OH) = 5\%$] поки не з'явиться слабкий запах амоніаку (приблизний об'єм розчину амоніаку 500 см³).

Осад ферум(III) гідроксиду, що виділився, промити декантацією 2-3 рази теплою водою, потім відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4), перемішати з теплою водою і повторити промивання та відсмоктування до негативної реакції промивних вод на нітрат-іон (проба з дифеніламіном).

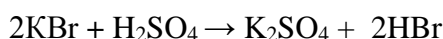
Вологий ферум(III) гідроксид висушити при температурі 110 °С і розтерти у порошок.

Вихід близько 100 %.

Подвійний сульфат феруму та амонію ($FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$)

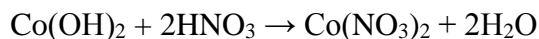
Розчинити у мінімальному об'ємі води ферум(III) сульфат кристалогідрат масою 139 г і амоній сульфат масою 66 г. Розчин, якщо необхідно, відфільтрувати, а потім нагріти до температури 60-70 °С, злити у фарфорову чашку, підкислити розведеною сульфатною кислотою. Під час охолодження розчин необхідно перемішувати. Кристалічний осад, що випав, промити один раз холодною водою і висушити при температурі 50-60 °С.

Кислота бромідна (HBr)



У колбу ємністю 1 дм³, яка охолоджується у бані сумішшю льоду та солі, помістити розчин калій броміду (калій бромід масою 240 г розчинити у воді об'ємом 400 см³). Через крапельну лійку у колбу дуже повільно влити концентровану сульфатну кислоту об'ємом 150 см³. Температура реакційної суміші не повинна перевищувати 75 °С. По закінченні реакції суміш відфільтрувати через скляний фільтр для виділення калій сульфату і фільтрат перегнати, збираючи фракцію з температурою кипіння 124-127 °С. Дистилят містить сліди сульфатної кислоти. Повторною фракційною перегонкою звільняються від домішок бромю. Азеотропна суміш, що зібрана при температурі 126 °С, містить 46-48 % чистого HBr. При перегонці бромідної кислоти слід використовувати прилад на шліфах або пробках, що покриті парафіном (рис. 5).

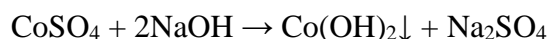
Кобальт(II) нітрат (Co(NO₃)₂·6H₂O)



Кобальт(II) гідроксид масою 200 г розчинити в нітратній кислоті ($\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$), кислоту приливати повільно при перемішуванні до слабкокислої реакції на конго червоний (витрачається кислота об'ємом 310-325 см³). Розчин нагріти до температури 70-80 °С, додати при перемішуванні дигідроген пероксид об'ємом 5 см³ ($w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$) для відновлення кобальт(III) гідроксиду, що утворюється в невеликих кількостях. Розчин профільтрувати гарячим і залишити кристалізуватися при кімнатній температурі. Кристали відфільтрувати і без сушки негайно перенести у банку, яка щільно закривається.

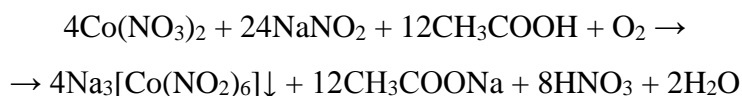
Вихід 450 г.

Кобальт(II) гідроксид (Co(OH)₂)



Гарячий насичений розчин кобальт(II) сульфату (маса кобальт(II) сульфату кристалогідрату $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 100 г) осадити розчином натрій гідроксиду (натрій гідроксид масою 42 г розчинити у воді об'ємом 60 см³). Осадження проводити у високому циліндрі. Основна сіль синьо-фіолетового кольору, що утворюється спочатку, швидко переходить при нагріванні на водяній бані в рожево-червоний кобальт(II) гідроксид. Осад, який відстоявся, промити декілька разів водою декантацією, потім відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4), промити водою до нейтральної реакції промивних вод. Кристали сушити у вакуум-ексикаторі над концентрованою сульфатною кислотою.

Натрій гексанітрокобальтат(III) (Na₃[Co(NO₂)₆])



Розчинити при нагріванні натрій нітрат(III) масою 150 г у воді об'ємом 150 см³. До розчину, охолодженого до температури 40-50 °С, додати кобальт(II) нітрат масою 50 г. Потім при безперервному перемішуванні прилити

невеликими порціями розчин оцтової кислоти об'ємом 50 см^3 [$w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 50\%$] (**витяжна шафа!**) і крізь суміш пропускати протягом півгодини сильний струм повітря, щоб окиснити двохвалентний кобальт.

Якщо вихідний натрій нітрат(III) був забруднений калієвою сіллю, то при окисненні з розчину осаджується калій гексанітрокобальтат(III) жовтого кольору. Розчин, який відстоявся, злити через фільтр, жовтий осад відкинути. Потім до фільтрату додати при безперервному перемішуванні спирт об'ємом 350 см^3 [$w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$]. При цьому випадає жовтий натрій гексанітрокобальтат(III) $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Його відсмоктати (рис. 4), промити 2-3 рази невеликими порціями спирту, потім етеру і сушити на повітрі. Для подальшого очищення, сирий продукт перекристалізувати. Для цього розчинити в полуторній кількості води і осадити спиртом.

Мідь (Cu) (електролітична порошкоподібна)

Використовувати електроліт, який містить купрум(II) сульфат у кількості $5-10 \text{ г/дм}^3$ в перерахунку на купрум і сульфатну кислоту $130-150 \text{ г/дм}^3$. Температура електроліту $30-60 \text{ }^\circ\text{C}$. Анод – мідна пластинка, катод – листовая мідь.

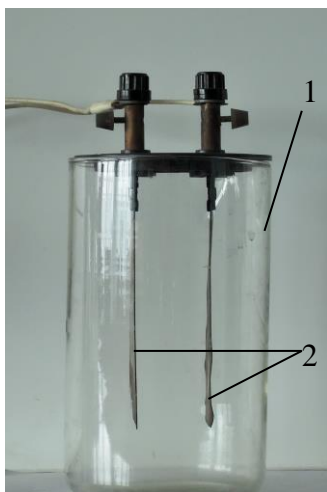
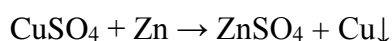
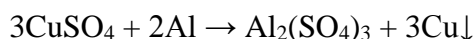


Рис. 16. Електроліз:
1 – скляний електролізер; 2 – електроди.

Їх площа у лабораторних умовах невелика – $10-20 \text{ см}^2$, електроліз проводити у скляному електролізері (рис. 16). Густина за струмом –

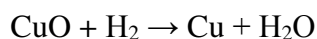
14-18 А/дм². Напруга на електродах складає 5-10 В і залежить від відстані між електродами. Вихід за струмом складає 91-93 %. Для вилучення порошку міді відключити електричний струм, катод вийняти з ванни. Помістити у стакан з дистильованою водою, ще раз промити, зішкребти порошок міді з катоду і висушити його. Для запобігання окиснення порошок слід промити спиртом і етером.

Мідь (Cu) (з розчинів її солей)



У концентрований (або насичений) розчин купрум сульфату помістити надлишок цинку у вигляді паличок, шматочків або пилу (на розчин об'ємом 100 см³ необхідно цинк масою 10-15 г). Після знебарвлення розчину його злити, відібрати шматочки цинку, що не прореагували і залити осад міді розведеною хлоридною або сульфатною кислотою, яка нагріта до температури 60-70 °С. При цьому цинк розчиняється. Мідь перенести на фільтр, промити розведеною хлоридною кислотою, водою, а потім спиртом. Висушити при температурі 40-50 °С. Для реакції заміщення можна скористатися також залізом або алюмінієм у вигляді порошку або пластинок. У всіх випадках одержану порошкоподібну мідь обробити хлоридною кислотою для видалення можливих домішок відновника, промити кислотою, водою, спиртом та висушити.

Мідь (Cu) (з купрум(II) оксиду)



Купрум(II) оксид помістити у скляну трубку і відновити воднем при нагріванні (температура 250-300 °С) (див. Одержання заліза відновленням воднем, рис. 15). Мідь одержується у вигляді дрібнодисперсного порошку рожевого кольору. При більш високих температурах (800-900 °С), мідь спікається і одержується у вигляді губки.

Купрум (II) оксид (CuO)



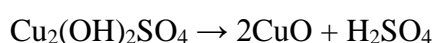
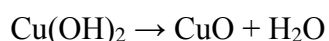
1. У відфільтрований гарячий розчин натрій гідроксиду (температура 80-90 °С) (натрій гідроксид масою 34,5 г розчинити у воді об'ємом 600 см³) влити гарячий розчин купрум(II) сульфату (купрум(II) сульфат кристалогідрат (CuSO₄·5H₂O) масою 100 г розчинити у воді об'ємом 400 см³) (навпаки неможна) і суміш нагрівати при температурі 90 °С 10-15 хв. Осад швидко промити 2 рази декантацією, перенести його на полотняний фільтр і дати рідині стекти, як можна повніше. Потім осад змити водою з фільтру у колбу або банку і промити декантацією для видалення сульфат-іонів (проба промивної рідини при додаванні розчину барій хлориду не повинна мутніти на протязі 2 год.).

Рідину злити декантацією, до осаду прилити розчин амоній гідроксиду ($\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$) об'ємом 40 см³ і залишити на 1,5-2 год., часто збовтуючи. Суспензію розвести водою, злити декантацією, повторити промивання за допомогою амоній гідроксиду і ще промити водою 5-6 разів до повного видалення з осаду сульфат-іонів (в пробі осаду, що розчинний у хлоридній кислоті, при додаванні розчину барій хлориду не повинен виділятися осад навіть через добу).

Старанно промитий оксид, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4), висушити при температурі 200-300 °С і подрібнити.

Вихід 28-30 г (95-99 %).

2. Щоб уникнути тривалого промивання купрум(II) оксиду, яке потрібне при одержанні препарату з купрум(II) сульфату і натрій гідроксиду, можна осадити водним розчином амоніака купрум(II) гідроксид і осад купрум(II) гідроксиду з домішками основної солі Cu₂(OH)₂SO₄ прожарити.



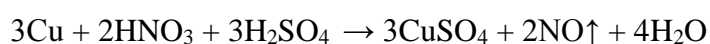
Розчин купрум(II) сульфату кристалогідрату (купрум(II) сульфат кристалогідрат масою 50 г розчинити у воді об'ємом 200 см³), що має

температуру 60-70 °С, обробити амоній гідроксидом, взятим у невеликому надлишку. Осад, що випав перенести на полотняний фільтр і залишити на 1 добу. Наступного дня вологий осад перенести у муфельну піч, по можливості нагріти до 300-900 °С і витримати при цій температурі 2-3 год.

Вихід 150 г (95 %).

3. Розчинити купрум(II) сульфат кристалогідрат масою 500 г у воді об'ємом 2 дм³, додати дигідроген пероксид об'ємом 2,5 см³ [w(H₂O₂) = 30 %] і нагріти. Потім додати купрум(II) оксид масою 5 г і кип'ятити. При цьому домішки феруму випадають в осад у вигляді ферум(III) гідроксиду. Суміш відфільтрувати, додати до гарячого фільтрату прозорий відстояний розчин натрій гідроксиду (натрій гідроксид масою 180 г розчинити у воді об'ємом 900 см³) і 20-25 хв. нагрівати при температурі 80-90 °С. Осад основних солей і купрум(II) гідроксиду, що випав, поступово переходить у чорний купрум(II) оксид і швидко осаджується. Рідину злити, осад промити декантацією до повної відсутності сульфат-іонів і луку в промивних водах, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і прожарити 1-2 год. при 300 °С.

Купрум(II) сульфат (CuSO₄•5H₂O)



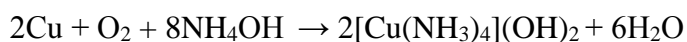
У фарфорову чашку ємністю 1 дм³ (**встановлену під тягою**) помістити електролітичну мідь масою 200 г у вигляді дроту або стружки і прилити сульфатну кислоту ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) об'ємом 125 см³. Суміш нагріти до температури 70-80 °С і додати нітратну кислоту ($\rho = 1,40 \text{ г/см}^3$) об'ємом 40 см³ порціями по 4-5 см³ (**Обережно! Стерегтися бризок!**). Якщо виділяються кристали купрум(II) сульфату кристалогідрату, то слід додати воду об'ємом 80-100 см³.

По закінченні реакції розчин злити з міді, упарити його до утворення плівки кристалів і охолодити. Наступного дня, кристали відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і промити невеликою кількістю води. До міді, яка не прореагувала, додати мідну стружку (до загальної маси 200 г), сульфатну

кислоту об'ємом 110 см³, нітратну кислоту об'ємом 40 см³ і повторити синтез. Одержані від кожної операції кристали окремо розчинити у гарячій воді (у співвідношенні вода об'ємом 600 см³ на купрум(II) сульфат кристалогідрат масою 400 г), фільтрувати. Фільтрат упарити до утворення плівки кристалів та охолодити. Необхідно провести 2-3 перекристалізації, щоб одержати препарат х.ч.

Для виготовлення безводного препарату дрібнокристалічний купрум(II) сульфат кристалогідрат нагріти у фарфоровій чашці на піщаній бані при температурі не вище 220 °С, безперервно перемішуючи. Одержаний білий порошок розтерти у гарячій ступці і перенести у суху банку, яка щільно закривається.

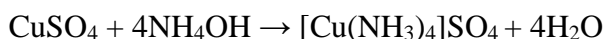
Тетраамінокупрум(II) гідроксид ([Cu(NH₃)₄](OH)₂)



Чистий мідний дріт або стружку залити у колбі концентрованим розчином амоніаку і крізь розчин пропускати на протязі 2-3 год. повітря, яке для відокремлення карбон(IV) оксиду попередньо пропускати крізь промивалку з розчином лугу. Темно-синій розчин профільтрувати і випарювати у колбі на відкритому полум'ї, пропускаючи крізь розчин слабкий струм амоніаку. Сині кристали, які випали, відсмоктати (рис. 4) і висушити між аркушами фільтрувального паперу.

Купрум аміакат можна також одержати розчиненням свіжоосадженого купрум(II) гідроксиду в концентрованому розчині амоніаку з подальшою кристалізацією солі. Продукт слід зберігати у щільно закритій склянці.

Тетраамінокупрум(II) сульфат ([Cu(NH₃)₄]SO₄)



Подрібнений купрум(II) сульфат кристалогідрат масою 10 г розчинити у суміші концентрованого розчину амоніаку об'ємом 15 см³ і води об'ємом 10 см³. Розчин профільтрувати, додати до нього етанол об'ємом 20-30 см³ та

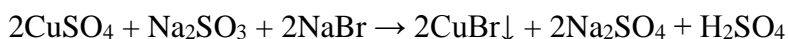
охолодити суміш. Темно-синій кристалічний шар відфільтрувати, промити спиртом, потім сумішшю спирту з етером та висушити при температурі 50-60 °С. На повітрі сіль стійка. При температурі 120 °С вона розкладається.

Купрум(I) хлорид (CuCl) (каталізатор у реакції Зандмейєра)



У колбі ємністю 250 см³ розчинити при нагріванні купрум(II) сульфат кристалогідрат (CuSO₄·5H₂O) масою 25 г і натрій хлорид масою 9 г у воді об'ємом 80 см³. До суміші повільно, при перемішуванні, додати розчин безводного натрій сульфату(IV) (натрій сульфат(IV) масою 6,3 г (або натрій сульфат(IV) кристалогідрат (Na₂SO₃·7H₂O) масою 12,6 г) розчинити у воді об'ємом 20 см³). Реакційну суміш охолодити до кімнатної температури. Осад білого кольору, що випав, промити декантацією водою, після чого розчинити у концентрованій хлоридній кислоті об'ємом 40 см³. Одержаний розчин зберігати у щільно закритій склянці, так як сіль купрум(I) чутлива до кисню повітря.

Купрум(I) бромід (CuBr) (каталізатор у реакції Зандмейєра)



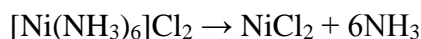
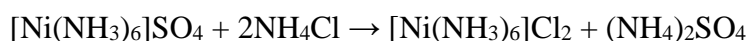
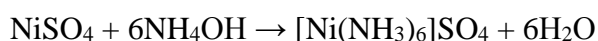
У колбі ємністю 250 см³ розчинити при нагріванні купрум(II) сульфат кристалогідрат (CuSO₄·5H₂O) масою 25 г і натрій бромід масою 17 г у воді об'ємом 80 см³. До суміші повільно, при перемішуванні, додати розчин безводного натрій сульфату(IV) (натрій сульфат(IV) масою 6,3 г (або натрій сульфат(IV) кристалогідрат (Na₂SO₃·7H₂O) масою 12,6 г) розчинити у воді об'ємом 20 см³). Реакційну суміш охолодити до кімнатної температури. Осад білого кольору, що випав, промити декантацією водою, після чого розчинити у концентрованій бромідній кислоті об'ємом 40 см³. Одержаний розчин зберігати у щільно закритій склянці, так як сіль купрум(I) чутлива до кисню повітря.

Нікол(II) карбонат (NiCO₃·6H₂O)



До розведеного теплого розчину нікол нітрату або хлориду прилити у надлишку теплий розчин натрій гідрогенкарбонату. Світло-зелений осад нікол карбонату кристалогідрату, що випав, ретельно промити водою, яка насичена карбон(IV) оксидом, і висушити при температурі 40-50 °С.

Нікол(II) хлорид (NiCl₂, NiCl₂·6H₂O)



У розчин амоній гідроксиду ($\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$) об'ємом 200 см³ внести нікол сульфат кристалогідрат масою 100 г. Суміш збовтати і залишити на ніч (для окиснення домішок солей Fe²⁺). Потім рідину відфільтрувати, при цьому на поверхні фільтрату не повинна утворитися бура плівка (у противному випадку суміш витримувати ще добу) і додати амоній хлорид масою 70 г. Кристали солі, що випали, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4), промити розчином амоній хлориду (амоній хлорид масою 20 г у розчині амоній гідроксиду ($\rho = 0,91 \text{ г/см}^3$) об'ємом 100 см³), висушити і прожарити під тягою в ніколевій чашці при температурі 450 °С при перемішуванні.

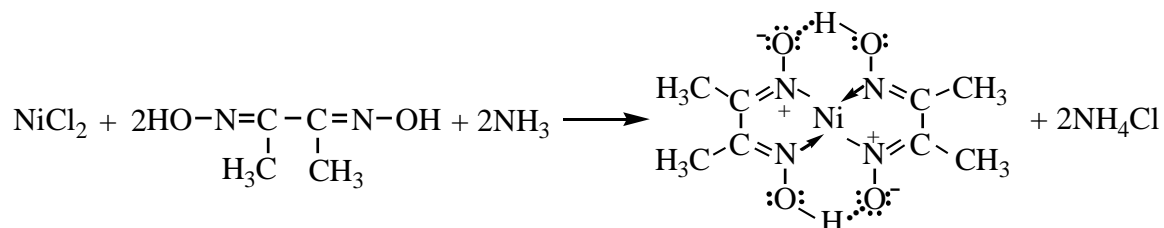
Вихід безводної солі нікол хлориду (NiCl₂) 35 г.

Нікол(II) хлорид кристалогідрат

Одержаний нікол хлорид розчинити у воді об'ємом 90 см³ і відфільтрувати, фільтрат підкислити хлоридною кислотою [$w(\text{HCl}) = 10 \%$] об'ємом 2 см³, нагріти до кипіння, додати по краплях розчин барій хлориду [$w(\text{BaCl}_2) = 3 \%$] об'ємом 1-2 см³ для осадження сульфат-іонів і відфільтрувати. Фільтрат упарити при температурі 75-80 °С до утворення кристалічної плівки. Кристали, що випали при охолодженні (масою біля 30 г) відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і перенести у банку з притертою пробкою. Упарюванням маточного розчину можна ще одержати препарат масою біля 20 г.

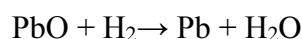
Загальний вихід 50-53 г (59-63 %).

Нікол(II) біс(диметилгліоксимат) ($Ni[C_2N_2O_2H(CH_3)_2]_2$)



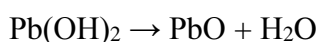
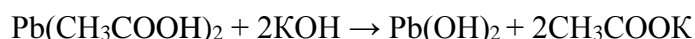
Нікол сульфат або хлорид масою 2 г розчинити у воді об'ємом 50-60 см³, у випадку необхідності профільтрувати. До фільтрату додати розчин амоніаку до слабкого запаху і спиртовий розчин диметилгліоксима до утворення осаду рожевого кольору нікол біс(диметилгліоксимату). Осад відфільтрувати, промити 2-3 рази водою і висушити на повітрі.

Свинець (Pb)



Для одержання свинцю плюмбум(II) оксид помістити у скляну трубку і при температурі 350-400 °С пропускати крізь нього водень, який внаслідок легкої відновлюваності плюмбум(II) оксиду не слід спеціально висушувати (див. одержання заліза відновленням ферум оксидів воднем, рис. 15). Свинець одержується у вигляді дрібних крапель.

Плюмбум(II) оксид (PbO)



Розчинити плюмбум(II) ацетат кристалогідрат ($Pb(CH_3COOH)_2 \cdot 3H_2O$) масою 400 г у воді об'ємом 1,2 дм³, додати хлоридну кислоту ($\rho = 1,10$ г/см³) об'ємом 1 см³ і суміш залишити на 1 годину. Потім відфільтрувати у велику фарфорову чашку. Одержаний розчин нагріти до температури 60 °С, прилити до нього тонким струменем при перемішуванні прозорий розчин калій гідроксиду або натрій гідроксиду (розчинити калій гідроксид масою 128 г або натрій гідроксид масою 90 г у воді об'ємом 1,1 дм³). Кип'ятити до переходу білого плюмбум(II) гідроксиду в плюмбум(II) оксид, дати відстоятися

(1-1,5 год.). Осад промити декантацією гарячою водою до відокремлення хлорид-іонів (проба з аргентум нітратом), потім прожарити у фарфоровій чашці 1 год. і охолодити на повітрі.

Вихід 200 г (85 %).

Хлор (Cl₂)



В колбу Вюрца помістити 10 г порошку калій перманганату і з крапельної лійки прилити по краплях хлоридну кислоту ($\rho = 1,17 \text{ г/см}^3$) об'ємом 60-65 см³, виділяється рівномірний струмінь хлору.

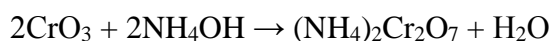
Прилад для очищення хлору складається з промивалки з водою, осушувальної колонки з безводним кальцій хлоридом і осушувальної колонки, що заповнена фосфор(V) оксидом або скляними кульками, які змочені концентрованою сульфатною кислотою. Якщо старанного очищення не потрібно, то після промивної склянки встановити ще одну або дві склянки з концентрованою сульфатною кислотою.

Хром(VI) оксид (CrO₃)



Калій дихромат масою 1 г розчинити у воді об'ємом 10 см³ і додати концентровану сульфатну кислоту ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) масою 5-6 г. Темно-червоні кристали, які випали, відфільтрувати на фільтрі Шотта і для видалення сульфатної кислоти промити нітратною кислотою [$w(\text{HNO}_3) = 70-80 \%$]. Потім осад висушити при температурі 90-100 °С, перенести у склянку з притертою пробкою. Хром(VI) оксид сильно гігроскопічний.

Амоній дихромат ((NH₄)₂Cr₂O₇)



Розчинити хром(VI) оксид масою 156 г у воді об'ємом 200 см³ при температурі 45-50 °С, дати відстоятися і обережно злити розчин з осаду. В

стакан або фарфорову чашку, що охолоджується льодом, помістити прозорий розчин об'ємом 120 см³, охолодити до температури 8-10 °С. Потім додати невеликими порціями при безперервному перемішуванні амоній гідроксид (приблизно об'ємом 60 см³, (ρ = 0,91 г/см³) до нейтральної реакції на конго червоний. Потрібно слідкувати за тим, щоб температура не підвищувалась вище 15 °С.

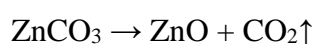
Розчин охолодити до температури 10 °С. Кристали, які випали, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4), промити крижаною водою об'ємом 10-15 см³ і висушити при температурі 50 °С.

Вихід 50 г.

Маточний розчин упарити при температурі 70 °С до утворення плівки. Потім охолодити до температурі 10 °С. Осадити забруднений препарат масою 30 г. Такий продукт можна перекристалізувати. Для цього сіль масою 30 г розчинити у воді об'ємом 45 см³ при температурі 70-75 °С, відфільтрувати, фільтрат упарити при температурі 70 °С до утворення кристалічної плівки і охолодити до температури 10 °С.

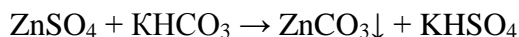
Вихід 12 г.

Цинк оксид (ZnO)



Цинк оксид одержати прожарюванням цинк карбонату у фарфоровому тиглі або у муфельній печі. Карбонат починає розкладатися при температурі 140 °С, однак, закінчувати процес необхідно при температурі червоного жару. Розклад можна вважати закінченим, якщо при реакції з хлоридною кислотою з одержаної речовини не виділяється карбон(IV) оксид. Цинк оксид слід зберігати у щільно закритій склянці.

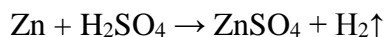
Цинк карбонат (ZnCO₃)



Для виготовлення цинк карбонату прилити до розчину цинк сульфату $[(C^{1/2}\text{ZnSO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$ об'ємом 700 см^3 , охолодженого до температури $3 \text{ }^\circ\text{C}$, розчин калій гідрогенкарбонату $[(C^{1/1}\text{KHCO}_3) = 0,1 \text{ моль/дм}^3]$ об'ємом 300 см^3 , насиченого карбон(IV) оксидом і охолодженого до тієї ж температури. Цинк карбонат випадає у вигляді білого аморфного порошку, який залишити кристалізуватися на 3-4 дні при температурі нижче $10 \text{ }^\circ\text{C}$, а потім ще на 2-3 дні при кімнатній температурі. Дрібнокристалічний осад промити декантацією водою до видалення сульфат-іонів і висушити при температурі $20\text{-}50 \text{ }^\circ\text{C}$.

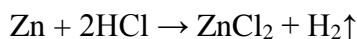
Вихід $6,3 \text{ г}$ (96%).

Цинк сульфат (ZnSO₄•7H₂O)



Розчинити гранульований цинк масою 1 г у розчині сульфатної кислоти $[w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 45\text{-}50 \text{ \%}]$ масою $2,5 \text{ г}$ у фарфоровій чашці під тягою. Коли розчинення цинку сповільниться, розчин нагріти, додати невелику кількість цинк оксиду або карбонату і відфільтрувати (від нерозчиненого цинку і можливих домішок). Потім фільтрат підкислити сульфатною кислотою і упарити при температурі $30 \text{ }^\circ\text{C}$ до початку кристалізації. Кристали солі цинк сульфату кристалогідрату, що випали після охолодження, відфільтрувати, промити розведеним спиртом і висушити на повітрі.

Цинк хлорид (ZnCl₂)



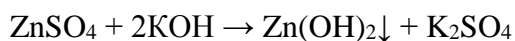
Гранули цинку подрібнити, промити їх розчином хлоридної кислоти $[w(\text{HCl}) = 5\%]$, потім водою і висушити. До суміші цинку масою 400 г і води об'ємом 1 дм^3 поступово прилити (під тягою) хлоридну кислоту ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$) об'ємом 1 дм^3 , зрідка перемішувати. Коли виділення водню зменшиться, розчин

підігріти на водяній бані до припинення виділення бульбашок газу і залишити на ніч.

Розчин злити з металу і пропустити (**під тягою**) крізь нього хлор 10-15 хв. Потім додати цинк карбонат масою 20-25 г і нагрівати на водяній бані 1 год., зрідка перемішуючи. Після відстоювання суміш відфільтрувати крізь фільтр Шотта. Фільтрат упарити на водяній бані до $\frac{1}{3}$ об'єму, потім нагріти на газовому пальнику до утворення сухої маси (температура солі повинна бути 230 °С). До маси додати хлоридну кислоту ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$) об'ємом 1 см^3 і сіль розплавити при температурі 400 °С. Коли виділення бульбашок майже закінчиться, розплавлену сіль злити в іншу чашку і охолодити в ексікаторі над концентрованою сульфатною кислотою. Після охолодження плав перенести на пергаментний папір, покрити аркушем пергаменту і розбити молотком на шматочки. Препарат одразу перенести у банку, закрити корковою пробкою і залити парафіном.

Вихід 650 г (77 %).

Цинк гідроксид (Zn(OH)₂)

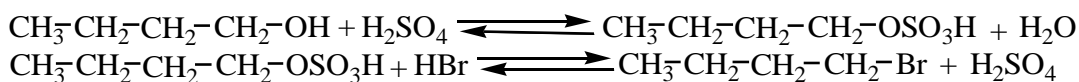


У розчин калій гідроксиду масою 2,8 г у воді об'ємом 50 см^3 з бюретки повільно додати по краплях розчин цинк сульфату [$(C^{1/2}(\text{ZnSO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3)$]. Осад, що випадає, спочатку, розчиняється, потім рідина мутніє і при внесенні затравки (кристалик цинк гідроксиду) осаджується важкий зернистий порошок кристалічного цинк гідроксиду.

6. Методики синтезів органічних сполук

Реакції нуклеофільного заміщення гідроксильної групи спиртів

1-Бромобутан (бромистий бутил, бутилбромід)



У круглодонну двошийкову колбу ємністю 200 см³, яка сполучена з зворотним холодильником і крапельною лійкою (рис. 17), помістити бутиловий спирт об'ємом 15 см³ і воду об'ємом 23 см³. Потім додати тонко розтертий калій бромід масою 25 г і декілька кип'ятильників. З крапельної лійки невеликими порціями (по 2-3 см³) прилити концентровану сульфатну кислоту об'ємом 17 см³. Після додавання кожної порції кислоти суміш перемішати шляхом гойдання колби. Реакційну суміш нагріти газовим пальником з азбестовою сіткою до кипіння і витримати при слабкому кипінні на протязі 2 год. Потім крапельну лійку прибрати, а зворотний холодильник замінити на прямий. Збільшуючи нагрівання, відігнати бромистий бутил (рис. 18).

Сирий продукт, що містить домішки (дибутиловий етер, бутиловий спирт, вода, бутени і сліди бромиду), перенести у ділильну лійку і промити розведеним розчином натрій гідрогенсульфату(IV) (для відокремлення слідів бромиду). Домішки дибутилового етеру і бутилового спирту відокремити шляхом обробки продукту рівним об'ємом концентрованої сульфатної кислоти (**обережно!**) в сухій ділильній лійці. Випустити кислоту (нижній шар). У цій же лійці промити бромистий бутил водою, розведеним розчином натрій гідрогенкарбонату і знову водою. З ділильної лійки бромистий бутил злити у невелику суху колбу і сушити кальцій хлоридом. Сухий бромистий бутил перегнати з колби Вюрца (рис. 5), зібрати фракцію, що відганяється при температурі 98-103 °С.

Вихід 16 г.

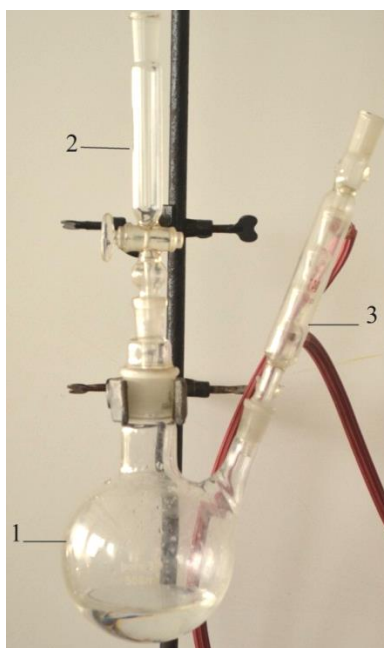


Рис.17. Прилад для одержання 1-бромобутану:
1 – двошийкова колба; 2 – крапельна лійка; 3 – зворотний холодильник.

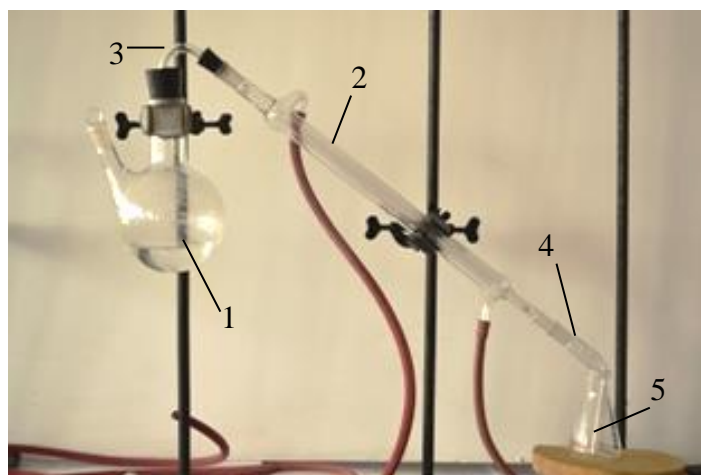
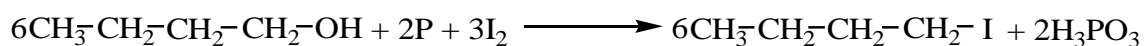


Рис.18. Прилад для відгонки 1-бромобутану:
1 – двошийкова колба; 2 – прямий холодильник; 3 – скляна трубка; 4 – алонж; 5 – приймач.

1-Йодобутан (йодистий бутил, бутилйодид)

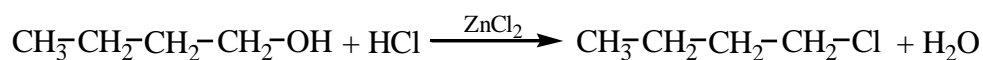


У круглодонну колбу ємністю 100 см³ помістити бутиловий спирт об'ємом 9,0 см³ і червоний фосфор масою 1 г. Поступово, часто струшуючи вміст колби, і при охолодженні колби у бані з холодною водою (температура води 10-15 °С), додати тонко розтертий йод масою 12,7 г (у витяжній шафі). Після додавання всього йоду, колбу сполучити з зворотним повітряним

холодильником і нагрівати на водяній бані (температура води 80 °С), при періодичному струшуванні, на протязі 2 год. Після закінчення реакції йодистий бутил відігнати з водяною парою (рис. 7), відокремити від води в ділильній лійці (нижній шар) і промити спочатку розчином натрій гідроксиду [$w(\text{NaOH}) = 10\%$] до знебарвлення, а потім водою. Йодистий бутил висушити кальцій хлоридом і перегнати з колби Вюрца (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 130-132 °С.

Вихід 9,2 г (50 %).

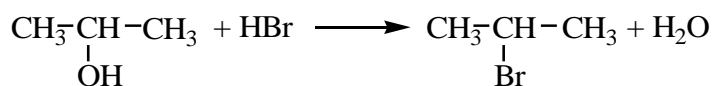
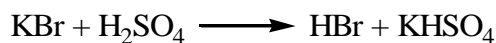
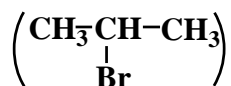
1-Хлоробутан (хлористий бутил, бутилхлорид)



У двошийкову круглодонну колбу, яка сполучена з крапельною лійкою і зворотним холодильником (рис. 17), помістити бутиловий спирт масою 74 г і безводний цинк хлорид масою 135 г. З крапельної лійки поступово додати концентровану хлоридну кислоту об'ємом 167 см³ [$w(\text{HCl}) = 36\%$]. Реакційну суміш нагріти до кипіння і кип'ятити 1 год. Замінити зворотній холодильник на прямий (рис. 18) і відігнати продукт реакції. Після відгонки продукт реакції два рази обережно промити у ділильній лійці концентрованою сульфатною кислотою (об'єм кислоти повинен бути у 5 разів менше за об'єм продукту реакції). Потім хлористий бутил промити водою, натрій гідрогенкарбонатом і ще раз водою. Висушити кальцій хлоридом. Сухий продукт перенести у колбу Вюрца і перегнати (рис. 5) при атмосферному тиску. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 76-80 °С.

Вихід 72 %.

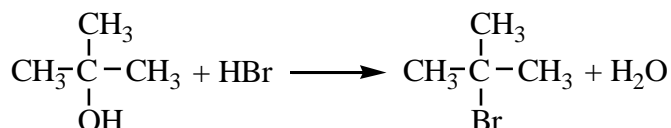
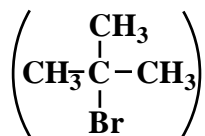
2-Бромпропан (ізопропілбромід)



У круглодонну колбу ємністю 250 см³ помістити ізопропанол об'ємом 15 см³, концентровану сульфатну кислоту об'ємом 25 см³. Вміст колби перемішати і охолодити колбу під струменем холодної води. До охолодженої до кімнатної температури суміші, продовжуючи перемішування, додати калій бромід масою 15 г. Потім колбу через дефлегматор сполучити з холодильником Лібіха і реакційну суміш перегнати (поки у приймач будуть переходити маслянисті краплі, які осідають на дно) (рис.6). Якщо реакційна суміш дуже сильно пініться, нагрівання припинити на деякий час. Ізопропілбромід відокремити від води у ділительній лійці і обережно невеликими порціями додати до нього концентровану сульфатну кислоту доти, поки вона не збереться у вигляді окремого шару. Очищений таким чином від ізопропанолу і діізопропілового етеру ізопропілбромід перегнати з маленької колби Вюрца (рис. 5), збираючи фракцію, що відганяється при температурі 57-61 °С.

Вихід 8-10 г (30-40 %).

2-Бromo-2-метилпропан (трет-бутилбромід)



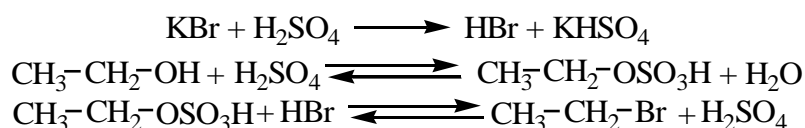
У двошійкову колбу, яка сполучена з крапельною лійкою і зворотним холодильником (рис. 17), помістити трет-бутиловий спирт масою 74 г і при кімнатній температурі з крапельної лійки додати бромідну кислоту

[w(HBr) = 48 %] об'ємом 140 см³. Якщо необхідно, реакційну суміш охолодити холодною водою. Після додавання всього об'єму кислоти, реакційну суміш довести до кипіння, зворотний холодильник замінити на дефлегматор та прямий холодильник (рис. 6). Відігнати утворений продукт зі швидкістю 2-3 краплі в секунду, збираючи фракцію, що відганяється при температурі 66-76 °С.

Після закінчення відгонки *трет*-бутилбромід перенести у ділильну лійку і 2 рази промити концентрованою сульфатною кислотою (об'єм кислоти повинен бути у 5 разів менший за об'єм продукту) для відокремлення етеру, який утворився як побічний продукт. Сушити кальцій хлоридом і перегнати з дефлегматором (рис. 6). Зібрати *трет*-бутилбромід, що відганяється при температурі 73 °С.

Вихід 60 %.

Бромоетан (етилбромід)



У круглодонну колбу ємністю 250 см³ помістити концентровану сульфатну кислоту об'ємом 16 см³, швидко і при постійному перемішуванні прилити етанол об'ємом 16 см³. Після охолодження до кімнатної температури у реакційну суміш (обережно, при перемішуванні і при постійному зовнішньому охолодженні) прилити воду об'ємом 10 см³. Потім додати тонко розтертий калій бромід масою 15 г.

Воду додають з метою гальмування побічної реакції – утворення діетилового етеру і усунення втрати бромідної кислоти за рахунок випаровування. Для більш повного використання гідроген броміду етанол треба брати у невеликому надлишку.

Колбу сполучити за допомогою скляної зігнутої трубки з водяним холодильником, через оболонку якого пропускати сильний струмінь води (рис. 18). Етилбромід легкий, тому його треба збирати під водою. Кінець алонжа занурити на глибину 1 см у воду зі шматочками льоду, яка налита у приймач. Зовні колбу-приймач охолоджувати у бані з льодом.

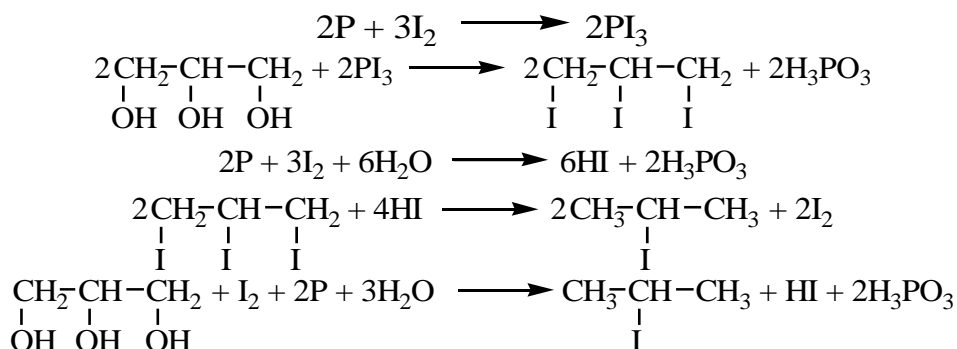
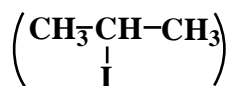
Реакційну колбу нагріти на піщаній бані, слідкуючи за тим, щоб реакційну суміш, що спінюється, не перекинуло у приймач. Етилбромід відганяється у вигляді важких маслянистих крапель, що опускаються на дно приймача. Якщо під час перегонки вода з приймача піднімається в алонж, приймач опустити таким чином, щоб кінець алонжа тільки трохи був занурений у воду.

Коли перегонка етилброміду закінчиться, вміст приймача перелити у ділильну лійку і злити етилбромід (нижній шар) у суху колбу ємністю 50 см³. Колбу з етилбромідом охолодити сумішшю льоду і солі. Обережно, по краплях і при струшуванні додати з крапельної лійки концентровану сульфатну кислоту доти, поки вона не збереться у вигляді окремого шару під етилбромідом. При обробці сульфатною кислотою з етилброміду видаляється етанол (домішки), діетиловий етер (побічний продукт) і вода (відбувається висушування).

Етилбромід перенести у суху ділильну лійку, відокремити верхній шар і перенести у колбу Вюрца. Перегонку сухого етилброміду вести на водяній бані, приймач охолоджувати льодяною водою (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 35-40 °С (основна маса етилброміду переганяється при температурі 32-39 °С).

Вихід 12 г.

2-Йодопропан (ізопропілйодид)



(Роботу проводити у витяжній шафі!)

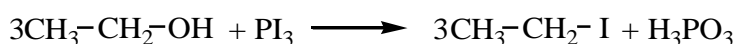
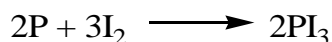
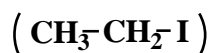
У круглодонну двошийкову колбу ємністю 150 см³ помістити гліцерол об'ємом 12 см³ (масою 15 г), воду об'ємом 12 см³ і тонко розтертий йод масою 22,5 г. Суміш старанно перемішати. Колбу сполучити з зворотним кульковим холодильником. Через другий отвір внести невеликими порціями, приблизно у 10 прийомів, червоний фосфор масою 4,5 г. Після внесення кожної порції фосфору отвір колби швидко закрити пробкою і перемішати реакційну суміш струшуванням колби. Спочатку колбу обережно нагріти пальником з азбестовою сіткою, щоб почалася реакція. В подальшому реакція йде без нагрівання.

Наступну порцію фосфору внести, коли реакція сповільниться. Фосфор вносити на протязі 1-1,5 год. Для завершення реакції суміш кип'ятити 1 год. на піщаній бані. Потім швидко зняти зворотний холодильник. Колбу сполучити з прямим водяним холодильником (за допомогою зігнутої скляної трубки) (рис. 18) і відігнати ізопропілйодид. Дистилят перелити у ділильну лійку і відокремити ізопропілйодид (нижній шар) від водного шару. Далі, також у ділильній лійці, промити ізопропілйодид розчином натрій карбонату [$w(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 10\%$] (для нейтралізації йодидної і фосфатної(III) кислот), водним розчином натрій гідрогенсульфату(IV) (для зв'язування йоду) і 2-3 рази водою. Сушити ізопропілйодид кальцій хлоридом. Перегнати його з колби

Вюрца (рис. 5), нагріваючи її на азбестовій сітці невеликим полум'ям газового пальника. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 90-92 °С.

Вихід 15 г.

Йодетан (етилйодид)

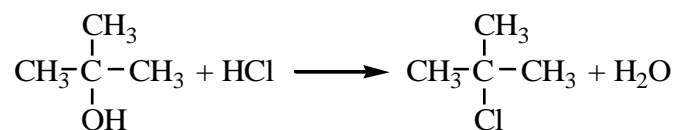
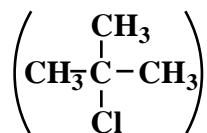


У круглодонну колбу ємністю 150 см³ помістити червоний фосфор масою 3 г, додати абсолютний етиловий спирт об'ємом 30 см³ і поступово, часто струшуючи вміст колби, додати протягом 10-15 хв. невеличкими порціями добре розтертий йод масою 30 г. Колбу періодично охолоджувати, занурюючи її у холодну воду. Потім колбу сполучити з зворотним кульковим холодильником і дати реакційній суміші постояти 2 год., часто струшуючи її. Після цього реакційну суміш нагрівати 2 год. на водяній бані (80-90 °С). Зворотний холодильник замінити на прямий (рис. 18) і відігнати етилйодид, нагріваючи колбу на киплячій водяній бані. Якщо відгонка під кінець уповільнюється, водяну баню замінити на повітряну, попередньо насухо витерти дно колби, і відігнати залишки етилйодиду.

Одержаний етилйодид містить деякі домішки, зокрема йод, який забарвлює його в коричневий колір, і етиловий спирт. Продукт перелити у ділильну лійку і промити 2-3 рази водою, щоб видалити етиловий спирт. Далі промити водою, до якої додано кілька крапель розчину натрій гідроксиду, що дає змогу видалити кислоти. Добутий продукт перелити у маленьку колбу і сушити невеликою кількістю безводного кальцій хлориду. Після висушування етилйодид відокремити від кальцій хлориду і перегнати з колби Вюрца (рис. 5), нагріваючи колбу на повітряній бані. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 70-73 °С.

Вихід 30 г (80 %).

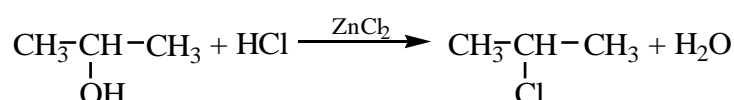
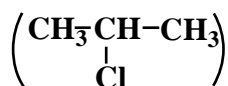
2-Метил-2-хлоропропан (трет-бутилхлорид)



У ділильну лійку помістити *трет*-бутиловий спирт об'ємом 29 см³ і концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,19$ г/см³) об'ємом 88 см³. Суміш збовтати і дати відстоятися на протязі 15-20 хв. Відокремити нижній шар, верхній промити розчином натрій гідрогенкарбонату [$w(\text{NaHCO}_3) = 5\%$], потім водою до нейтральної реакції. Продукт реакції збовтати з кальцій хлоридом масою 5 г, прозору рідину відфільтрувати в перегінну колбу Вюрца. Перегнати з довгим водяним холодильником (рис. 5), збираючи фракцію, що відганяється при температурі 49-52 °С.

Вихід 36 г (78 %).

2-Хлоропропан (ізопропілхлорид)

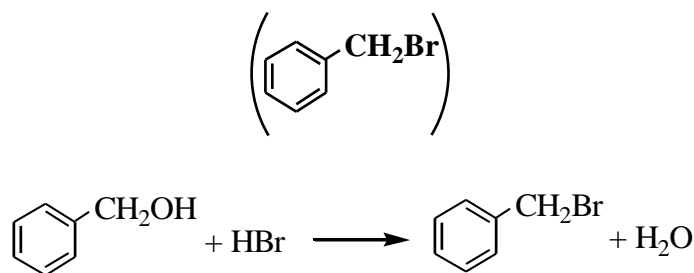


У двошійкову колбу, яка сполучена з крапельною лійкою і зворотним холодильником (рис. 17), помістити ізопропанол масою 60 г, безводний цинк хлорид масою 135 г, при кімнатній температурі додати з крапельної лійки концентровану хлоридну кислоту [$w(\text{HCl}) = 36\%$] об'ємом 200 см³. Після додавання усієї кислоти реакційну суміш нагріти до кипіння і кип'ятити 1 год. Потім зворотний холодильник замінити на прямий і відігнати продукт, що утворився, зі швидкістю 2-3 краплі в секунду (рис. 18). Приймач з холодною водою помістити у водяну баню з льодом. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 25-40 °С.

По закінченню відгонки продукту реакції, вміст приймача перелити у ділильну лійку і злити ізопропілхлорид (верхній шар) у суху колбу. Продукт реакції 2 рази обережно струсити з концентрованою сульфатною кислотою в ділильній лійці (об'єм кислоти у 5 разів повинен бути менше за об'єм продукту реакції). Потім ізопропілхлорид промити у ділильній лійці невеликими порціями води, натрій гідрогенкарбонату і ще раз водою. Продукт після промивки висушити над кальцій хлоридом і перегнати на водяній бані з колби Вюрца (рис. 5). Приймач охолодити зовні льодяною водою. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 32-37 °С.

Вихід 70 %.

Бромометилбензен (бензилбромід)



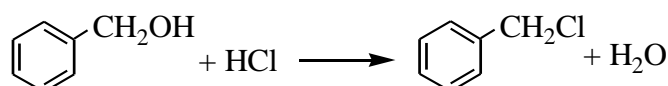
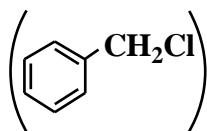
У двохшійкову колбу, яка сполучена з крапельною лійкою і зворотним холодильником (рис. 17), помістити бензиловий спирт масою 108 г і при кімнатній температурі з крапельної лійки додати бромідну кислоту [$w(\text{HBr}) = 48\%$] об'ємом 148 см³. За необхідністю, реакційну суміш охолодити холодною водою. Після додавання усієї кислоти реакційну суміш довести до кипіння, зворотній холодильник змінити на дефлегматор та холодильник Лібіха (рис. 6). Відігнати продукт, що утворився, зі швидкістю 2-3 краплі в секунду. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 195-205 °С.

По закінченню відгонки продукт реакції перенести у ділильну лійку і 2 рази промити концентрованою сульфатною кислотою (об'єм кислоти у 5 разів повинен бути менше за об'єм продукту реакції), щоб відокремити етер, який утворився як побічний продукт. Потім бромід промити водою, розчином натрій гідрогенкарбонату і ще раз водою. Сушити над кальцій хлоридом і перегнати з

дефлегматором з колби Вюрца (рис. 6). Зібрати фракцію бензилброміду, що відганяється при температурі 197-200 °С.

Вихід 68 %.

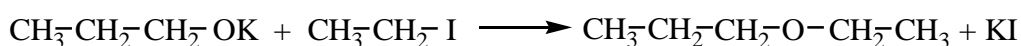
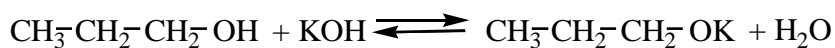
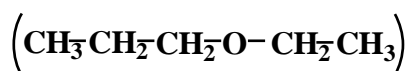
Хлорометилбензен (бензилхлорид)



В ділильну лійку помістити бензиловий спирт масою 108 г, концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,196 \text{ г/см}^3$) об'ємом 176 см³. Суміш збовтати і дати відстоятися на протязі 15-20 хв. Відокремити нижній шар, верхній промити розчином натрій гідрогенкарбонату [$w(\text{NaHCO}_3) = 5 \%$], потім водою до нейтральної реакції. Продукт реакції збовтати з кальцій хлоридом масою 5 г, прозору рідину відфільтрувати в перегінну колбу Вюрца. Перегнати з довгим водяним холодильником (рис. 5), збираючи фракцію, що відганяється при температурі 178-180 °С.

Вихід 70 %.

1-Етоксипропан (етилпропіловий етер)



У тришийковій колбі ємністю 100-150 см³ при нагріванні на водяній бані розчинити тонко розтертий калій гідроксид у *n*-пропиловому спирті об'ємом 21 см³ (**обережно! Захисні окуляри!**). Потім колбу охолодити до кімнатної температури, сполучити з зворотним холодильником, мішалкою та крапельною лійкою (рис. 19) і поступово невеликими порціями при енергійному перемішуванні прилити з крапельної лійки етилідодид об'ємом 18 см³.

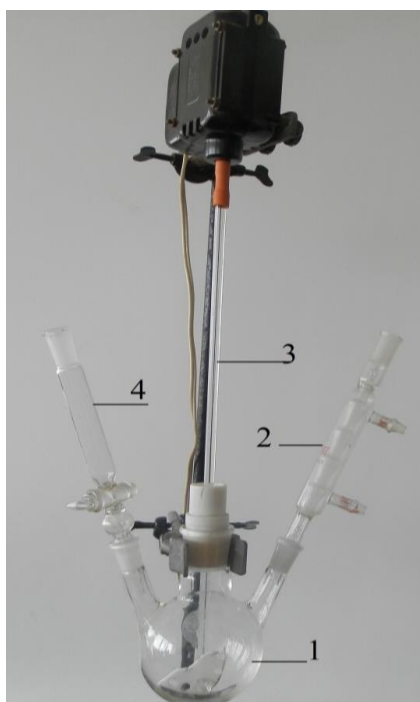


Рис.19. Прилад для одержання етилпропілового етеру:
1 – тришийкова колба; 2 – кульковий холодильник; 3 – механічна мішалка; 4 – крапельна лійка.

Температура реакційної суміші не повинна перевищувати 30-40 °С, так як при більш високій температурі посилюється дегідрогенгалогенування етилйодиду під дією спиртового розчину лугу. Додавання етилйодиду проводити протягом 60 хв. Для завершення реакції після введення етилйодиду суміш перемішувати ще 60 хв., підігріваючи її до температури 30-40 °С на водяній бані. У колбі поступово випадає осад калій йодиду.

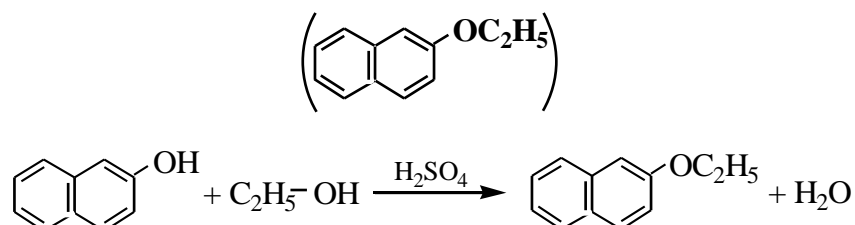
По закінченню реакції прилад розібрати. Два бокових відтвори закрити пробками, а до центрального відтвору приєднати низхідний холодильник за допомогою зігнутої скляної трубки. Нагріваючи колбу на азбестовій сітці, відігнати етилпропіловий етер та пропіловий спирт, що не вступили до реакції.

Потім дистилят перелити у круглодонну колбу ємністю 50 см³, внести шматочок металевого натрію з блискучою поверхнею і обережно кип'ятити на азбестовій сітці, попередньо закрити колбу зворотним холодильником. Кип'ятіння продовжувати до тих пір, поки блискуча поверхня шматочків натрію, які знову додають, не перестане змінюватися. Після цього колбу охолодити до кімнатної температури і, зібравши прилад для перегонки

(рис. 5), відогнати етилпропіловий етер над металевим натрієм. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 60-65 °С.

Вихід 8 г.

2-Етоксинафтален (етиловий етер β -нафтолу, неролін)



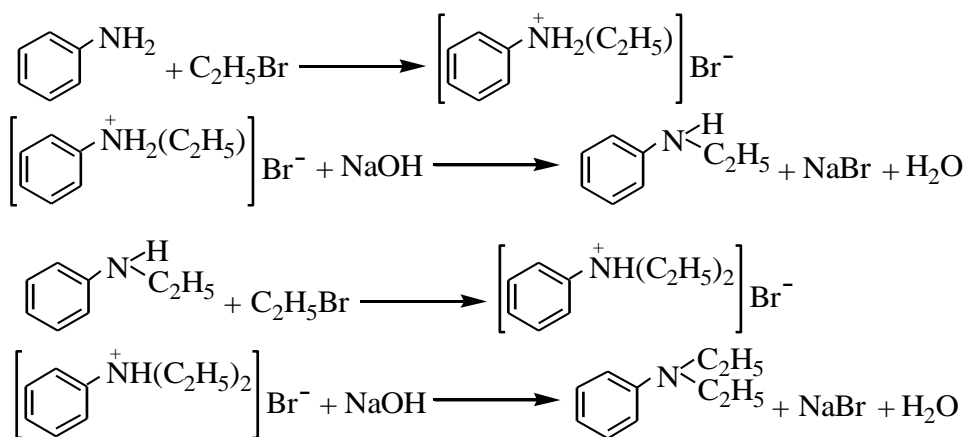
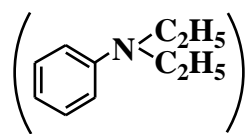
У круглодонну колбу ємністю 100 см³ помістити β -нафтол масою 12,5 г, додати абсолютний етанол об'ємом 14 см³ і перемішати суміш до розчинення більшої частини β -нафтолу. Потім обережно додати концентровану сульфатну кислоту об'ємом 2 см³ (суміш розігрівається). Закрити колбу пробкою з зворотним водяним холодильником і нагрівати на киплячій водяній бані на протязі 3,5 год. при періодичному перемішуванні.

По закінченню нагрівання теплу суміш вилити цівкою (тонким струменем), при перемішуванні, в стакан, що містить розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 5 %] об'ємом 45 см³ нагрітий до температури 50 °С. При обробці розчином лугу з продукту відокремлюється β -нафтол, що не вступив до реакції. Суміш перемішувати доти, поки неролін не затвердіє. Надлишок розчину натрій гідроксиду злити декантацією, а осад ще раз обробити гарячим розчином натрій гідроксиду [w(NaOH) = 5 %]. Після охолодження суміші, осад відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і старанно промити водою поки промивні води стануть прозорими. Очистити неролін перекристалізацією з етанолу. Сушити на повітрі між аркушами фільтрувального паперу.

Вихід 12 г.

Реакції нуклеофільного заміщення алкілгалогенідів

N,N-діетиланілін



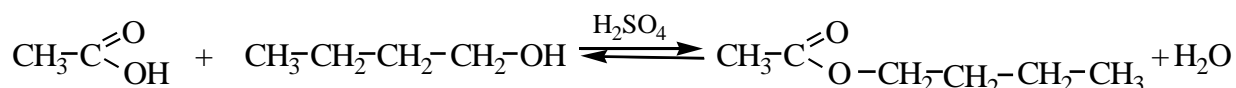
У круглодонній колбі ємністю 100 см³, яка сполучена з зворотним водяним холодильником, кип'ятити на азбестовій сітці свіжоперегнаний анілін об'ємом 9,8 см³ з бромоетаном об'ємом 10,5 см³ поки реакційна маса не затвердіє (біля 2 год.). До охолодженої реакційної маси, що містить етилфеніламоній бромід, невеликими порціями при перемішуванні прилити розчин натрій гідроксиду (натрій гідроксид масою 6,65 г розчинити у воді об'ємом 20 см³) (колбу при цьому охолоджувати у бані з холодною водою). Етиланілін, що виділився, відокремити за допомогою ділильної лійки і знову перенести у реакційну колбу. Додати до нього бромоетан об'ємом 10,5 см³ і кип'ятити до затвердіння реакційної маси. Після охолодження, діетилфеніламоній бромід розчинити у воді. Перелити розчин у стакан і кип'ятити (у витяжній шафі) на протязі декількох хвилин для відокремлення бромоетану, що не вступив до реакції. Потім розчин охолодити і додати до нього невеликими порціями при перемішуванні розчин натрій гідроксиду (натрій гідроксид масою 6,65 г розчинити у воді об'ємом 20 см³). Діетиланілін, що виділився, відокремити за допомогою ділильної лійки, висушити твердим калій гідроксидом, відфільтрувати через невеликий складчастий фільтр в колбу

Вюрца і перегнати (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 214-216 °С.

Вихід 10 г.

Реакції нуклеофільного заміщення сполук типу $R-C\begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{Z} \end{smallmatrix}$

Бутилетаноат (бутилацетат)



У двошийковій колбі ємністю 100 см³, яка сполучена з крапельною лійкою, насадкою Діна-Старка і зворотним холодильником (рис. 20), змішати льодяну оцтову кислоту об'ємом 10 см³, бутиловий спирт об'ємом 16 см³ і концентровану сульфатну кислоту об'ємом 0,5 см³. Реакційну суміш нагріти до кипіння на піщаній бані. Воду, яка утворює з бутанолом азеотропну суміш, відігнати як побічний продукт реакції. Ця суміш попадає в насадку. У насадці відбувається розділення азеотропної суміші на два шари. По мірі збирання, рідину з насадки злити у мірний циліндр (об'єм 10 см³).

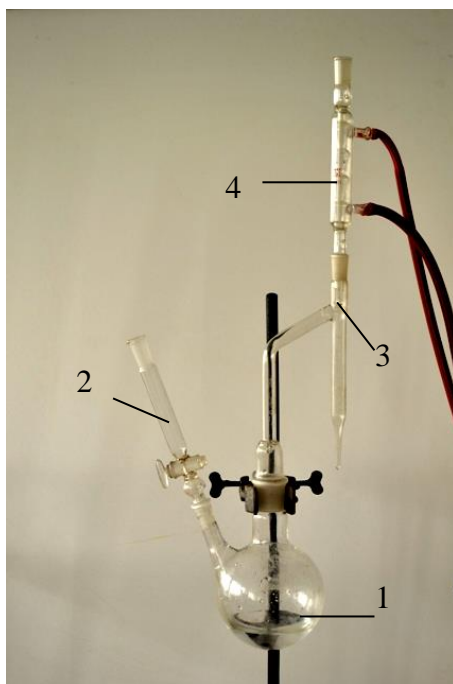


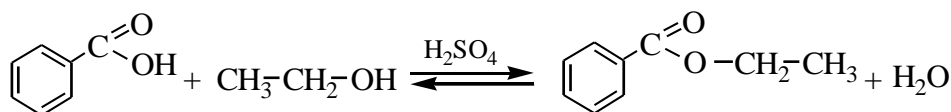
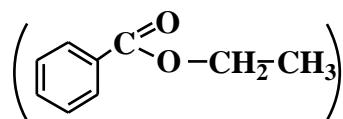
Рис. 20. Прилад для одержання бутилацетату:
1 – двошийкова колба; 2 – крапельна лійка; 3 – насадка Діна-Старка; 4 – зворотний холодильник.

Відокремити верхній шар (бутиловий спирт), помістити у крапельну лійку і повернути по краплях в реакційну колбу. Нагрівання реакційної суміші проводити доти, поки не виділиться вода у кількості, розрахованій за рівнянням реакції (реакція йде приблизно 1 год.). Після охолодження до кімнатної температури, реакційну суміш перелити у ділильну лійку і промити водою, потім розчином натрій гідрокарбонату [$w(\text{NaHCO}_3) = 10\%$] до нейтральної реакції на лакмус і знову водою.

Бутилацетат злити у суху конічну колбу (об'єм 50 см^3), висушити кальцій хлоридом і перегнати з колби Вюрца (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі $123\text{-}126\text{ }^\circ\text{C}$.

Вихід $13,5\text{ г}$.

Етилбензоат



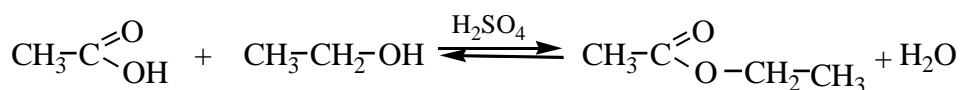
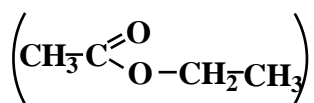
В круглодонну колбу ємністю 100 см^3 помістити бензойну кислоту масою 10 г , етанол об'ємом 33 см^3 і концентровану сульфатну кислоту об'ємом 1 см^3 . Суміш ретельно перемішати, колбу сполучити з зворотним водяним холодильником, до якого приєднана хлоркальцієва трубка, і нагрівати на киплячій водяній бані на протязі 4 год. при періодичному перемішуванні. Потім замінити зворотний холодильник на прямий і відігнати як можна повно етанол, що не вступив до реакції. Залишок охолодити, вилити у холодну воду об'ємом 80 см^3 і нейтралізувати твердим натрій карбонатом, який добавляти невеликими порціями доти, поки реакція середовища не стане слабколужною за лакмусом. Це потрібно для того, щоб перевести вільну бензойну кислоту у натрієву сіль, яка не екстрагується діетиловим етером. Двохфазну суміш перенести у ділильну лійку і екстрагувати етилбензоат діетиловим етером ($3\text{-}4$ рази порціями об'ємом 15 см^3). Етерні витяжки об'єднати і висушити

кальцій хлоридом. Потім перенести розчин у колбу Вюрца (рис. 5) і відігнати діетиловий етер на водяній бані.

Увага: з метою запобігання вибуху, водяну баню нагрівати до температури 70 °С на відстані від приладу. Потім зовнішню поверхню колби Вюрца висушити. Приєднати повітряний холодильник і відігнати етилбензоат. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 210-214 °С.

Вихід 11 г.

Етилетаноат (етилацетат)



У колбу Вюрца ємністю 100 см³ помістити етанол об'ємом 15 см³, а потім, обережно перемішуючи, при зовнішньому охолодженні водою, додати концентровану сульфатну кислоту об'ємом 15 см³. Колбу закрити пробкою, в яку вставлена крапельна лійка. Кінець крапельної лійки має бути занурений у рідину. Колбу сполучити з довгим водяним холодильником Лібіха (рис. 21).

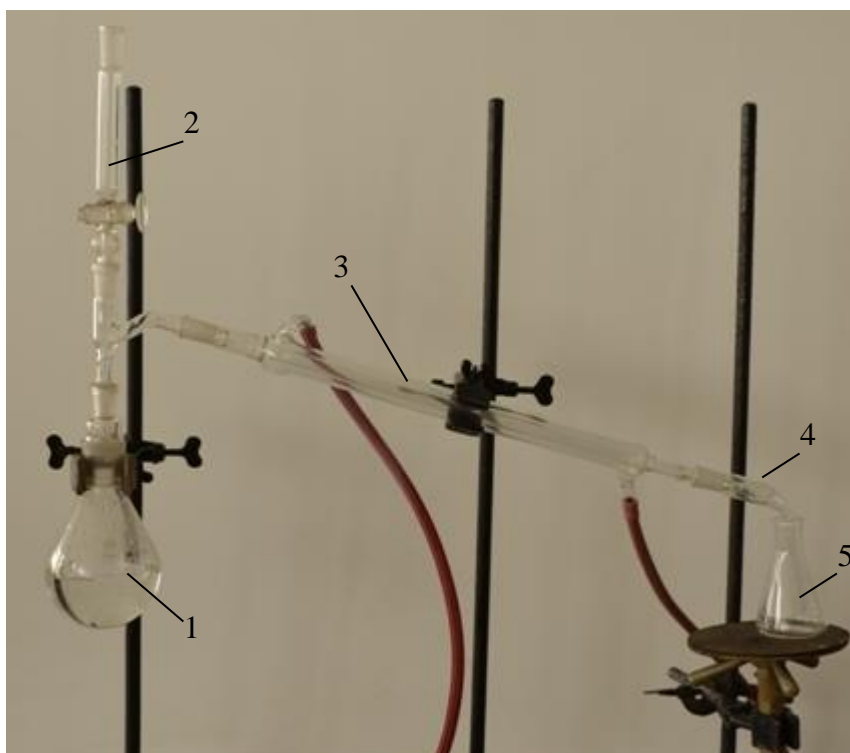


Рис.21. Прилад для одержання етилацетату:

1 – колба Вюрца; 2 – крапельна лійка; 3 – холодильник Лібіха; 4 – алонж; 5 – приймач.

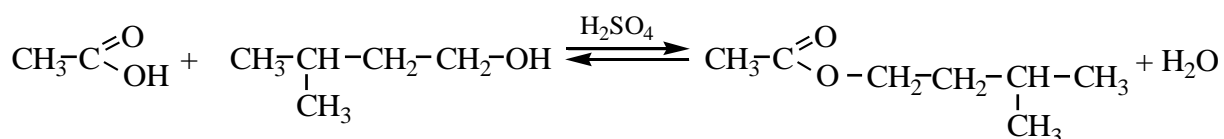
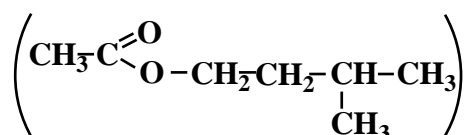
Суміш нагріти на піщаній бані до температури 140 °С (термометр у бані). У нагріту рідину з крапельної лійки повільно додавати суміш етанолу об'ємом 30 см³ і льодяної оцтової кислоти об'ємом 30 см³ з такою швидкістю, щоб кількість суміші, яку додають, приблизно дорівнювала кількості етилацетату, що відганяється у приймач.

Після закінчення реакції дистилят перелити у ділильну лійку і додати **(Обережно! Рідина піниться!)** однаковий об'єм насиченого розчину натрій карбонату. Суміш енергійно збовтати і після відстоювання, визначити реакцію верхнього естерного шару синім лакмусовим папірцем. Якщо папірець стає червоним, то додати розчин натрій карбонату, збовтування повторити до повної нейтралізації. Шар естеру відокремити і збовтати з розчином кальцій хлориду об'ємом 15 см³. Це потрібно для видалення із добутого етилацетату домішки етанолу.

Естер відокремити і висушити безводним натрій гідрогенсульфатом (приблизно масою 10 г). Сухий етилацетат перегнати на водяній бані з невеличкої колби Вюрца, сполученої з довгим водяним холодильником (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 77-78 °С.

Вихід 30 г (70 %).

Ізопентилетаноат (ізоамілацетат)



У двошійковій колбі ємністю 100 см³, яка сполучена з крапельною лійкою, насадкою Діна-Старка і зворотним холодильником (рис. 20), змішати льодяну оцтову кислоту об'ємом 10 см³, ізоаміловий спирт об'ємом 18,5 см³ і концентровану сульфатну кислоту об'ємом 1 см³. Реакційну суміш нагріти до

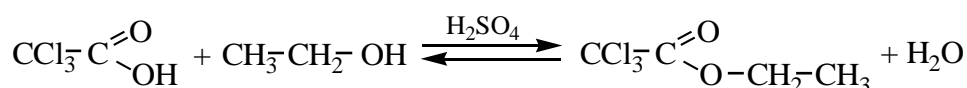
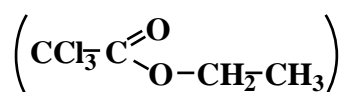
кипіння на піщаній бані. Вода, що виділяється, утворює азеотропну суміш і попадає в насадку. У насадці відбувається розділення азеотропної суміші на два шари. По мірі збирання, рідину з насадки злити у мірний циліндр (об'єм 10 см³). Відокремити верхній шар (ізоаміловий спирт), помістити у крапельну лійку і повернути по краплях в реакційну колбу. Нагрівання реакційної суміші проводити доти, поки не виділиться вода у кількості розрахованій за рівнянням реакції (реакція йде приблизно 1 год.).

Після охолодження до кімнатної температури реакційну суміш перелити у ділильну лійку і промити водою, потім розчином натрій гідрогенкарбонату [$w(\text{NaHCO}_3) = 10\%$] до нейтральної реакції і знову водою.

Ізоамілацетат злити у суху конічну колбу (об'єм 50 см³), висушити кальцій хлоридом і перегнати з колби Вюрца (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 138-142 °С.

Вихід 15 г.

Етилтрихлороетаноат (етилтрихлороцетат)

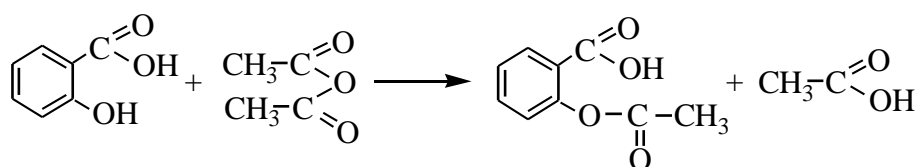
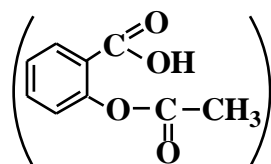


У круглодонну колбу ємністю 100 см³ помістити при перемішуванні трихлорооцтову кислоту масою 13,5 г та абсолютний етиловий спирт об'ємом 35 см³. Колбу закрити зворотним водяним холодильником і нагрівати на киплячій водяній бані 4-4,5 год. Потім колбу охолодити до кімнатній температури, додати воду об'ємом 40 см³ та витягти естер, що утворився, діетиловим етером у ділильній лійці (3 рази порціями об'ємом 15 см³). Етерні витяжки об'єднати та промити у ділильній лійці розчином натрій карбонату [$w(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 10\%$] до нейтральної реакції і водою. Сушити безводним натрій сульфатом (або магній сульфатом) і перелити у колбу Вюрца (рис. 5), з якої

спочатку відогнати розчинник (діетиловий етер), а потім етиловий естер трихлорооцтової кислоти. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 165-166 °С.

Вихід 12 г.

2-Етаноатбензоатна кислота (ацетилсаліцилова кислота, аспірин)

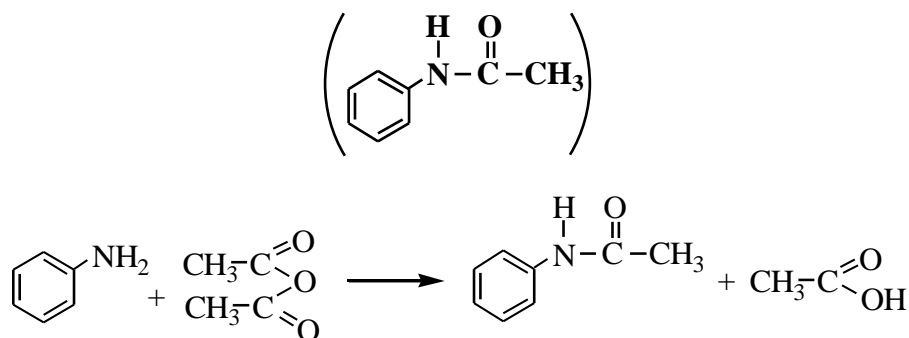


У круглодонній колбі ємністю 50 см³ змішати саліцилову кислоту масою 6,5 г, свіжоперегнаний оцтовий ангідрид об'ємом 6 см³ (**обережно**) і концентровану сульфатну кислоту об'ємом 5 крапель. Колбу з'єднати з зворотним водяним холодильником і нагрівати протягом 1 год. при температурі бані 60 °С, потім підвищити температуру до 90-95°С. При цій температурі витримати колбу ще 1 год. Під час нагрівання реакційну суміш постійно перемішувати струшуванням колби.

По закінченню реакції суміш при перемішуванні охолодити до кімнатної температури і вилити в стакан з льодяною водою об'ємом 10 см³, знову добре перемішати. Продукт реакції відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і промити льодяною водою. Очистити ацетилсаліцилову кислоту перекристалізацією з бензену або хлороформу.

Вихід 7,5 г.

N-фенілетанамід (ацетанілід)



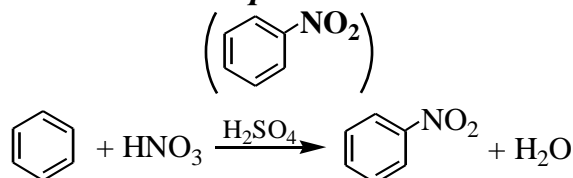
У хімічний стакан ємністю 100 см³ налити воду об'ємом 500 см³ і концентровану хлоридну кислоту ($\rho = 1,19$ г/см³) об'ємом 17 см³, інтенсивно перемішуючи (краще механічною мішалкою), до розчину додати свіжоперегнаний анілін об'ємом 8,2 см³. Суміш нагріти до температури 50 °С, прилити оцтовий ангідрид об'ємом 24 см³ і перемішувати до повного розчинення. Після цього негайно прилити розчин натрій ацетату (натрій ацетат масою 30,3 г розчинити у воді об'ємом 100 см³), добре перемішати і охолодити льодом. Кристали, що виділяються в значній кількості, відфільтрувати на лійці Бюхнера (рис. 4), промити невеликою кількістю льодяної води і добре відсмоктати. Продукт сушити на повітрі. Ацетанілід виходить чистий; в разі потреби перекристалізувати з води.

Вихід 20-22 г (78-82 %).

Реакції електрофільного заміщення ароматичних сполук

Реакції нітрування

Нітробензен



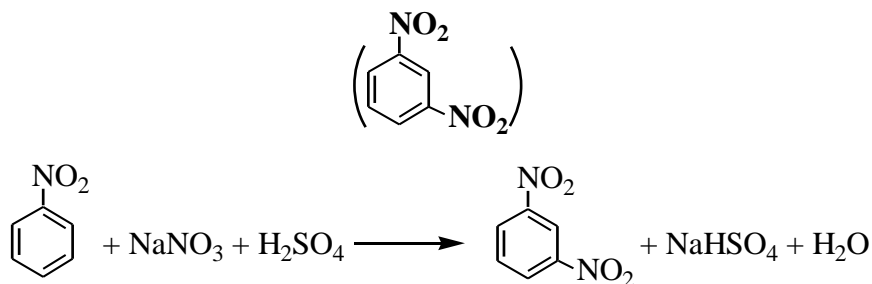
(Реакцію проводити у витяжній шафі!)

У круглодонну колбу ємністю 200 см³ помістити концентровану нітратну кислоту ($\rho = 1,367$ г/см³) об'ємом 40 см³ і до неї обережно додати, при збовтуванні і охолодженні водою концентровану сульфатну кислоту

($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) об'ємом 50 см^3 . Після охолодження суміші до кімнатної температури до неї додати невеликими порціями (об'єм $2\text{-}3 \text{ см}^3$) бензен об'ємом 36 см^3 , кожного разу добре збовтуючи суміш. Стежити за тим, щоб температура суміші була не вище $50\text{-}60 \text{ }^\circ\text{C}$, в разі потреби колбу охолодити, зануривши в баню з холодною водою. Додавання кожної порції бензену викликає появу бурого забарвлення реакційної суміші. Швидкість додавання порцій бензену має бути такою, щоб з колби не виділялася бура пара оксидів нітрогену. Після додавання всього об'єму бензену, закрити колбу пробкою з зворотним повітряним холодильником і на 45 хв. помістити у водяну баню, нагрівати до $60 \text{ }^\circ\text{C}$ (**не вище!**). Щоб прискорити реакцію, суміш добре збовтувати, для чого колбу періодично знімати з водяної бані. У разі появи бурої пари колбу перенести у баню з холодною водою і трохи охолодити, після чого продовжити нагрівання. Після закінчення реакції суміш вилити у конічну колбу, в яку попередньо налити холодну воду об'ємом 500 см^3 . Після охолодження, користуючись ділильною лійкою, відокремити нижній шар нітробензену, промити його невеликою кількістю розчину лугу [$w(\text{NaOH}) = 3 \%$] і потім кілька разів водою. Промитий нітробензен ретельно відокремити від води, злити у суху невеличку колбу і висушити безводним кальцій хлоридом. Процес висушування можна прискорити нагріванням на водяній бані з зворотним повітряним холодильником, поки рідина не стане прозорою. Висушений нітробензен відфільтрувати крізь складчастий фільтр в суху колбу Вюрца ємністю 100 см^3 . Змонтувати прилад для перегонки (рис. 5, термометр до $300 \text{ }^\circ\text{C}$) і провести перегонку, нагріваючи колбу газовим пальником на азбестовій сітці. Спочатку відганяється невелика кількість бензену, який не прореагував, а потім – нітробензен. Зібрати фракцію, що відганяється при температурі $207\text{-}211 \text{ }^\circ\text{C}$. У перегонній колбі обов'язково повинна залишитись невеличка кількість рідини. Цим запобігають небезпечному (часто з вибухом) розкладу побічного продукту реакції – динітробензену.

Вихід 40 г (81%).

1,3-Динітробензен (*м*-динітробензен)



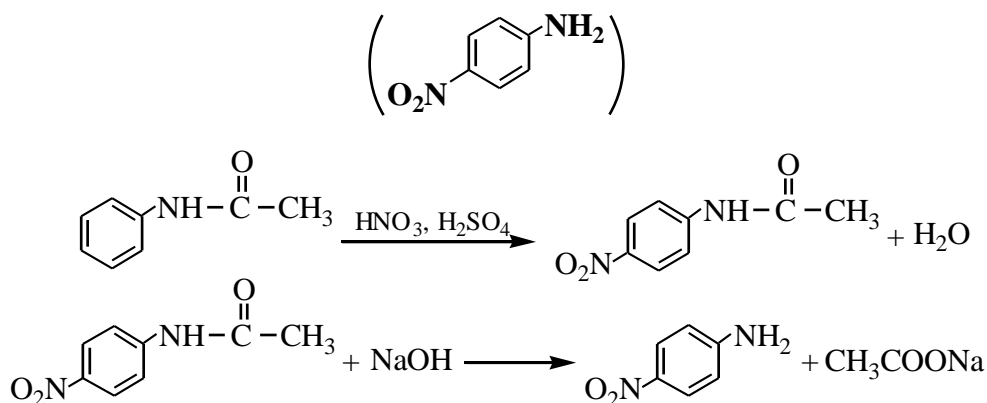
(Роботу проводити у витяжній шафі!)

У круглодонній колбі ємністю 100 см³ змішати нітробензен об'ємом 8,3 см³ та концентровану сульфатну кислоту ($\rho = 1,84$ г/см³) об'ємом 25 см³. Занурити термометр у реакційну суміш і нагріти до температури 80-90 °С. Невеликими порціями додати тонко розтертий натрій нітрат(V) масою 12,5 г, слідкуючи за тим, щоб температура не підвищувалась вище 130 °С. Натрій нітрат(V) розчиняється, сульфатна кислота стає каламутною.

м-Динітробензен, що утворюється, спливає у вигляді маслянистого шару. Нагрівання продовжувати 30 хв. до повного розчинення осаду. Потім вміст колби охолодити до температури 70 °С і при енергійному перемішуванні вилити у стакан, що містить товчений лід масою 120 г. *м*-Динітробензен виділяється у вигляді жовтої аморфної маси. Водно-кислотний шар декантацією злити з осаду. До осаду додати воду об'ємом 50 см³ і нагріти до кипіння при перемішуванні скляною паличкою. *м*-Динітробензен при цьому плавиться. Воду злити декантацією, прилити до *м*-динітробензену ще воду об'ємом 50 см³ і додати натрій карбонат до різко лужної реакції. Розчин охолодити, злити воду крізь фільтр, а *м*-динітробензен, що залишився на дні стакану (у вигляді твердого коржіку) ще два рази плавити у гарячій воді (об'єм води 50 см³). Охолоджений водний шар злити крізь той же фільтр. Кристали на фільтрі промити холодною водою, віджати у фільтрувальному папері і приєднати до основної маси *м*-динітробензену, який вийняти зі стакану і також віджати у фільтрувальному папері. Очистити *м*-динітробензен перекристалізацією з етанолу.

Вихід 11 г.

4-Нітроанілін (*n*-нітроанілін)



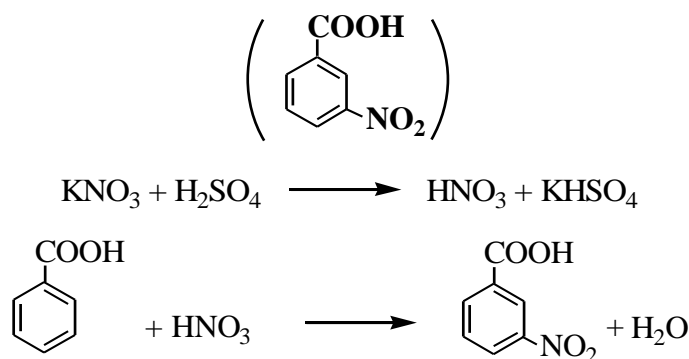
(Роботу проводити у витяжному шафі!)

У стакан помістити концентровану сульфатну кислоту об'ємом 30 см³ і потім додати тонко подрібнений ацетанлід масою 13,5 г. Суміш перемішувати до одержання прозорого розчину. Температура при цьому не повинна підвищуватися вище 25 °С (при більш високій температурі може відбуватися гідроліз ацетанліду). Розчин ацетанліду у сульфатній кислоті охолодити сумішню льоду з сіллю. Поступово при перемішуванні прилити нітрувальну суміш, яка складається з концентрованої нітратної кислоти об'ємом 8 см³ та концентрованої сульфатної кислоти об'ємом 5 см³. Температура під час нітрування не повинна перевищувати 2-3 °С (при більш високій температурі утворюються значні кількості *o*-нітроацетанліду). Після введення всієї нітрувальної суміші перемішування продовжувати ще 30 хв. і потім залишити реакційну суміш на ніч у холодильнику. На другий день розчин вилити у суміш води об'ємом 35 см³ та подрібненого льоду масою 35 г, при цьому випадає осад *n*-нітроацетанліду. Через 30 хв. осад відфільтрувати на лійці Бюхнера (рис. 4). Промити на фільтрі холодною водою, перенести у стакан з водою об'ємом 50 см³. Додати натрій карбонат до лужної реакції по лакмусу, нагріти до кипіння. *o*-Нітроацетанлід при цьому гідролізується, а *n*-нітроацетанлід залишається без змін. Розчин охолодити до температури 50 °С, відсмоктати осад *n*-нітроацетанліду (рис. 4), що випав, промити на фільтрі холодною водою і перенести у круглодонну колбу ємністю 100 см³.

До *n*-нітроацетаніліду додати воду об'ємом 20 см³ та розчин натрій гідроксиду [*w*(NaOH) = 35 %] об'ємом 12 см³. Колбу закрити пробкою з зворотним холодильником. Реакційну суміш кип'ятити до повного гідролізу *n*-нітроацетаніліду (2-3 год.). Закінчення реакції визначають наступною пробою: краплю реакційної суміші внести у пробірку з розведеною хлоридною кислотою. Якщо вона повністю розчиняється – реакція закінчилася. Під час гідролізу реакція середовища повинна бути лужною. Після закінчення реакції суміш охолодити. Відсмоктати *n*-нітроанілін на лійці Бюхнера (рис. 4), промити його на фільтрі холодною водою та висушити на повітрі.

Вихід 11 г.

3-Нітробензоатна кислота (*m*-нітробензойна кислота)



(Роботу проводити у витяжному шафі!)

У хімічному стакані ємністю 250 см³ нагріти газовим пальником на азбестовій сітці концентровану сульфатну кислоту об'ємом 16 см³ до температури 70 °С (термометр у кислоті). Припинивши нагрівання, у стакан внести при перемішуванні (можна механічною мішалкою) невеликими порціями порошкоподібну суміш бензойної кислоти масою 6,1 г і натрій нітрату(V) масою 12,5 г з такою швидкістю, щоб температура реакційної суміші не піднімалася вище 80 °С. Потім нагріти реакційну суміш до температури 90 °С. Підтримувати цю температуру до тих пір, поки *m*-нітробензойна кислота не виділиться на поверхні суміші у вигляді маслоподібного шару. При охолодженні цей шар твердіє. Його відокремити шпателем від нижнього, також твердого шару, який складається з калій гідрогенсульфату та сульфатної

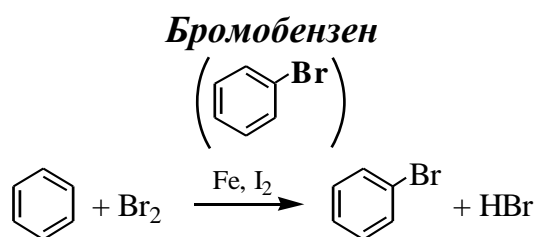
кислоти. Промити спочатку холодною водою, потім 2 рази киплячою водою. Водний шар після промивання злити декантацією.

Сиру *m*-нітробензойну кислоту перенести у круглодонну колбу і відігнати з водяною парою (рис. 7) бензойну кислоту, що не вступила до реакції. Потім *m*-нітробензойну кислоту перевести у сіль барію, яка мало розчинна у холодній воді. Для цього у колбу з *m*-нітробензойною кислотою налити киплячу воду об'ємом 200 см³ та гарячий, насичений, профільтований розчин барій гідроксиду масою 17 г (реакція середовища повинна бути слабколужною). Суміш перемішати, додати ще гарячої води об'ємом 250 см³ і кип'ятити до повного розчинення осаду.

Гарячий розчин відфільтрувати через складчастий фільтр на лійці для гарячого фільтрування. При остиганні фільтрату виділяються кристали барій *m*-нітробензоату, які мають голчасту форму. Їх відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і перенести у конічну колбу (ємністю 250 см³). Для виділення вільної *m*-нітробензойної кислоти барій *m*-нітробензоат кип'ятити з розчином хлоридної кислоти [$w(\text{HCl}) = 10\%$] (кислоту додають до кислої реакції по конго червоному). Після охолодження у льодяній воді *m*-нітробензойну кислоту відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) та промити на фільтрі холодною водою. Очистити її перекристалізацією з води.

Вихід 4,5 г.

Реакції галогенування (в ядро)



(Роботу проводити у витяжній шафі.

Додержуватися правил роботи з бромом!)

Бром роз'їдає гумові пробки, тому їх слід змазати вазеліном. Шліфи необхідно змазати фосфатною кислотою. Вихід бромобензену залежить від герметичності приладу.

У двошійкову круглодонну колбу ємністю 200 см³ (рис. 22) помістити залізні ошурки або дрібні стружки (попередньо добре знежирені бенzenом) масою 1 г і прилити бензен (попередньо висушений над кальцій хлоридом) об'ємом 20 см³. Колбу сполучити з крапельною лійкою і зворотним водяним холодильником, до верхнього кінця якого приєднати уловлювач для поглинання гідроген броміду. (Уловлювач являє собою вигнуту скляну трубку, яка сполучена з перекинутою скляною лійкою, причому лійка повинна знаходитися на відстані 1-2 см від поверхні води у стакані).

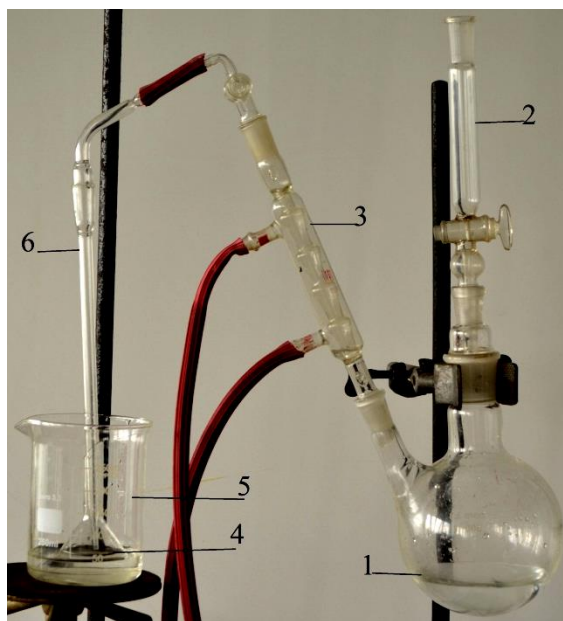


Рис. 22. Прилад для одержання бромобензену:

1 – двошійкова колба; 2 – крапельна лійка; 3 – зворотний холодильник; 4 – скляна лійка;
5 – хімічний стакан; 6 – вигнута скляна трубка.

З крапельної лійки, в яку налито бром об'ємом 10 см^3 , спочатку прилити в реакційну колбу бром об'ємом $0,5 \text{ см}^3$ і чекати, поки почнеться реакція, про що свідчить поява дрібних бульбашок газу (гідроген бромід) на поверхні рідини. У випадку затримання початку реакції можна трошки підігріти колбу на теплій водяній бані. Коли починає виділятися гідроген бромід, додати повільно краплинами решту бром, стежачи за тим, щоб реакція проходила не дуже бурхливо. Швидке додавання бром приводить до підвищення температури, що сприяє побічній реакції утворення дибромобензену. Якщо ж реакція при додаванні бром буде відбуватися дуже бурхливо – зменшити швидкість додавання бром, а під реакційну колбу підвести баню з холодною водою. Після додавання всієї кількості бром реакційну суміш нагрівати на протязі 30 хв. спочатку на теплій водяній бані (температура бані $25 \text{ }^\circ\text{C}$). Потім поступово підвищити температуру бані до $60\text{-}70 \text{ }^\circ\text{C}$. Нагрівання закінчити після того, як над рідиною у колбі виникнуть бурі пари бром.

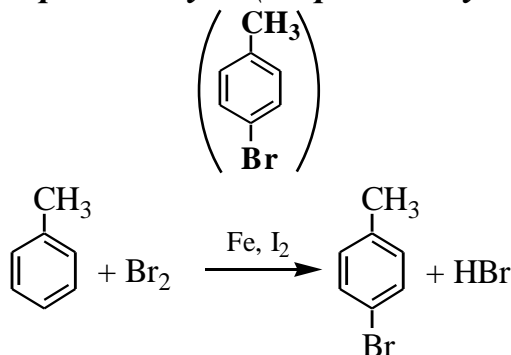
Далі в реакційну колбу долити воду об'ємом 20 см^3 , збовтати і обережно перенести у ділильну лійку, стежачи за тим, щоб не попали залишки залізних ошурок. Після енергійного збовтування відокремити нижній шар (продукт синтезу) від верхнього – водяного. Добутий продукт промити у ділильній лійці розведеним розчином натрій гідроксиду [$w(\text{NaOH}) = 10 \%$] і ще раз водою (порції об'ємом 20 см^3). Одержану суміш перегнати з водяною парою (рис. 7). Як тільки в холодильнику з'являться кристали *n*-дибромобензену, замінити приймач і відігнати дибромобензен.

Бромобензен відокремити від верхнього шару води за допомогою ділильної лійки, злити в суху маленьку колбочку, сушити безводним кальцій хлоридом (рідина повинна стати зовсім прозорою) і перегнати з колби Вюрца (рис. 5) (об'єм 50 см^3), що сполучена з повітряним холодильником. До температури $140 \text{ }^\circ\text{C}$ відганяється бензен, що не прореагував, з домішками бромобензену, починаючи з температури $140 \text{ }^\circ\text{C}$ до температури $170 \text{ }^\circ\text{C}$ відганяється основна маса бромобензену. Основну фракцію з температурою кипіння $140\text{-}170 \text{ }^\circ\text{C}$ піддати повторній перегонці, користуючись тим же

приладом. Основна маса продукту, майже чистий бромобензен, відганяється при температурі 152-158 °С.

Вихід 14 г.

4-Бромотолуен (п-бромотолуен)



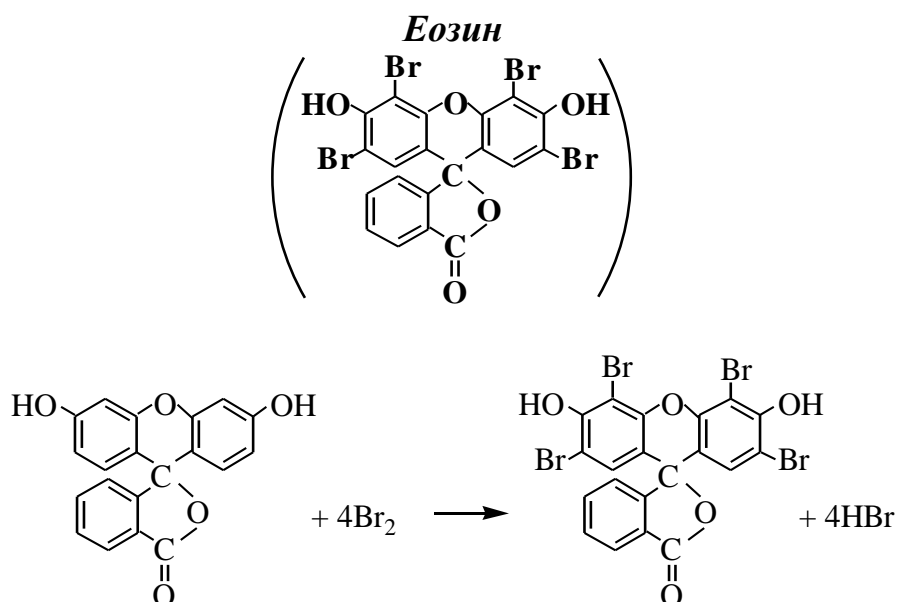
(Роботу проводити у витяжній шафі!)

У старанно висушену двошійкову колбу ємністю 100 см³, що сполучена з зворотним холодильником і крапельною лійкою, внести кристалик йоду, залізні ошурки (попередньо добре знежирені бенzenом) масою 0,2 г, толуен об'ємом 10 см³ і по краплях бром об'ємом 5 см³. Реакція починається через декілька хвилин, її протікання необхідно регулювати зануренням колби у гарячу або холодну воду. Гідроген бромід відводити з холодильника крізь трубку, яка сполучена з перекинутою скляною лійкою. Лійка повинна знаходитися на відстані 1-2 см від поверхні води у стакані (рис. 22).

Після закінчення реакції суміш переганяти з водяною парою до тих пір, поки не перестане збиратися на дні приймача важка масляниста рідина, її відокремити за допомогою ділильної лійки і сушити, нагріваючи на водяній бані з безводним кальцій хлоридом. Продукт охолодити до кімнатної температури, відокремити від твердого кристалогідрату кальцій хлориду і перегнати, збираючи фракцію, що переганяється близько температури 180 °С.

Одержану рідину охолодити сумішшю льоду з сіллю. Для прискорення кристалізації трошки потерти стінки колби скляною паличкою. Кристали п-бромотолуену, що випали, відфільтрувати від маслянистих частинок на лійці Бюхнера (рис. 4).

Вихід 5-6 г (33-40 %).



(Роботу проводит у витяжній шафі!)

У конічну колбу ємністю 50 см³ внести флуоресцеїн масою 1,65 г, етанол об'ємом 5 см³ і при струшуванні, на протязі 20 хвилин, прилити по краплях з крапельної лійки бром об'ємом 1,2 см³ (рис. 23).

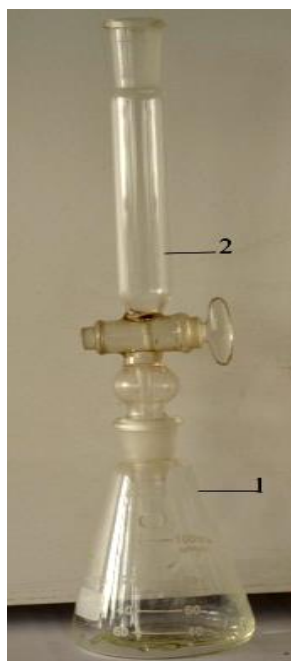


Рис. 23. Прилад для одержання еозину:
1 – конічна колба; 2 – крапельна лійка.

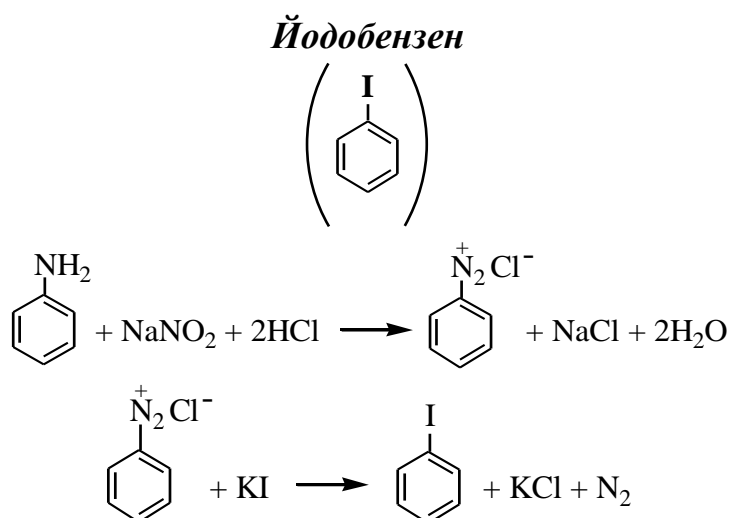
Після додавання броду приблизно об'ємом 0,6 см³ флуоресцеїн розчиняється з утворенням добре розчинного в етанолі дибромфлуоресцеїну. При додаванні усієї кількості броду з розчину поступово випадає тетрабромфлуоресцеїн – еозин. Вміст колби залишити на 2 год. Потім осад

відфільтрувати, промити на фільтрі три рази невеликими порціями етанолу і сушити на повітрі між аркушами фільтрувального паперу. При цьому одержують еозин, який містить кристалізаційний спирт. Спирт випаровується при висушуванні у сушильній шафі при температурі 110 °С.

Вихід 2 г.

Діазо- і азосполуки

Реакції діазосполук з виділенням азоту



В хімічний стакан, що містить розчин хлоридної кислоти (концентровану хлоридну кислоту об'ємом 50 см³ розчинити у воді об'ємом 50 см³), додати свіжоперегнаний анілін масою 18,6 г і добре перемішати. Після охолодження розчину до температури 2-3 °С, при безперервному перемішуванні з крапельної лійки, кінець якої занурений в рідину, додати невеликими порціями охолоджений розчин натрій нітрату(III) (натрій нітрат(III) масою 16 г розчинити у воді об'ємом 40 см³). При діазотуванні весь час стежити за тим, щоб температура реакційного середовища не підіймалась вище +5 °С. В разі потреби посилювати зовнішнє охолодження або додати у стакан невеликі шматочки льоду, завершення діазотування визначити йодкрахмальним папірцем. Для цього після додавання останньої порції розчину натрій нітрату(III), розчин продовжувати перемішувати 3-4 хв. і скляною паличкою нанести краплину суміші на йодкрахмальний папір. Якщо через 2-3 хв. папір

посиніє, що свідчить про наявність вільної нітратної(III) кислоти – діазотування вважати закінченим.

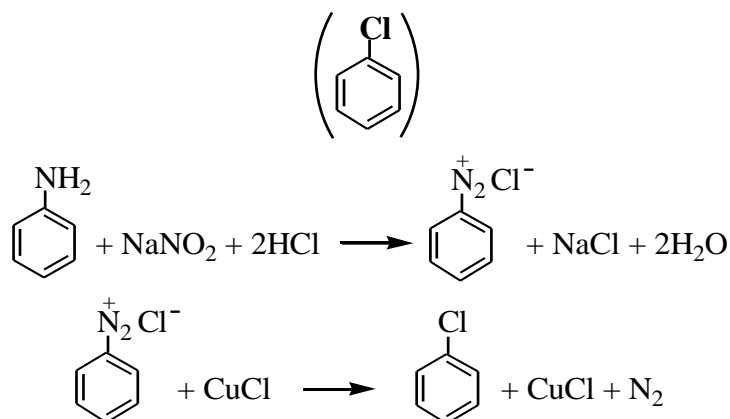
Одержаний розчин фенілдіазонійхлориду перелити у круглодонну колбу ємністю 1 дм³, додати розчин калій йодиду (розчинити калій йодид масою 40 г у воді об'ємом 25 см³), перемішати і залишити стояти на 2-3 год., охолоджуючи ззовні водою. Колбу закрити пробкою з зворотним повітряним холодильником і нагрівати на киплячій водяній бані доти, поки перестане виділятися азот.

Щоб зв'язати побічний продукт реакції – фенол, до добутої суміші додати надлишок концентрованого луку (проба на лакмус). Фенол перетворюється на натрій фенолят, завдяки чому йодобензен можна відігнати з водяною парою (рис. 7). Перегонку закінчити тоді, коли в приймач перестануть стікати маслянисті краплі йодобензену. Дистилят перелити у ділильну лійку і відокремити нижній шар йодобензену у невеличку колбу. Розчинність йодобензену у воді практично дуже мала, тому екстрагувати водний шар етером не потрібно.

Добутий йодобензен висушити невеликою кількістю безводного кальцій хлориду або магній сульфату, фільтрувати і перегнати з колби Вюрца (об'єм 50 см³), яку сполучити з повітряним холодильником (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 185-190 °С.

Вихід 30 г (73 %).

Хлоробензен



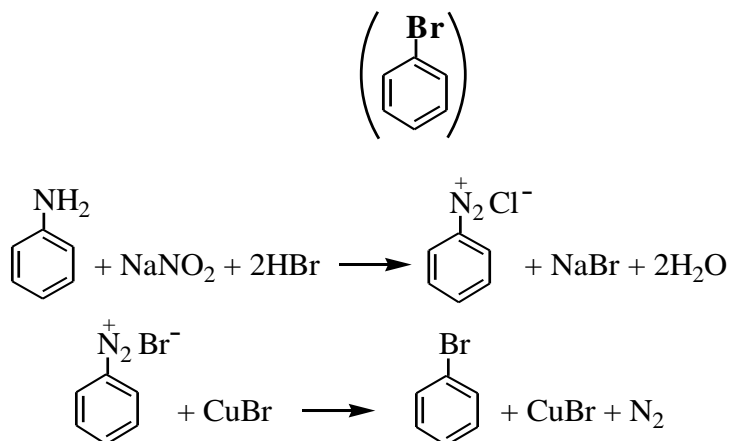
У стакані ємністю 300 см³ приготувати розчин концентрованої хлоридної кислоти (розчинити концентровану хлоридну кислоту об'ємом 25 см³ у воді об'ємом 25 см³), в якому потім розчинити свіжоперегнаний анілін масою 9,3 г (об'ємом 9,1 см³). Суміш охолодити у бані з льодяною водою. Поступово, при перемішуванні, додати з крапельної лійки охолоджений розчин натрій нітрату(III) (розчинити натрій нітрат(III) масою 7,5 г у воді об'ємом 10 см³). Температура реакційної суміші не повинна перевищувати 5 °С. Завершення діазотування визначити йодкрохмальним папірцем (див. синтез йодобензену).

В круглодонну колбу ємністю 500 см³ помістити розчин купрум(I) хлориду в концентрованій хлоридній кислоті об'ємом 50 см³ (приготування див. синтез купрум(I) хлориду) і охолодити в бані з льодом. При цьому утворюється суспензія купрум(I) хлориду, до якої при перемішуванні обережно прилити одержаний розчин солі діазонію. Реакційну суміш витримати на протязі 1 год. при періодичному перемішуванні. Потім колбу сполучити з зворотним холодильником і нагрівати на слабокиплячій бані доти, поки перестане виділятися азот. Хлоробензен, що утворився, перегнати з водяною парою (рис. 7) до відсутності у дистиляті маслянистих крапель. Після чого дистилят охолодити до кімнатної температури і перенести у ділильну лійку. Хлоробензен відокремити (нижній шар) і промити послідовно розведеним розчином натрій гідроксиду і водою. Сушити кальцій хлоридом і перегнати з

колби Вюрца (об'ємом 50 см³) (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 127-131 °С.

Вихід 5,5 г.

Бромобензен



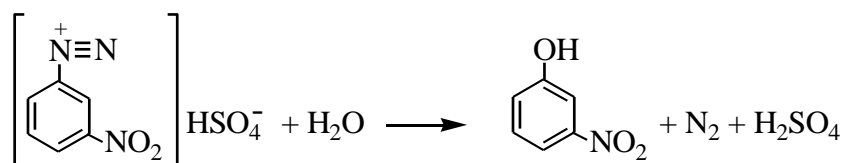
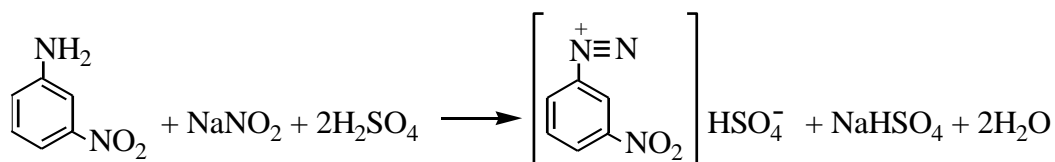
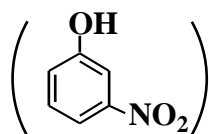
У стакані ємністю 300 см³ приготувати розчин бромідної кислоти (розчин бромідної кислоти [w(HBr) = 48 %] об'ємом 33 см³ розчинити у воді об'ємом 33 см³), в якому потім розчинити свіжоперегнаний анілін масою 9,3 г (об'єм 9,1 см³). Суміш охолодити в бані з льодяною водою. Поступово при перемішуванні додати з крапельної лійки охолоджений розчин натрій нітрату(III) (розчинити натрій нітрат(III) масою 7,5 г у воді об'ємом 10 см³). Температура реакційної суміші не повинна перевищувати 5 °С. Кінець діазотування визначити йодокрохмальним папірцем (див. синтез йодобензену).

В круглодонну колбу ємністю 500 см³ помістити розчин купрум(I) броміду в розчині бромідної кислоти [w(HBr) = 48 %] об'ємом 50 см³ (приготування див. синтез купрум(I) броміду) і охолодити в бані з льодом. При цьому утворюється суспензія купрум(I) броміду, до якої при перемішуванні обережно прилити одержаний розчин солі діазонію. Реакційну суміш витримати на протязі 1 год. при періодичному перемішуванні. Потім колбу сполучити з зворотним холодильником і нагрівати на слабо киплячій водяній бані доти, поки не перестане виділятися азот. Бромобензен, що утворився, перегнати з водяною парою (рис. 7) до відсутності у дистилаті маслянистих

крапель. Після чого дистилат охолодити до кімнатної температури і перенести у ділильну лійку. Бромобензен відокремити (нижній шар) і промити послідовно розведеним розчином натрій гідроксиду і водою. Сушити кальцій хлоридом і перегнати з невеликої колби Вюрца (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 152-158 °С.

Вихід 50 %.

2-Нітрофенол (*м*-нітрофенол)



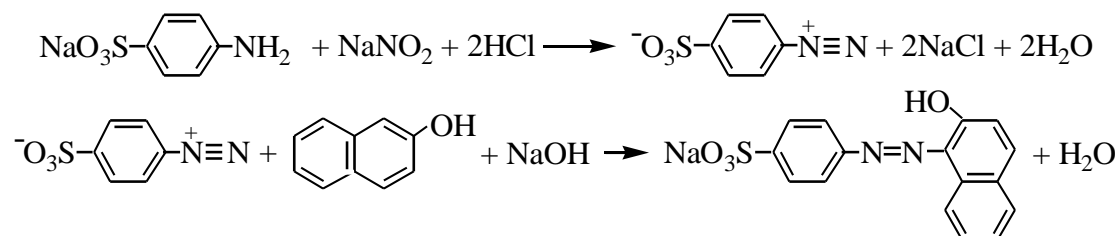
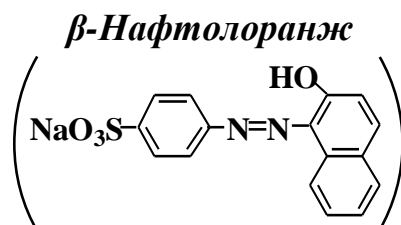
У стакан ємністю 300 см³ помістити тонко подрібнений *м*-нітроанілін і при енергійному перемішуванні додати попередньо охолоджений розчин концентрованої сульфатної кислоти об'ємом 8 см³ у воді об'ємом 20 см³. У одержану масу внести мілко подрібнений лід масою 20 г. Після цього через крапельну лійку, трубка якої занурена до дна стакана, додати охолоджений розчин натрій нітрату(III) масою 2,5 г у воді об'ємом 10 см³.

При діазотуванні температура суміші не повинна перевищувати 5 °С. Закінчення реакції встановлюють за йодокрохмальним папірцем (див. синтез йодобензену). Одержаний розчин солі *м*-нітрофенілдіазонію витримати при кімнатній температурі 15 хв. У круглодонну колбу ємністю 300 см³ помістити воду об'ємом 20 см³. Додати концентровану сульфатну кислоту об'ємом 25 см³. Одержаний розчин довести до кипіння і додати до нього розчин *м*-нітрофенілдіазоній гідрогенсульфату. По закінченню додавання арилдіазонію рідину кип'ятити ще декілька хвилин. Після цього охолодити у бані з льодяною водою.

m-Нітрофенол, що випав, відфільтрувати та перекристалізувати з гарячого розчину хлоридної кислоти (1 : 1).

Вихід 3 г.

Реакції діазосполук без виділення азоту



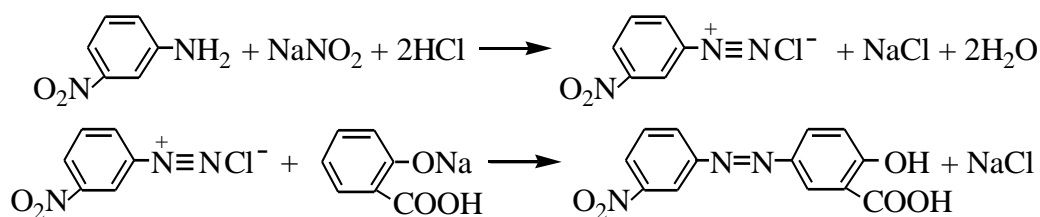
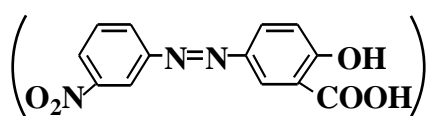
В хімічному стакані ємністю 100 см³ розчинити сульфанілову кислоту масою 2,5 г в розчині натрій гідроксиду [C(NaOH) = 2 моль/дм³] об'ємом 6,5 см³. До розчину додати розчин натрій нітрату(III) (розчинити натрій нітрат(III) масою 1 г у воді об'ємом 15 см³) і добре перемішати. Виготовлену суміш охолодити до температури -5 °С і прилити до охолодженого льодом розчину хлоридної кислоти [C(HCl) = 4 моль/дм³] об'ємом 12,5 см³. При цьому утворюється *n*-сульфофенілдіазоній хлорид.

В іншому стакані ємністю 300 см³ приготувати розчин *β*-нафтолу (розчинити *β*-нафтол масою 2 г у розчині натрій гідроксиду [C(NaOH) = 2 моль/дм³] об'ємом 25 см³), до якого при кімнатній температурі досить швидко, добре перемішуючи, додати з першого стакану суспензію *n*-сульфофенілдіазоній хлориду, але при цьому стежити за тим, щоб температура реакційного середовища не підвищилась вище 15 °С. В разі потреби додати в стакан дрібні кусочки льоду. Через деякий час починає випадати дрібнокристалічний оранжевий осад натрієвої солі барвника.

Суміш перемішувати 20-25 хв. до закінчення реакції азосполучення; нагріти до кипіння (барвник переходить у розчин) і швидко відфільтрувати гарячим. До фільтрату додати приблизно однаковий об'єм насиченого розчину натрій хлориду (щоб зменшити розчинність натрієвої солі барвника), дати охолонути і добре відсмоктати осад на лійці Бюхнера (рис. 4). Добутий продукт сушити на повітрі або в сушильній шафі при температурі не вище 100 °С.

Вихід 3,5-4 г (70-80 %).

Алізариновий жовтий

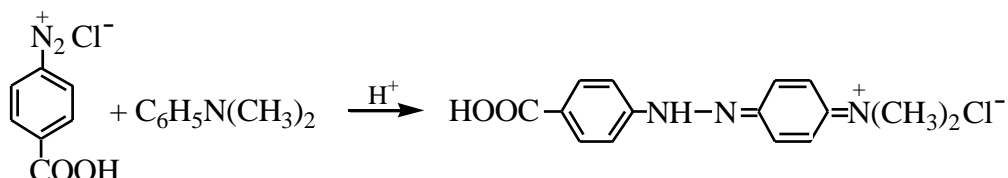
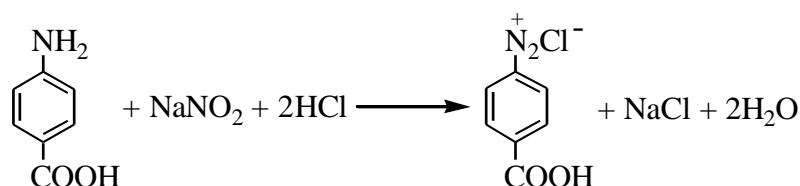
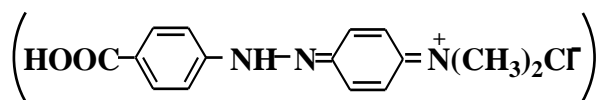


У хімічному стакані ємністю 100 см³ розчинити *m*-нітроанілін масою 2,5 г у розведеній хлоридній кислоті (концентровану хлоридну кислоту об'ємом 8,5 см³ розчинити у воді об'ємом 40 см³). Для повного розчинення вміст можна трохи підігріти. Одержану суміш охолодити до температури 0 °С, діазотувати, добавляючи по краплях з крапельної лійки розчин натрій нітрату(III) (розчинити натрій нітрат(III) масою 1,5 г у воді об'ємом 5 см³). Температура при цьому не повинна бути вище 5 °С.

Діазорозчин при доброму перемішуванні прилити до розчину саліцилової кислоти і натрій карбонату (розчинити саліцилову кислоту масою 2,5 г та натрій карбонат масою 7,5 г у воді об'ємом 50 см³), що знаходиться у фарфоровому стакані ємністю 300 см³ при температурі 0 °С. Жовтий осад барвника відфільтрувати (рис. 4), трошки промити розчином натрій хлориду [w(NaCl) = 10 %] і сушити при температурі 40-50 °С.

Вихід 2,5 г (45 %).

Метилловий червоний

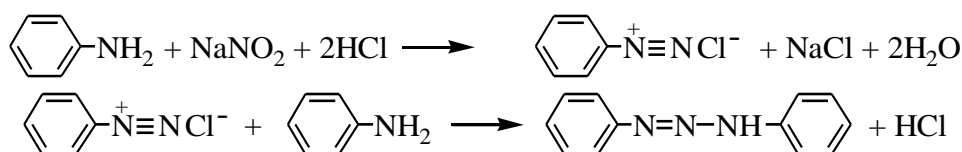


У стакані ємністю 15 см³ приготувати розчин антранілової кислоти масою 1,4 г в розведеній хлоридній кислоті (1 : 2) об'ємом 5 см³. Стакан помістити в баню з льодом та при перемішуванні провести діазотування розчином натрій нітрату(III) масою 0,7 г у воді об'ємом 4 см³. Реакцію проводити при температурі не вище 5 °С. Закінчення реакції діазотування контролювати за йодохромальним папірцем (див. синтез йодобензену).

Одержаний розчин прилити при перемішуванні до попередньо охолодженого розчину *N,N*-диметиланіліну об'ємом 1,1 см³ у розчині хлоридної кислоти [C(1/1HCl) = 1 моль/дм³] об'ємом 10 см³ з такою швидкістю, щоб температура суміші була 5-10°С. Кислий розчин нейтралізувати натрій гідрокарбонатом. Потім виділити барвник шляхом висолювання тонко подрібненим натрій хлоридом.

Вихід 2,3 г.

Дізоамінобензен



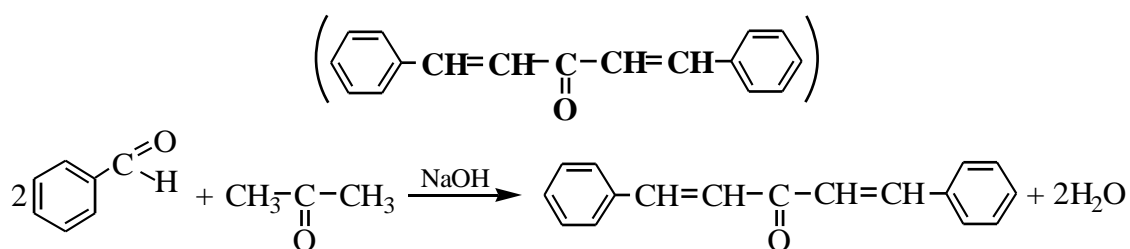
У стакані ємністю 200 см³ розчинити анілін об'ємом 4,6 см³ в хлоридній кислоті об'ємом 30 см³. У розчин, що охолоджується льодяною водою, додати

лід масою 25 г і поступово при перемішуванні прилити розчин натрій нітрату(III) (натрій нітрат(III) масою 1,75 г розчинити у невеликій кількості води). Температура реакційної суміші не повинна підвищуватися вище 5 °С. Після закінчення реакції, яке визначається по йодкрохмальному папірцю (див. синтез йодобензену), реакційну суміш залишити на 15 хв. при охолодженні і потім до неї додати розчин натрій ацетату (натрій ацетат масою 12,5 г розчинити у воді об'ємом 50 см³). Осад дізоамінобензену, що випав, відсмоктати (рис. 4), промити водою, віджати і перекристалізувати з етилового спирту.

Вихід 4,6 г (90 %).

Реакції нуклеофільного приєднання карбонільної групи

1,5-дифенілпента-1,4-дієн-3-он (добензальацетон)



У тришийкову колбу ємністю 300 см³ з термометром, крапельною лійкою і механічною мішалкою (рис. 24) внести розчин натрій гідроксиду (натрій гідроксид масою 12,5 г розчинити у воді об'ємом 125 см³) і етиловий спирт об'ємом 100 см³.

Колбу помістити на водяну баню, при енергійному перемішуванні прилити до розчину половину завчасно виготовленої суміші: свіжоперегнаний бензальдегід об'ємом 12,6 см³ і ацетон об'ємом 4,5 см³. Температура реакційної суміші повинна бути 20-25 °С. Через 15 хв. прилити другу половину цієї суміші, підтримуючи ту ж температуру реакційної маси, після чого перемішувати ще 0,5 год., при цьому випадають світло-жовті пластівчасті кристали.

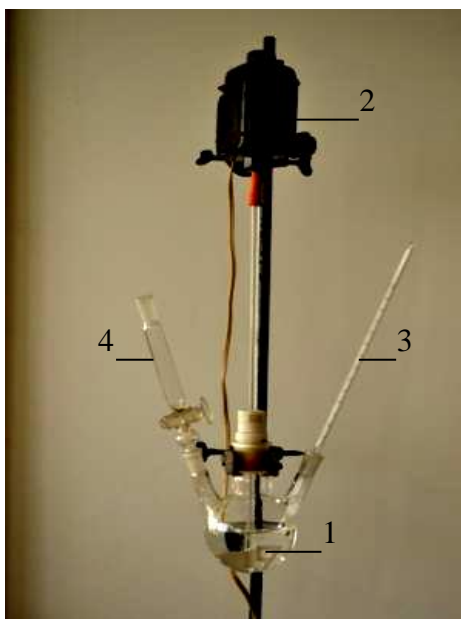
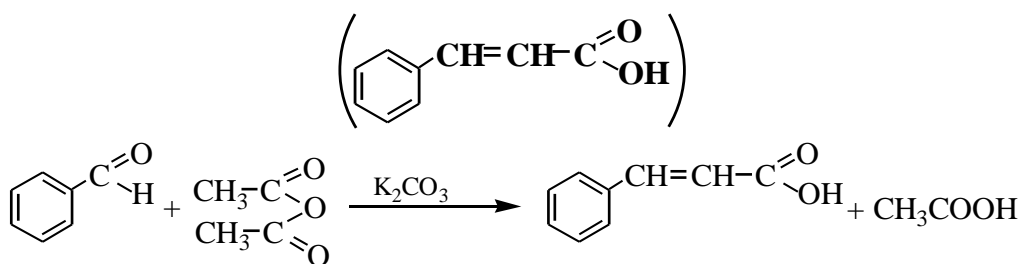


Рис. 24. Прилад для одержання дибензальацетону:
1 – тришийкова колба; 2 – механічна мішалка; 3 – термометр; 4 – крапельна лійка.

Якщо осад не випадає, розчин слід перемішувати довше (інколи на протязі декількох годин). Осад відфільтрувати на лійці Бюхнера (рис. 4), промити холодною дистильованою водою до нейтральної реакції фільтрату і висушити на повітрі. Сирий продукт перекристалізувати з етилового спирту або з етилацетату (етилацетат об'ємом 2,5 см³ на речовину масою 1 г).

Вихід 10,7 г (78 %).

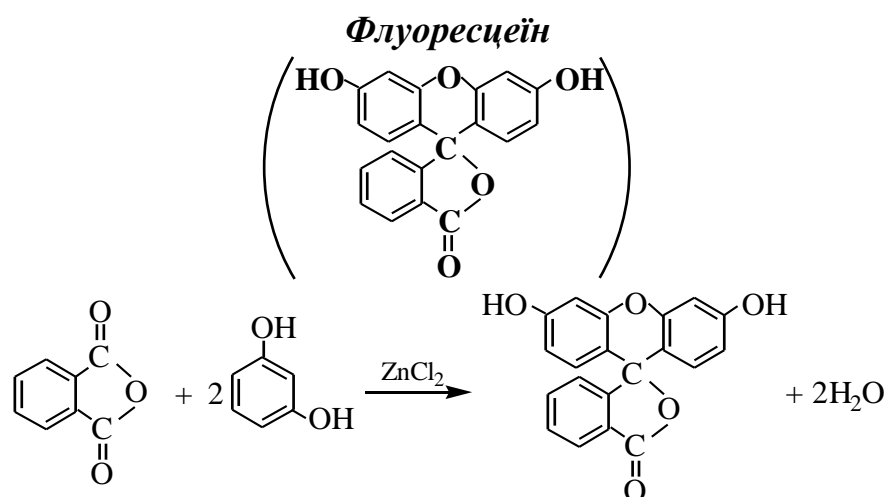
3-Фенілпропенова кислота (корична кислота)



У суху круглодонну колбу ємністю 250 см³ помістити свіжоперегнаний бензальдегід об'ємом 20 см³, свіжоперегнаний оцтовий ангідрид об'ємом 28 см³ і розтертий у порошок, прожарений калій карбонат масою 14 г. Колбу сполучити з довгим зворотним повітряним холодильником, верхній кінець якого закрити пробкою з хлоркальцієвою трубкою, і нагрівати суміш протягом

2 год. на піщаній бані при температурі 180 °С (термометр у бані), час від часу струшуючи колбу. Суміш слабо кипить. Після закінчення реакції суміш охолодити до температури 80-100 °С і перелити у колбу ємністю 1 дм³ (з приладу для перегонки з водяною парою), в яку прилити розчин натрій гідроксиду [C(NaOH) = 2 моль/дм³] об'ємом 280 см³. Невеликим об'ємом розчину натрій гідроксиду сполоснути реакційну колбу і додати до суміші. Відогнати з водяною парою бензальдегід (рис. 7). Закінчення перегонки визначити пробою на наявність бензальдегіду в дистиляті з натрій гідрогенсульфатом(IV). Суміш, що залишилась у перегінній колбі, охолодити до кімнатної температури, додати декілька кусочків активованого вугілля і кип'ятити 10-15 хв. Киплячий розчин швидко відфільтрувати на лійці для гарячого фільтрування. Фільтрат охолодити до кімнатної температури, прилити концентровану хлоридну кислоту до кислої реакції по конго (приблизно об'єм кислоти 30 см³). Випадають блискучі кристали коричневої кислоти. Кристали відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4), перекристалізувати з гарячої води і висушити на повітрі.

Вихід 6 г.



У металевий тигель внести ретельно розтерту у фарфоровій ступці суміш фталевого ангідриду масою 1,5 г та резорцинолу масою 2,2 г. Тигель помістити на піщану баню і нагріти до температури 180 °С (термометр у бані). Коли суміш розплавиться, додати до неї на протязі 10 хв. при перемішуванні скляною

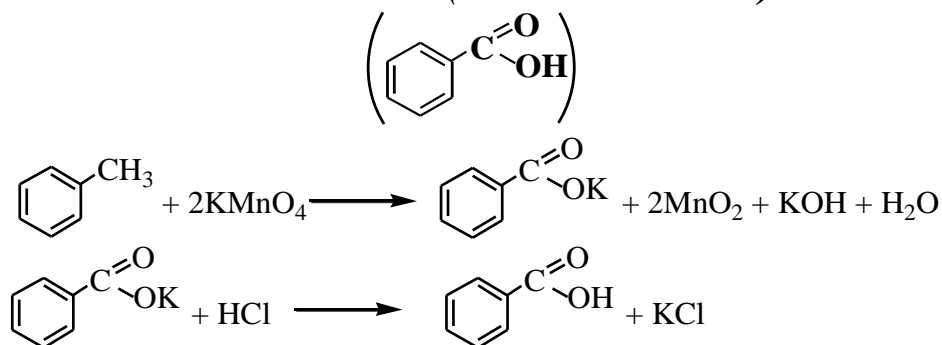
паличкою розтертий у порошок цинк хлорид (безводний) масою 1 г. Потім підвищити температуру бані до 210 °С. Суміш нагрівати доти, поки вона з густої маси не стане твердою (біля 1 год.). Охолоджений крихкий плав вийняти з тигля за допомогою гострого предмету, подрібнити і перенести у стакан.

Залишки плаву, що прилипли до стінок і до дна тиглю, перенести також у стакан у декілька прийомів за допомогою теплого розчину розведеної хлоридної кислоти (розчинити концентровану хлоридну кислоту об'ємом 2 см³ у воді об'ємом 20 см³). Одержану суміш кип'ятити у стакані 10 хв., перемішуючи осад скляною паличкою. При цьому у розчин переходять вихідні речовини, що не вступили до реакції, і основна сіль цинку. Флуоресцеїн, що залишився в осаді, відфільтрувати, промити на фільтрі водою доти, поки фільтрат не перестане показувати кислу реакцію. Сушити на повітрі.

Вихід 3,2 г.

Окисно-відновні реакції

Бензоатна кислота (бензойна кислота)



У тришийковій колбі ємністю 500 см³ з зворотним холодильником і мішалкою (рис. 25) нагріти (на водяній бані) до температури 95 °С (термометр у бані) суміш толуену об'ємом 5,5 см³ (масою 4,6 г) і води об'ємом 300 см³. При перемішуванні до суміші частинами (приблизно масою по 3-4 г), протягом 1 год., додати розтертий на порошок калій перманганат масою 16 г (після кожного додавання отвір закривати пробкою). Реакційну суміш при безперервному перемішуванні кип'ятити 4-5 год. (поки не зникне фіолетове забарвлення).

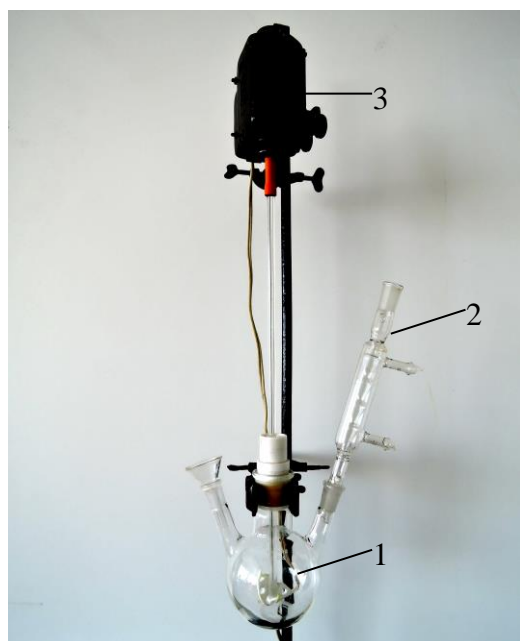
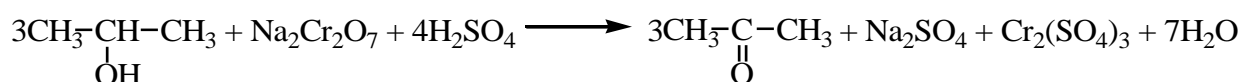
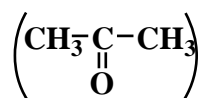


Рис. 25. Прилад для одержання бензоатної кислоти:
1 – тришийкова колба; 2 – кульковий холодильник; 3 – механічна мішалка.

Гарячий розчин фільтрувати за допомогою лійки Бюхнера (рис. 4). Осад манган(IV) оксиду, що залишився на фільтрі, промити 2 рази невеликими об'ємами (до 20 см³) гарячої води. До фільтрату (розчин калій бензоату) додати концентрованої хлоридної кислоти об'ємом 5 см³ і дати йому повільно охолонути. Бензойну кислоту, що випала з розчину, відфільтрувати на лійці Бюхнера і висушити на повітрі або у сушильній шафі при температурі 80-90 °С.

Вихід 5,1 г (83,3 %).

Пропанон (ацетон)

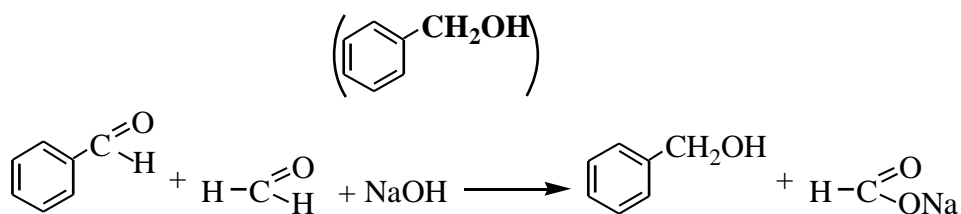


У двошійкову колбу ємністю 200 см³, яка сполучена з зворотним холодильником і крапельною лійкою (рис. 17), внести ізопропіловий спирт об'ємом 20 см³. Потім у невеликому стакані розчинити натрій дихромат масою 22,8 г у воді об'ємом 60 см³ і обережно при перемішуванні прилити концентровану сульфатну кислоту ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) об'ємом 20 см³. Одержаний

розчин хромової суміші перенести у крапельну лійку і обережно невеликими порціями (об'ємом по 1-2 см³) додати у колбу. Зразу починається окиснення, що супроводжується виділенням теплоти і сильним розігріванням реакційної суміші. Наступні порції хромової суміші приливати поступово при струшуванні колби і після деякого охолодження. Коли уся хромова суміш буде додана, колбу нагрівати на киплячій водяній бані на протязі 10 хв. Потім реакційну суміш в колбі охолодити, перелити в колбу Вюрца з прямим холодильником і відігнати ацетон на водяній бані у приймач (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 55-58 °С.

Вихід 10 г.

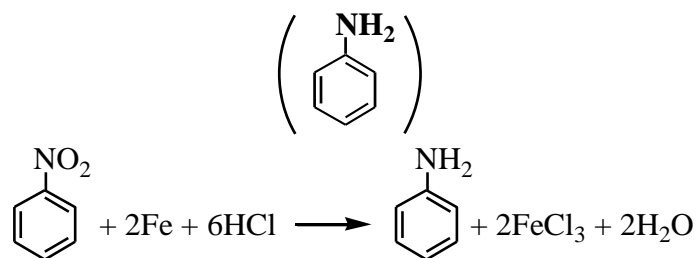
Відновлення
Фенілметанол (бензиловий спирт)



У двошійкову колбу ємністю 500 см³, яка сполучена з зворотним холодильником і крапельною лійкою (рис. 17), помістити бензальдегід об'ємом 19 см³, воду об'ємом 50 см³ та формалін об'ємом 40 см³. При перемішуванні додати розчин натрій гідроксиду [w(NaOH) = 40 %] об'ємом 40 см³, температура при цьому підвищується до 70 °С. Потім реакційну масу залишити стояти на протязі 10 год. Поступово рідина розділяється на 2 шари. Верхній шар (бензиловий спирт) відокремити у ділильній лійці. Бензальдегід, що не прореагував, відокремити за допомогою натрій гідрогенсульфату(IV). Суміш збовтати з водою і після відстоювання водний шар відокремити від бензинового спирту. Бензиловий спирт сушити безводним натрій сульфатом і перегнати (рис. 5). Зібрати фракцію, що відганяється при температурі 204-206 °С.

Вихід 13 г (64%).

Анілін



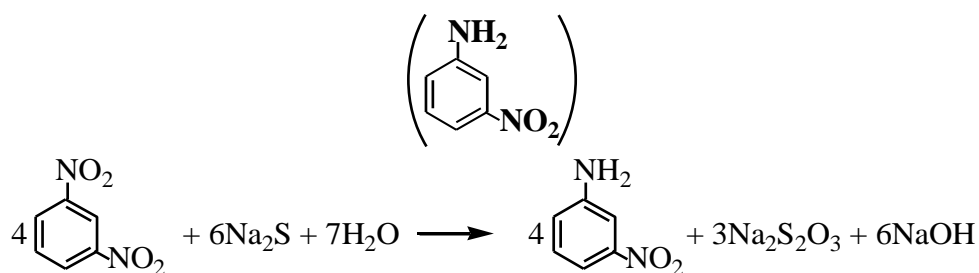
(Роботу проводити у витяжній шафі!)

У круглодонну колбу ємністю 500 см³, сполучену з зворотним повітряним холодильником, помістити нітробензен масою 18,5 г і залізні ошурки масою 30 г (залізні ошурки перед використанням слід промити бенzenом і висушити на повітрі). Через верхній отвір холодильника додавати невеликими порціями (об'ємом не більш як по 1-2 см³) концентровану хлоридну кислоту. Суміш дуже розігрівається і починає кипіти. Після додавання кислоти об'ємом приблизно 30 см³ решту її об'ємом 50 см³ можна додавати великими порціями. Після цього колбу нагрівати на водяній бані протягом 1 год. До гарячого розчину обережно додати невеликими порціями розчин натрій гідроксиду (розчинити натрій гідроксид масою 45 г у воді об'ємом 90 см³) і відігнати анілін (з цієї самої колби) з водяною парою (рис. 7) доти, поки не буде відганятися зовсім прозорий дистилят.

З дистиляту анілін висолювати натрій хлоридом, з розрахунку на об'єм 100 см³ кухонну сіль масою 20-25 г. Відокремивши анілін, залишки його з водного розчину екстрагувати тричі етером (перший раз об'ємом 60 см³, потім об'ємом по 30 см³). Етерні витяжки змішати з аніліном і сушити над калій гідроксидом масою 5 г. Відфільтрувавши осад, відігнати етер (на водяній бані, нагрітій до температури 50 °С, рис. 5). Після цього, замінивши водяний холодильник на повітряний, додати в перегінну колбу цинковий пил масою 0,1-0,2 г. Перегнати анілін, збираючи фракцію, що відганяється при температурі 182-185 °С.

Вихід 7,0 г (50 %).

3-Нітроанілін (*m*-нітроанілін)



(Роботу проводити у витяжній шафі!)

У круглодонну колбу ємністю 250 см³ (синтез краще проводити у колбі з мішалкою) внести воду об'ємом 50 см³ і нагріти на водяній бані до температури 85 °С (термометр у колбі). Потім обережно, енергійно струшуючи колбу, додати подрібнений *m*-динітробензен масою 10 г, одержати тонку суспензію. Поступово, при постійному перемішуванні, прилити розчин натрій сульфід (натрій сульфід масою 25 г розчинити у воді об'ємом 20 см³). Закінчення реакції часткового відновлення *m*-динітробензену в *m*-нітроанілін визначити за пробою: помістити краплю суміші на фільтрувальний папір, який змочити розчином купрум сульфату. Якщо чорна пляма купрум сульфід, що утворюється, не зникає на протязі 20 секунд, реакцію можна вважати закінченою. Реакційну суміш охолодити і залишити на ніч. Кристали *m*-нітроаніліну, які випали, відсмоктати на лійці Бюхнера (рис. 4) і перекристалізувати з води.

Вихід 5 г.

7. Індивідуальні завдання для самостійної роботи

Індивідуальне завдання № 1

Неорганічний синтез. Синтез неорганічних сполук

Питання для самопідготовки

1. Металотермічні реакції. Суть методу. Вихідні речовини. Необхідні умови та вимоги. Приклади металотермічних реакцій. Алюмотермія.

2. Відновлення оксидів та галогенідів металів дією воднем. Суть методу. Критерії, що дозволяють судити про придатність методу для одержання металів. Загальна методика проведення відновлення металів воднем з їх оксидів.

3. Одержання речовин електролізом з розплавів та розчинів. Закони Фарадея, розрахунок теоретичної напруги між електродами.

4. Відновлення речовин порошкоподібними металами та амальгамами. Теоретичне обґрунтування застосування методу.

5. Характеристика та умови методів синтезу солей (середні, кислі, подвійні солі та комплексні сполуки).

6. Синтез галогенідів. Синтез галогенідів шляхом взаємодії простих речовин та гідрогенгалогенідних кислот.

7. Очищення речовин перекристалізацією, возгонкою, перегонкою.

Рекомендована література

Алексеев В.В. Практикум з органічного синтезу. – Київ: Вища школа, 1970. – С. 14-40.

Ахметов Н.С. Неорганическая химия. – М.: Высшая школа, 1975. – С. 109-110, 249-251, 265, 298, 303, 316, 484, 526, 570-571, 581, 591, 594, 634.

Васильева Н.В., Смолина Т.В., Тимофеева В.К. и др. Органический синтез. – М.: Просвещение, 1986. – С. 16-22, 27-37.

Гитис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии (органический синтез). – М.: Высшая школа, 1991. – С. 17-23, 29-37.

Ключников Н.Г. Неорганический синтез. – М.: Просвещение, 1988. – С. 6-11, 12-23, 27-30, 32-33, 49-52, 101, 108, 148, 178, 200-201, 205, 221-222, 232-233.

Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. – М.: Химия, 1974. – С. 11-12, 67, 101-102, 118-119, 124, 153, 228-229, 258-259, 317-318, 337, 399.

Некрасов Б.В. Основы общей химии. – М.: Химия, 1973. – Т. 1. – С. 238-256, 270-296, 406-413.; Т. 2. – С. 32-51, 318-377, 414-462, 501-522.

Речицький О.Н., Решнова С.Ф. Органічна хімія в схемах. – Херсон: ХДУ, 2014. – Ч. 1. – С. 107-110.

Завдання

I. 1. Запропонувати лабораторний шлях синтезу сполуки В, виходячи з сполуки А, у чотири стадії з використанням будь-яких інших реактивів (таблиця 7).

2. Згідно вибраної схеми, провести розрахунок реактивів для одержання m г сполуки В, з врахуванням виходів як продукту синтезу, так і проміжних речовин.

3. Ідентифікувати вихідну речовину, кінцевий та проміжні продукти синтезу фізико-хімічними методами та якісними реакціями.

4. Спланувати інші можливі шляхи синтезу речовини В (не менше двох) виходячи з сполуки А.

II. Перерахувати усі загальні способи одержання сполуки С:

а) оксигеновмісних кислот;

б) основних гідроксидів;

в) амфотерних гідроксидів;

г) солей.

Навести для кожного із способів одержання сполук С конкретні приклади з хімії елементу Е.

Неорганічний синтез

Варіант	Сполука А	Сполука В	Маса (m), г сполуки В	Сполука С	Елемент Е
1	2	3	4	5	6
1	Ферум(II) оксид	Ферум(III) оксид	12	а	Хлор
2	Мідь	Тетрааміно- купрум(II)гідроксид	17	б	Натрій
3	Барій хлорид	Барій гідроксид	13	г	Хром
4	Кобальт хлорид	Натрій гексанітрокобальтат(II)	15	в	Алюміній
5	Плюмбум ацетат	Плюмбум гідроксид	10	б	Кальцій
6	Ферум(III) оксид	Калій триоксалатоферат(III)	10	в	Ферум
7	Нікол(II) сульфат	Нікол	5	а	Сульфур
8	Цинк	Цинк гідроксид	19	в	Алюміній
9	Мідь	Тетрааміно- купрум(II)сульфат	9	б	Плюмбум
10	Натрій дихромат	Хром(III) бромід	8	б	Нікол
11	Калій перманганат	Манган карбонат	11	а	Нітроген
12	Кальцій хлорид	Кальцій ацетат	16	г	Кобальт
13	Кальцій бромід	Калій бромат	22	а	Йод
14	Кадмій	Кадмій ацетат	18	в	Цинк
15	Аргентум(I) сульфід	Аргентум(I) флуорид	25	б	Манган

Індивідуальне завдання № 2

Органічний синтез. Одержання аліфатичних сполук

Питання для самопідготовки

1. Реакції радикального заміщення (S_R) в аліфатичному ряду. Загальна характеристика реакцій радикального заміщення. Механізм реакцій. Вплив різних факторів на механізм реакцій. Реакції радикального заміщення алканів, алкенів в алільне положення, аренів в боковому ланцюгу.

2. Реакції електрофільного приєднання (A_E) ненасичених сполук. Загальна характеристика реакцій електрофільного приєднання. Механізм реакцій. Вплив різних факторів на механізм реакцій приєднання води та гідроген галогенідів до алкенів, алкінів, 1,3-дієнів, до заміщених алкенів.

3. Реакції нуклеофільне заміщення (S_N) в аліфатичному ряду. Нуклеофільне заміщення у насиченого атома Карбону. Загальна характеристика S_N -реакцій. Типи S_N -реакцій та їх механізми. Вплив різних факторів на механізм реакцій. Реакції нуклеофільного заміщення алкілгалогенідів. Механізм гідролізу алкілгалогенідів у кислому та лужному середовищах. Приклади реакцій. Реакції нуклеофільного заміщення гідроксигрупи в спиртах та їх гідратація. Загальна схема та механізм каталізу в присутності мінеральних кислот. Приклади реакцій.

4. Реакції нуклеофільного заміщення карбонових кислот та їх похідних. Загальна характеристика реакцій нуклеофільного заміщення карбонових кислот та їх похідних. Синтез та гідроліз естерів і амідів. Схема та механізм естерифікації у кислому середовищі. Механізм кислотного та лужного гідролізу естерів. Реакції ацилювання ангідридами та хлороангідридами кислот. Механізм реакції ацилювання спиртів, фенолів та амінів.

5. Реакції конденсації карбонільних сполук. Альдольна та кротонова конденсація альдегідів і кетонів. Механізм альдольної та кротонової конденсації в лужному і кислому середовищах. Реакції конденсації альдегідів та кетонів з сполуками аліфатичного ряду. Реакція Кляйзена-Шмідта. Реакція

Перкіна. Загальна характеристика реакцій естерів (реакція Кляйзена). Механізм реакції естерної конденсації на прикладі ацетоцтового естеру.

Рекомендована література

Алексєєв В.В. Практикум з органічного синтезу. – Київ: Вища школа, 1970. – С. 61-66, 212-219.

Васильєва Н.В., Смолина Т.А., Тимофєєва В.К. и др. Органический синтез. – М.: Просвещение, 1986. – С. 66-105, 124-134, 253-269.

Гитис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии. Органический синтез. – М.: Высшая школа, 1991. – С. 23, 134-137, 149-150, 163-166, 225-228.

Ластухін Ю.О., Воронов С.А. Органічна хімія. – Львів: Центр Європи, 2009. – С. 147, 215-222, 237-244, 261-263, 273-297, 321-322, 353-355, 375-386, 400-402, 454-455, 719-720.

Моррисон Р., Бойд Р. Органическая химия. – М.: Мир, 1974. – С. 354, 366, 446, 461, 449-462, 573-576, 605, 632-647, 795, 800-801, 812-814, 820-826.

Чирва В.Я., Ярмолук С.М., Толкачова Н.В., Земляков О.Є. Органічна хімія. – Львів: Бак., 2009. – С. 73, 75, 146-151, 195-212, 234-236, 260-263, 297, 311-312, 316-327, 336, 346, 353, 355-356, 390, 427-428, 445-446, 467-470, 504-505, 507, 511, 515, 517-520, 523-525, 579-581, 703, 713, 828-831.

Речицький О.Н., Решнова С.Ф. Від будови до синтезу органічних сполук – Херсон: ПП Вишимірський В.С., 2015. – С. 116-135, 142-168, 209-218, 220-236.

Речицький О.Н., Решнова С.Ф. Органічна хімія в схемах. – Херсон: ХДУ, 2014. – Ч. 1. С. 93-94, 100-102, 138-141, 158-162, 183-184, 200-201, 221, 224, 260-261, 274, 302-306, 314, 347, 349-351, 355; Ч. 2. С. 455-458, 495-499, 517, 523-526, 530, 533-534, 547-548, 585-589, 692-694.

Завдання

1. Навести лабораторний шлях синтезу сполуки В виходячи з сполуки А у задану кількість стадій з використанням будь-яких інших реактивів (таблиця 8).

2. Згідно вибраної схеми провести розрахунки реактивів для одержання m г сполуки В з врахуванням виходів як продукту реакції, так і проміжних речовин.

3. Ідентифікувати кінцевий, вихідний та проміжні продукти синтезу фізико-хімічними методами ($T_{\text{кип.}}/T_{\text{пл.}}$, ІЧ-, ПМР-спектроскопія) та якісними реакціями.

4. Спланувати інші можливі шляхи синтезу речовини В (не менше двох), виходячи з сполуки А.

5. Навести механізм реакції (таблиця 8) однієї з стадії запропонованого синтезу.

Органічний синтез. Одержання аліфатичних сполук

Варіант	Сполука А	Сполука В	Кількість стадій	Маса (m), г сполуки В	Механізм реакції
1	2	3	4	5	6
1	Етанол	Етилпропаноат	4	7	Естерифікація
2	Етанова кислота, бензальдегід	3-Фенілпропенова кислота	4	11	Реакція Перкіна
3	Етанова кислота, бензен	4-Фенілбут-3-ен-2-он	4	15	Ацилювання за Фріделем-Крафтсом
4	Етанова кислота, бензен	1,3-Дифенілпроп-2-ен-1-он	4	9	Альдольно-критонова конденсація
5	2-Метилпропан-1-ол	1-Метилетан-1-амін	4	10	Реакція Гофмана
6	Фенол	Поліетиленадипінат	3	13	Естерифікація
7	Етанова кислота	<i>N</i> -Ацетиламіноетанова кислота	6	17	Ацилювання
8	Етанова кислота, бензоатна кислота	<i>N</i> -Бензоїламіноетанова кислота	3	8	Галогенування
9	Пропанова кислота	2-Метил-3-фенілпропенова кислота	4	16	Реакція Перкіна
10	Етанол	Пропаналь	5	19	Нуклеофільне заміщення
11	Етанол	1-Етоксипропан	3	18	Реакція етерифікації
12	Бутан-1-ол	Пентилетаноат	4	22	Нуклеофільне заміщення
13	2-Метилпропан-2-ол	2,2-Диметилпентан	4	14	Нуклеофільне заміщення
14	Йодометан, кальцій карбід	3-Метилбут-1-ин-3-ол	5	25	Синтез Гріньяра
15	Етилен	Етилетаноїлетаноат	4	12	Реакція гідратації

Індивідуальне завдання № 3

Органічний синтез. Одержання ароматичних сполук

Питання для самопідготовки

1. Реакції електрофільного заміщення ароматичних сполук. Механізм реакції S_E2 -типу в ароматичному ядрі. Правило орієнтації для реакцій S_E2 -типу. Орієтанти першого та другого роду. Нітрування. Нітрувальні агенти. Механізм електрофільного заміщення в реакціях нітрування. Приклади реакцій нітрування ароматичних сполук. Сульфування. Сульфівні агенти. Механізм реакції сульфування бензену. Методи виділення сульфокислот з реакційної маси. Приклади реакцій. Галогенування. Механізм реакції галогенування в ароматичне ядро. Умови введення галогену в ароматичне ядро та боковий ланцюг. Приклади реакцій. Алкілювання та ацилювання ароматичних сполук за Фріделем-Крафтсом. Механізми реакцій.

2. Реакції нуклеофільне заміщення ароматичних сполук. Механізм реакцій S_N2 -типу в ароматичному ряду. Механізм приєднання-відщеплення. Фактори, що впливають на напрямок реакцій нуклеофільного заміщення ароматичних сполук. Орієнтація при нуклеофільному заміщенні. Вплив замісників на реакційну здатність ароматичних сполук. Загальний механізм елімінування-приєднання.

3. Реакції діазотування та азосполучення. Будова діазосполук. Реакції діазотування. Механізм реакції діазотування. Умови здійснення реакції діазотування. Реакції діазотування з виділенням азоту та без виділенням азоту. Реакція азосполучення та її механізм.

4. Реакції окиснення та відновлення. Окиснення спиртів до карбонільних сполук. Окиснення бокових ланцюгів алкілароматичних сполук. Реакції відновлення. Відновлення ароматичних нітросполук. Реакція Зініна. Відновлення нітрогрупи в кислому та лужному середовищах. Синтез аніліну.

Рекомендована література

Алексєєв В.В. Практикум з органічного синтезу. – Київ: Вища школа, 1970. – С. 87-95, 104-115, 125-130, 139-142, 149-158, 168-190, 208.

Васильева Н.В., Смолина Т.А., Тимофеева В.К. и др. Органический синтез. – М.: Просвещение, 1986. – С. 151-189, 221-237, 297-316.

Гитис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии. Органический синтез. – М.: Высшая школа, 1991. – С. 104-106, 116-118, 122-125, 150-151, 163-166, 176-179, 189-190, 199-203, 212-215, 236-240, 245-249.

Ластухін Ю.О., Воронов С.А. Органічна хімія. – Львів: Центр Європи, 2009. – С. 147, 438-443, 609-618, 620-630, 635-641, 648-652, 660-661, 663-664, 672-682, 695-704, 755-760, 762-764.

Моррисон Р., Бойд Р. Органическая химия. – М.: Мир, 1974. – С. 173, 303-356, 368, 371-373, 509-510, 596-597, 691-696, 715-717, 735-746, 785, 789-792, 1051.

Чирва В.Я., Ярмолук С.М., Толкачова Н.В., Земляков О.Є. Органічна хімія. – Львів: Бак., 2009. – С. 683-697, 704-712, 726-734, 750-754, 760-780, 804, 806, 862-866, 870-872.

Речицький О.Н., Решнова С.Ф. Від будови до синтезу органічних сполук – Херсон: ПП Вишимірський В.С., 2015. – С. 142-178, 243-269, 275-281.

Речицький О.Н., Решнова С.Ф. Органічна хімія в схемах. – Херсон: ХДУ, 2014. – Ч. 1. С. 90, 93-94, 100-102, 232-238, 244-247, 250, 263, 272, 274, 280, 285-288, 292, 314, 319-325, 348, 388-394, 426.; Ч. 2. – С. 505, 599, 601, 673, 707-716, 757, 771.

Завдання

1. Навести лабораторний шлях синтезу сполуки В виходячи з сполуки А у задану кількість стадій з використанням будь-яких інших реактивів (таблиця 9).

2. Згідно вибраної схеми провести розрахунки реактивів для одержання m г сполуки В з врахуванням виходів як продукту реакції, так і проміжних речовин.

3. Ідентифікувати кінцевий, вихідний та проміжні продукти синтезу фізико-хімічними методами ($T_{\text{кип.}}/T_{\text{пл.}}$, ІЧ-, ПМР-спектроскопія) та якісними реакціями.

4. Спланувати інші можливі шляхи синтезу речовини В (не менше двох), виходячи з сполуки А.

5. Навести механізм реакції (таблиця 9) однієї з стадій запропонованого синтезу.

Таблиця 9

Органічний синтез. Одержання ароматичних сполук

Варіант	Сполука А	Сполука В	Кількість стадій	Маса (m), г сполуки В	Механізм реакції
1	2	3	4	5	6
1	Бензен	3-Нітрофенол	4	16	Нітрування
2	Бензен	Етилбензоат	4	20	Галогенування
3	Толуен, бензен	<i>N</i> -Феніл-бензокарбоксамід	4	12	Нітрування
4	Анілін	<i>n</i> -Нітро-аніліновий червоний	4	7	Діазотування
5	Толуен	Феніл-2-бромобензоат	4	15	Ацилювання
6	Толуен, нафтален	2-Нафтилбензоат	6	17	Сульфування
7	Бензен	1,3,5-Трибромобензен	4	25	Галогенування
8	Нітробензен	1,4-Динітробензен	6	9	Нітрування
9	Хлоробензен	2,4,6-Тринітрофенол	4	11	Нуклеофільне заміщення
10	Бензен	<i>N</i> -(4-амінофеніл)етанамід	5	19	Відновлення нітросполук
11	Бензен	β -Нафтолоранж	4	14	Діазотування
12	Бензен	4-Бромобензенокарбоксамід	4	18	Галогенування
13	Бензен	Фенолфталеїн	4	22	Ацилювання
14	Бензен	Дифенілкетон	5	13	Синтез Грін'єра
15	Нітробензен	1-Бromo-3-хлоробензен	4	8	Реакція Зандмейєра

8. Приклади розв'язання та оформлення індивідуальних завдань

1. Навести лабораторний шлях синтезу сполуки В виходячи з сполуки А у задану кількість стадій з використанням будь-яких інших реактивів.

2. Згідно вибраної схеми провести розрахунки реактивів для одержання m г сполуки В з врахуванням виходів як продукту реакції, так і проміжних речовин.

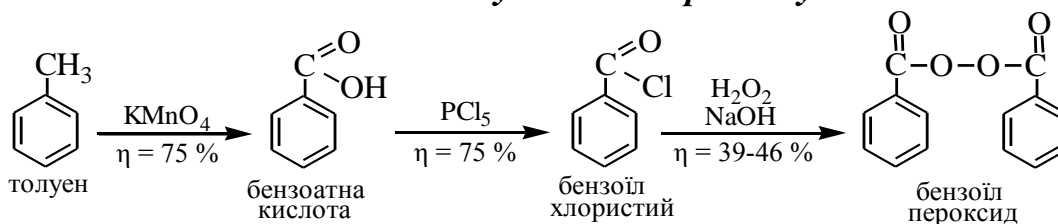
3. Ідентифікувати кінцевий, вихідний та проміжні продукти синтезу фізико-хімічними методами ($T_{\text{кип.}}/T_{\text{пл.}}$, ІЧ-, ПМР-спектроскопія) та якісними реакціями.

4. Спланувати інші можливі шляхи синтезу речовини В (не менше двох), виходячи з сполуки А.

5. Навести механізм реакції однієї з стадій запропонованого синтезу.

Варіант	Сполука А	Сполука В	Кількість стадій	Маса (m), г сполуки В	Механізм реакції
1	2	3	4	5	6
1	Толуен	Бензоїл пероксид	3	16	Одержання хлороангідридів карбонових кислот

Схема синтезу бензоїл пероксиду



Розрахунок кількості толуену

Для одержання 16 г бензоїл пероксиду

$$\eta(\text{Б.П.}) = \frac{m_{\text{пр.}}(\text{Б.П.})}{m_{\text{теор.}}(\text{Б.П.})} \cdot 100\%;$$

$$m_{\text{теор.}}(\text{Б.П.}) = \frac{m_{\text{пр.}}(\text{Б.П.})}{\eta(\text{Б.П.})} \cdot 100\%;$$

$$m_{\text{теор.}}(\text{Б.П.}) = \frac{16 \text{ г}}{0,46} = 34,78 \text{ г};$$

$$\nu_{\text{теор.}}(\text{Б.П.}) = \frac{m_{\text{теор.}}(\text{Б.П.})}{M(\text{Б.П.})};$$

$$\nu_{\text{теор.}}(\text{Б.П.}) = \frac{34,78 \text{ г}}{242 \text{ г/моль}} = 0,144 \text{ моль.}$$

Розрахунок бензоїл хлориду

$$v_{np.}(B.X.) = \frac{m_{np.}(B.X.)}{M(B.X.)} = 2v_{np.}(B.П.);$$

$$m_{np.}(B.X.) = 2v_{np.}(B.X.) \cdot M(B.X.);$$

$$m_{np.}(B.X.) = 2 \cdot 0,144 \text{ моль} \cdot 140,5 \text{ г/моль} = 20,24 \text{ г};$$

$$\eta(B.X.) = \frac{m_{np.}(B.X.)}{m_{теор.}(B.X.)} \cdot 100 \%;$$

$$m_{теор.}(B.X.) = \frac{m_{np.}(B.X.)}{\eta(B.X.)} \cdot 100 \%;$$

$$m_{теор.}(B.X.) = \frac{20,24 \text{ г}}{0,71} = 28,50 \text{ г};$$

$$v_{теор.}(B.X.) = \frac{m_{теор.}(B.X.)}{M(B.X.)};$$

$$v_{теор.}(B.X.) = \frac{28,50 \text{ г}}{140,5 \text{ г}} = 0,203 \text{ моль}.$$

Розрахунок бензоатної кислоти

$$v_{np.}(B.K.) = \frac{m_{np.}(B.K.)}{M(B.K.)} = v_{теор.}(B.K.);$$

$$m_{np.}(B.K.) = v_{np.}(B.K.) \cdot M(B.K.); \quad m_{np.}(B.K.) = 0,203 \text{ моль} \cdot 122 \text{ г/моль} = 24,77 \text{ г};$$

$$\eta(B.K.) = \frac{m_{np.}(B.K.)}{m_{теор.}(B.K.)} \cdot 100 \%;$$

$$m_{теор.}(B.K.) = \frac{m_{np.}(B.K.)}{\eta(B.K.)} \cdot 100 \%;$$

$$m_{теор.}(B.K.) = \frac{24,77 \text{ г}}{0,75} = 33,03 \text{ г};$$

$$v_{теор.}(B.K.) = \frac{m_{теор.}(B.K.)}{M(B.K.)};$$

$$v_{теор.}(B.K.) = \frac{33,03 \text{ г}}{122 \text{ г/моль}} = 0,271 \text{ моль}.$$

Розрахунок толуену

$$v(m.) = \frac{m(T.)}{M(T.)};$$

$$m(T.) = v(T.) \cdot M(T.);$$

$$m(T.) = 0,271 \text{ моль} \cdot 92 \text{ г/моль} = 24,93 \text{ г}.$$

Для синтезу 16 г бензоїл пероксиду необхідно взяти 24,93 г толуену.

Синтез бензоатної кислоти

Алексеев В.В. Практикум з органічного синтезу. – К.: Вища школа, 1970. – С.198-199.

Розрахунок синтезу

За методикою по загрузці вихід бензоатної кислоти складає 5 г, за нашими розрахунками нам треба одержати практично 24,77 г.

Для цього загрузку треба збільшити у

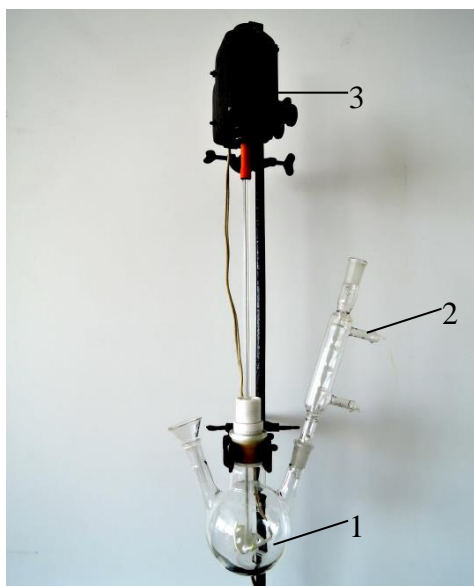
$$n = \frac{m_p (Б.К.)}{m_M (Б.К.)};$$

$$n = \frac{24,77 \text{ г}}{5 \text{ г}} = 4,95 \text{ р.}$$

№ п/п	Речовина	Маса, г	Об'єм, см ³
1	Толуен	5·4,95=24,75	5,75·4,95=28,46
2	KMnO ₄	17·4,95=84,15	
3	H ₂ O	350·4,95=1732,5	1732,5

План синтезу

1. Зібрати прилад, що складається з тришийкової колби ємністю 200 см³, механічної мішалки, зворотнього холодильника, водяної бані.



Прилад для одержання бензоатної кислоти:

1 – тришийкова колба; 2 – кульковий холодильник; 3 – механічна мішалка.

2. У круглодонну колбу помістити 24,75 г (28,46 см³) толуену та 1732,5 см³ води. Реакційну суміш нагрівати на водяній бані до температури 95 °С.

3. При перемішуванні до суміші частинами протягом 1 год. додати 84,15 г KMnO₄.

4. Реакційну суміш кип'ятити 4-5 годин при постійному перемішуванні (поки не зникне фіолетове забарвлення).

5. Гарячий розчин відфільтрувати у вакуумі водострумного насоса. Осад MnO₂ промити гарячою водою.

6. До фільтрату додати розведений (1:1) розчин HCl.
7. При охолодженні випадають кристали бензойної кислоти.

Синтез бензоїл хлориду

Алексеев В.В. Практикум з органічного синтезу. – К.: Вища школа, 1970. – С. 227.

Розрахунок синтезу

За розрахунками бензоатної кислоти треба взяти 24,74 г.

За методикою 36,6 г.

Загрузку треба зменшити у $n = \frac{36,6 \text{ г}}{24,74 \text{ г}} = 1,48 \text{ р};$

маса $\text{PCl}_5 - \frac{63,0 \text{ г}}{1,48} = 42,57 \text{ г}.$

№ п/п	Речовина	Маса, г	Об'єм, см ³
1	Бензоатна кислота	24,77	
2	П'ятихлористий фосфор	42,57	

План синтезу

1. У суху круглодонну колбу ємністю 250 см³ з гумовою пробкою, в яку вставлено скляну трубку довжиною 40-50 см³, помістити 24,77 г бензоатної кислоти і додати 42,75 г PCl_5 (під витяжною шафою).
2. Струсити реакційну суміш поки вона не стане рідкою.
3. Перегнати реакційну суміш з колби Вюрца. Спочатку з водяним холодильником відігнати POCl_3 ($T_{\text{кип.}} = 110 \text{ }^\circ\text{C}$), потім замінити водяний холодильник на повітряний і при температурі 191-199 °C відігнати хлористий бензоїл.

Синтез бензоїл пероксиду

Алексеев В.В. Практикум з органічного синтезу. – К.: Вища школа, 1970. – С. 228.

Розрахунок синтезу

За розрахунками хлористого бензоїлу треба взяти 20,24 г (16,6 см³).

За методикою 12,5 см³ або 15,24 г ($\rho = 1,219 \text{ г/см}^3$).

Загрузку треба збільшити у $n = \frac{20,24 \text{ г}}{15,24 \text{ г}} = 1,33 \text{ р.}$

Об'єм розчину дигідроген пероксиду $V = 50 \text{ см}^3 \cdot 1,33 = 66,5 \text{ см}^3$.

Для приготування розчину дигідроген пероксиду $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \%$ ($\rho_1 = 1,035 \text{ г/см}^3$) треба:

$$m_p(\text{H}_2\text{O}_2) = 66,5 \text{ см}^3 \cdot 1,035 \text{ г/см}^3 = 68,83 \text{ г};$$

$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = m_p(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot w(\text{H}_2\text{O}_2);$$

$$m(\text{H}_2\text{O}_2) = 68,83 \text{ г} \cdot 0,1 = 6,88 \text{ г};$$

$$\rho(\text{H}_2\text{O}_2) = 1,4649 \text{ г/см}^3 \quad V(\text{H}_2\text{O}_2) = 4,72 \text{ см}^3.$$

Приготування розчину натрій гідроксиду $V = 30 \cdot 1,33 = 39,9 \text{ см}^3$

Для приготування розчину натрій гідроксиду $C(1/1\text{NaOH}) = 4 \text{ моль/дм}^3$ треба:

$$C(1/1\text{NaOH}) = \frac{v(1/1\text{NaOH})}{V} = \frac{m(\text{NaOH})}{M(1/1\text{NaOH}) \cdot V};$$

$$m(\text{NaOH}) = C(1/1\text{NaOH}) \cdot M(1/1\text{NaOH}) \cdot V;$$

$$m(\text{NaOH}) = 4 \cdot 40 \cdot 0,0399 = 6,38 \text{ г}.$$


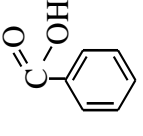
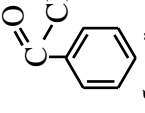
№ п/п	Речовина	Маса, г	Об'єм розчину, см ³	Концентрація
1	Бензоїл хлористий	20,24	16,6	
2	Дигідроген пероксид		66,5	$w(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \%$
3	Натрій гідроксид	6,38	39,9	$C(1/1\text{NaOH}) = 4 \text{ моль/дм}^3$

План синтезу

1. У конічну колбу ємністю 200 см³ помістити водний розчин дигідроген пероксиду [$w(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \%$] об'ємом 66,5 см³.

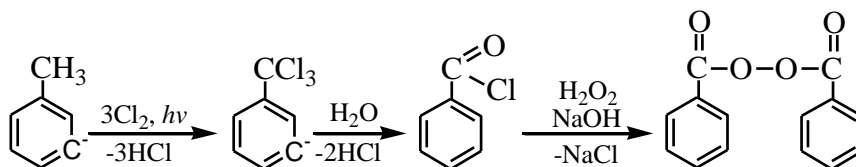
2. Охолоджуючи водою з льодом і збовтуючи, по краплях безперервно додавати невеликими порціями розчин натрій гідроксиду об'ємом 39,9 см³ [$C(1/1\text{NaOH}) = 4 \text{ моль/дм}^3$]; бензоїл хлористий об'ємом 16,6 см³. Стежити за тим, щоб розчин весь час залишався слабколужним.

3. Осад бензоїл пероксиду відфільтрувати на лійці Бюхнера, промити водою та висушити на повітрі.

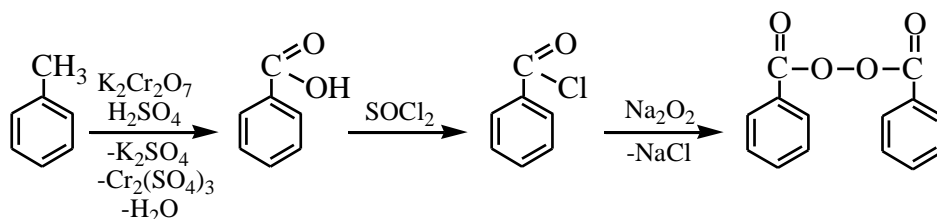
Назва сполуки та її формула	Вихідні сполуки			Необхідні кількості					Надлишок	
	Мольна маса, г/моль	Константи за літературними даними	Для розчинів – концентрація та густина	За рівнянням реакції		За розрахунками			Моль	%
				Кількість речовини, моль	Маса, г	Кількість речовини, моль	Кількість речовини, чисті речовини	Маса, г; об'єм, см ³		
CH_3  толуен	92	$\rho = 0,867 \text{ г/см}^3$ $T_{\text{кип.}} = 110,6 \text{ }^\circ\text{C}$		0,27	24,75	0,27	24,75 г 28,46 см ³	-	-	
KMnO_4 калій перманганат	158	$>240 \text{ }^\circ\text{C}$ розклад		0,54	85,32	0,535	84,15 г	-	-	
 бензойна кислота	122	$T_{\text{пл.}} = 122,5 \text{ }^\circ\text{C}$		0,20	24,77	0,20	24,77 г	-	-	
PCl_5 п'ятихлористий фосфор	208,5	$T_{\text{субл.}} = 159-169 \text{ }^\circ\text{C}$		0,20	41,7	0,204	42,57 г	0,004	2	
 бензоїл хлористий	242	$\rho = 1,2019 \text{ г/см}^3$ $T_{\text{кип.}} = 198 \text{ }^\circ\text{C}$		0,084	20,24	0,084	20,24 г 16,6 см ³	-	-	
H_2O_2 дигідроген пероксид	34	$\rho = 1,4649 \text{ г/см}^3$ $T_{\text{кип.}} = 80,2 \text{ }^\circ\text{C}$	$w = 10 \%$ $\rho = 1,035 \text{ г/см}^3$	0,042	0,76	0,202	6,88 г	0,16	380	
NaOH натрій гідроксид	40	$T_{\text{пл.}} = 327,6 \text{ }^\circ\text{C}$	$C(1/\text{INaOH}) = 4 \text{ моль/дм}^3$	0,084	3,36	0,16	6,38 г	0,076	90	

Інші шляхи синтезу

1.

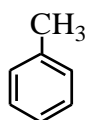


2.



Ідентифікація

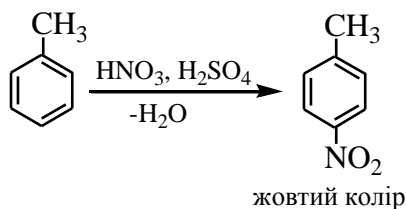
Толуен



$T_{\text{кип.}} = 110,6 \text{ }^\circ\text{C}$

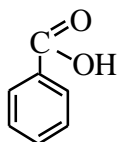
Якісні реакції

Нітрування



ПМР-спектр: δ , м. д. (CDCl_3): 2,35 с (3H, CH_3); 7,15 с (5H, C_6H_5).

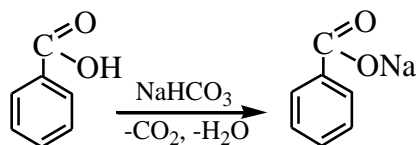
Бензоатна кислота

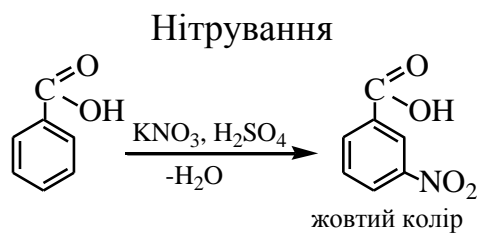


$T_{\text{пл.}} = 122,5 \text{ }^\circ\text{C}$

Якісні реакції

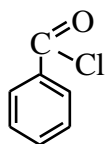
Взаємодія з NaHCO_3





ПМР-спектр: δ , м. д. (CDCl_3): 6-8,5 с (5H, C_6H_5); 10,5-12 с (1H, COOH).

Бензоїл хлористий

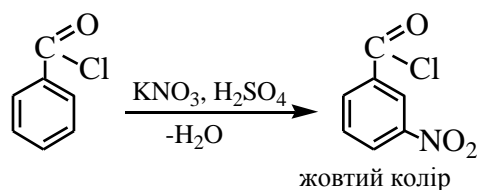


$T_{\text{кип.}} = 198\text{ }^\circ\text{C}$

Якісні реакції

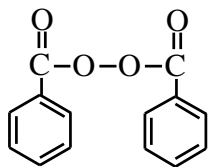
а) проба Бейльштейна: полум'я газового пальника забарвлюється у зелений колір;

б) нітрування



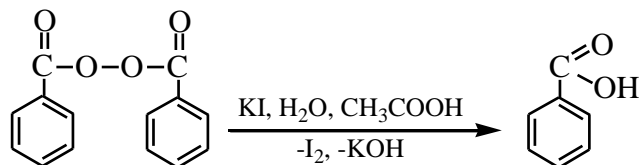
ПМР-спектр: δ , м. д. (CDCl_3): 6-8,5 с (5H, C_6H_5).

Бензоїл пероксид



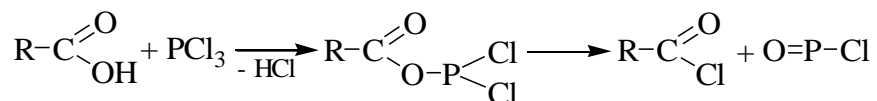
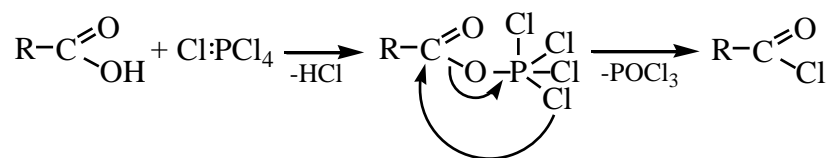
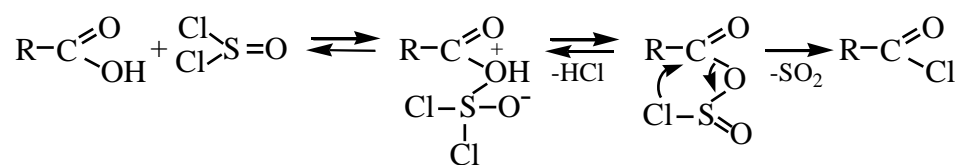
$T_{\text{пл.}} = 106-108\text{ }^\circ\text{C}$

Якісні реакції



ПМР-спектр: δ , м. д. (CDCl_3): 6-8,5 с (10H, C_6H_5).

Механізм одержання хлороангідридів карбонових кислот



Додатки

Прилади та установки



Рис.1. Крапельні та ділильні лійки.



Рис.2. Типи мішалок.



Рис. 3. Холодильники:

1 – ялинковий; 2 – прямий (Лібіха); 3 – Димрота; 4 – кульковий; 5 – повітряний.

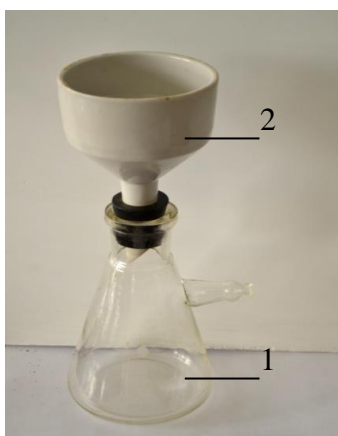


Рис. 4. Прилад для фільтрування:
1 – колба Бунзена; 2 – лійка Бюхнера.

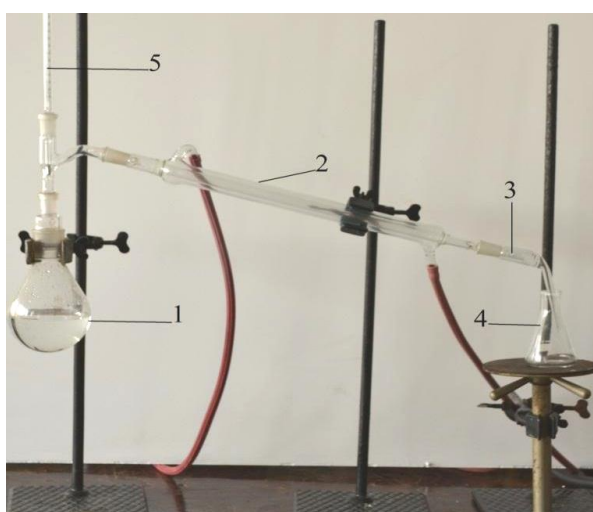


Рис. 5. Прилад для простої перегонки:
1 – колба Вюрца; 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приймач; 5 – термометр.

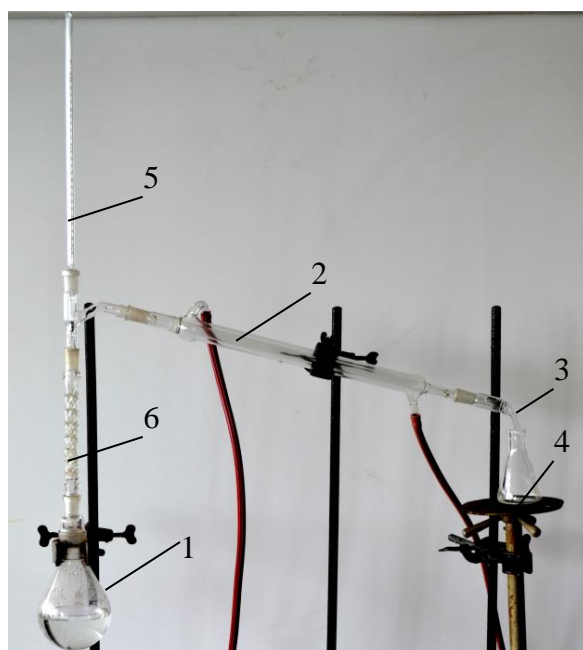


Рис. 6. Прилад для ректифікації:
1 – колба Вюрца; 2 – холодильник; 3 – алонж; 4 – приймач; 5 – термометр; 6 – дефлегматор.

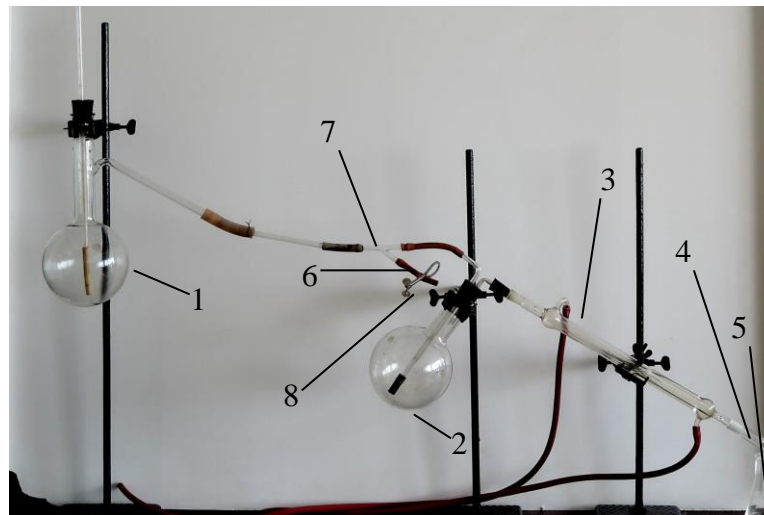


Рис. 7. Прилад для перегонки з водяною парою:
 1 – пароутворювач; 2 – колба для перегонки; 3 – водяний холодильник Лібіха;
 4 – алонж; 5 – приймач; 6 – запобіжна трубка; 7 – трійник; 8 – затискач.

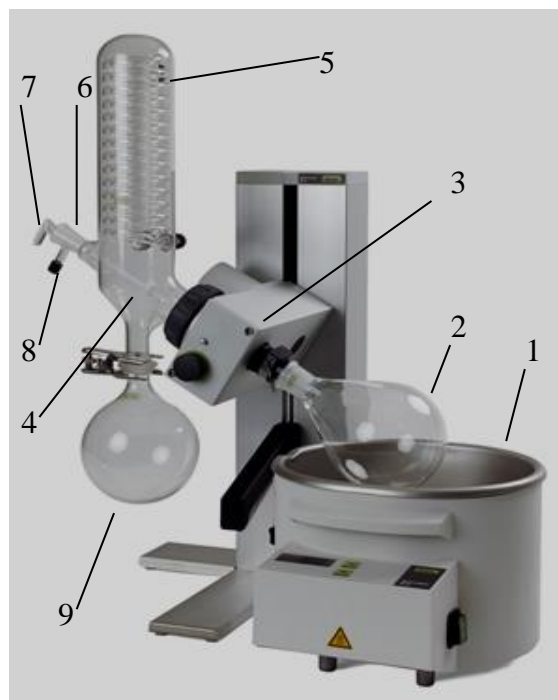


Рис. 8. Випарник ротаційного типу:
 1 – водяна баня; 2 – випарник (колба, що обертається); 3 – мотор та ущільнення;
 4 – перехід з двома горловинами та відводом; 5 – холодильник; 6 – трьохходовий кран;
 7 – відвід для сполучення з атмосферою; 8 – відвід для всмоктування розчину;
 9 – приймач дистилату.

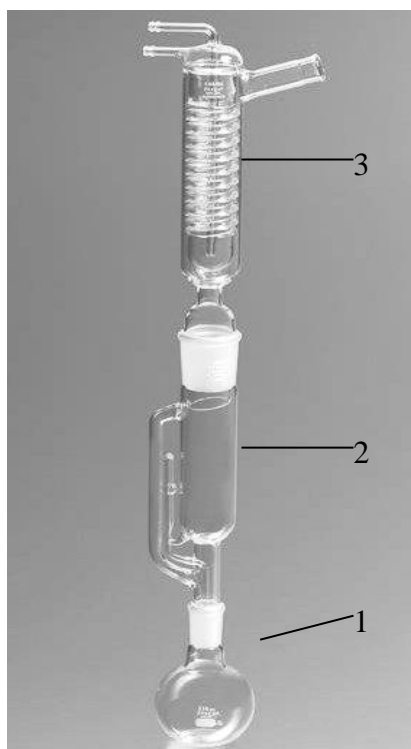


Рис. 9. Прилад (апарат) Сокслета:
1 – круглодонна колба; 2 – екстрактор; 3 – холодильник.

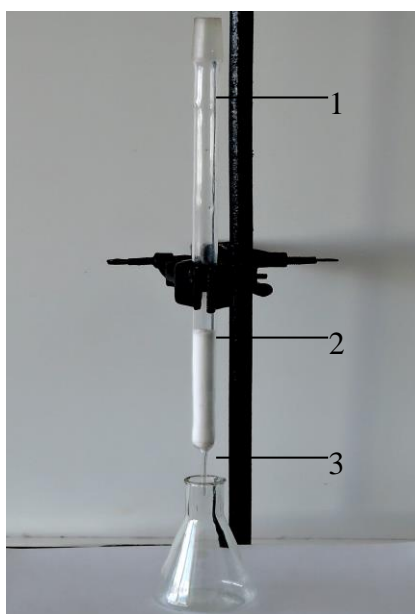


Рис. 10. Хроматографічна колонка:
1 – колонка; 2 – адсорбент; 3 – приймач.

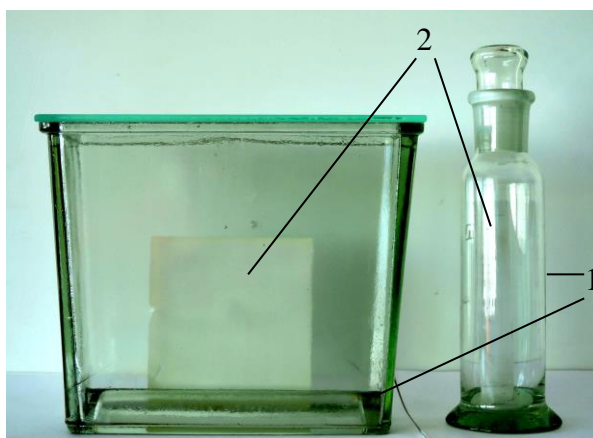


Рис. 11. Тонкошарова хроматографія:
1 – хроматографічна камера; 2 – хроматографічна пластинка.



Рис. 12. Прилади для висушування та зберігання речовин:
1 – ексикатор; 2 – вакуум-ексикатор.

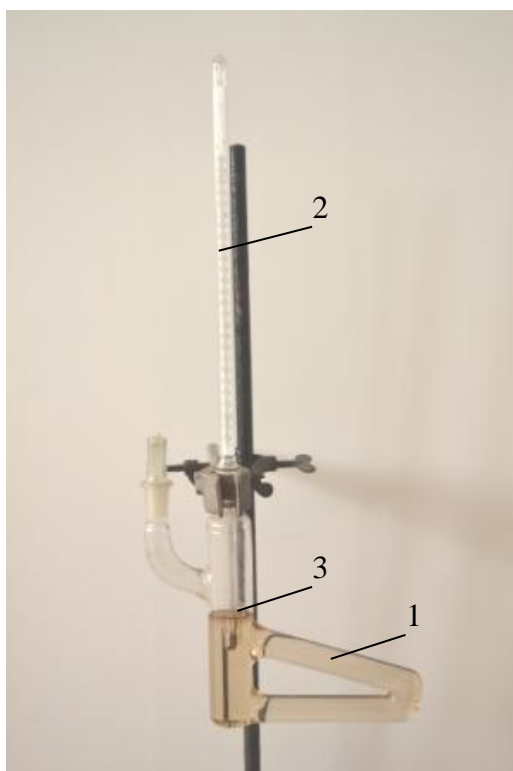


Рис. 13. Прилад для визначення температури плавлення:
1 – прилад Тіле; 2 – термометр; 3 – капіляр.

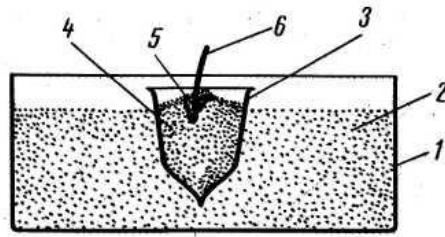


Рис.14. Алюмотермічне відновлення оксидів у піску:
 1 – металевий ящик; 2 – пісок; 3 – паперовий кульок; 4 – суміш оксиду з алюмінієм;
 5 – запальвальна суміш; 6 – стрічка магнію.

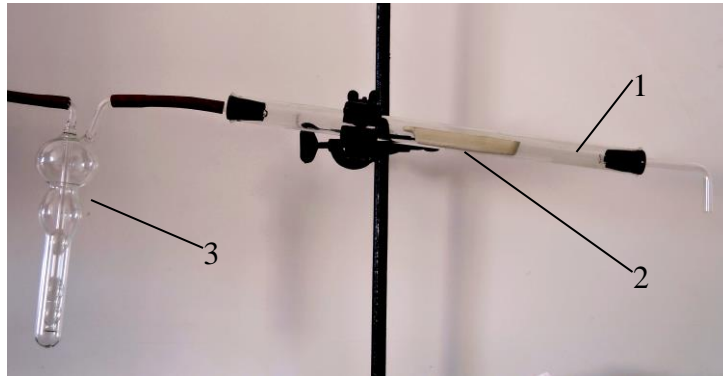


Рис. 15. Відновлення оксидів воднем:
 1 – скляна трубка; 2 – лодочка з оксидом; 3 – промивалка.

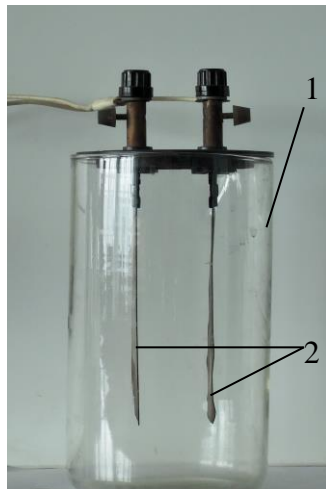


Рис. 16. Електроліз:
 1 – скляний електролізер; 2 – електроди.

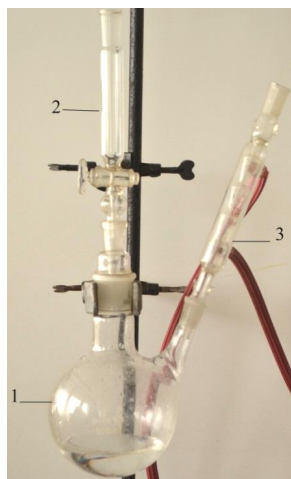


Рис.17. Прилад для одержання 1-бромобутану:
1 – двошийкова колба; 2 – крапельна лійка; 3 – зворотний холодильник.

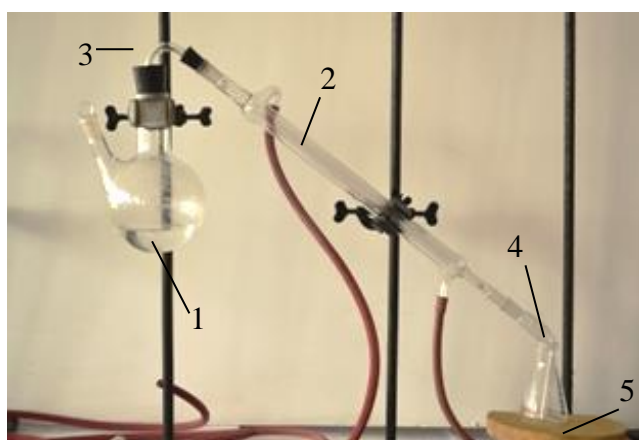


Рис.18. Прилад для відгонки 1-бромобутану:
1 – двошийкова колба; 2 – прямий холодильник; 3 – скляна трубка; 4 – алонж; 5 – приймач.

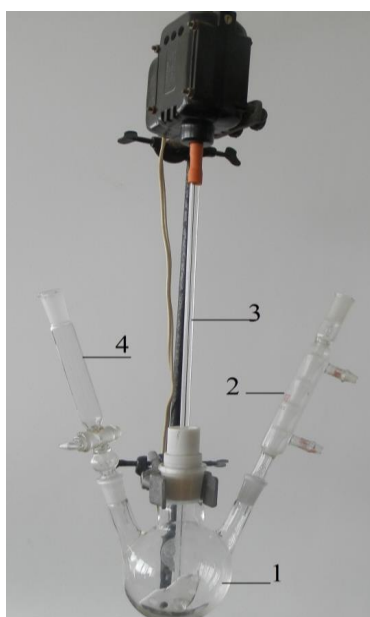


Рис.19. Прилад для одержання етилпропілового етеру:
1 – тришийкова колба; 2 – кульовий холодильник; 3 – механічна мішалка; 4 – крапельна лійка.

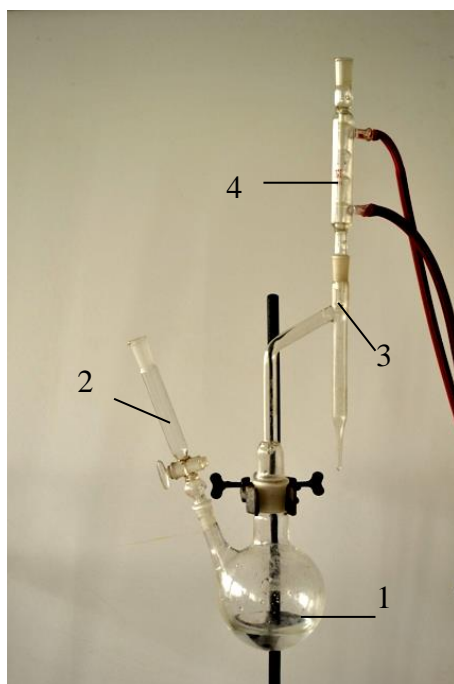


Рис. 20. Прилад для одержання бутилацетату:
 1 – двошійкова колба; 2 – крапельна лійка; 3 – насадка Діна-Старка; 4 – зворотний
 холодильник.

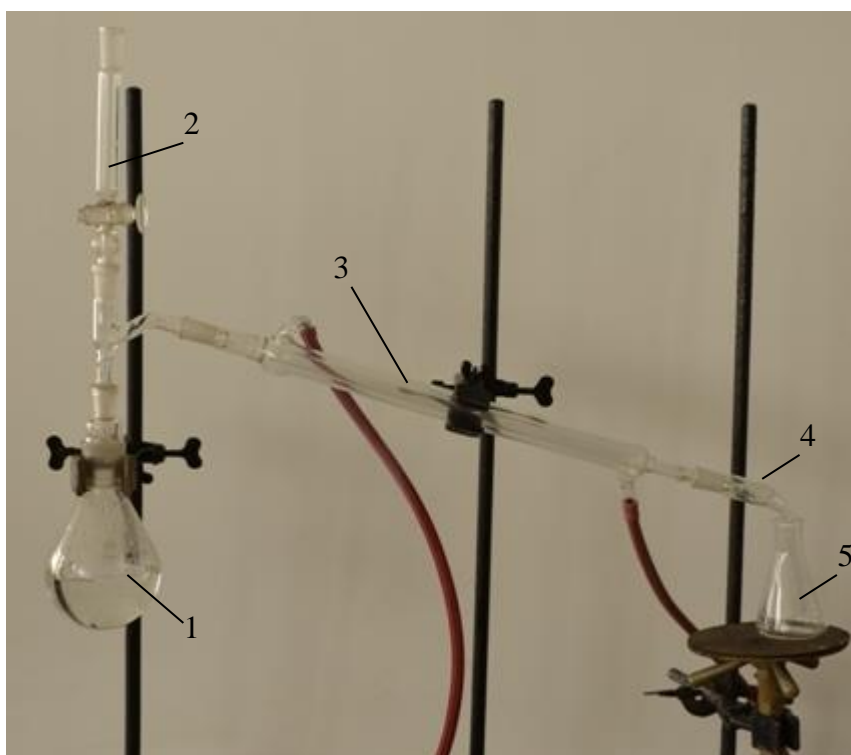


Рис.21. Прилад для одержання етилацетату:
 1 – колба Вюрца; 2 – крапельна лійка; 3 – холодильник Лібіха; 4 – алонж; 5 – приймач.

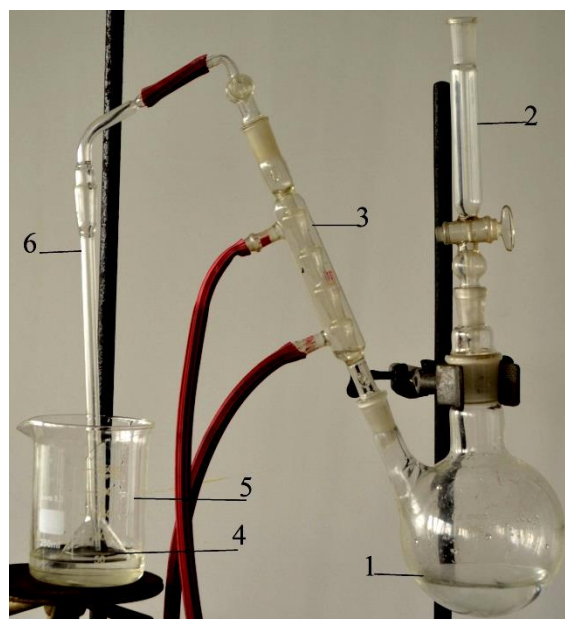


Рис. 22. Прилад для одержання бромобензену:
1 – двошийкова колба; 2 – крапельна лійка; 3 – зворотний холодильник; 4 – скляна лійка;
5 – хімічний стакан; 6 – вигнута скляна трубка.



Рис. 23. Прилад для одержання еозину:
1 – конічна колба; 2 – крапельна лійка.

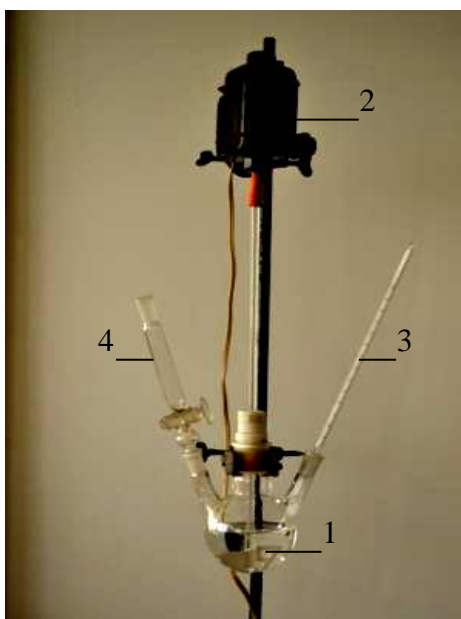


Рис. 24. Прилад для одержання дибензальацетону:
1 – тришийкова колба; 2 – механічна мішалка; 3 – термометр; 4 – крапельна лійка.

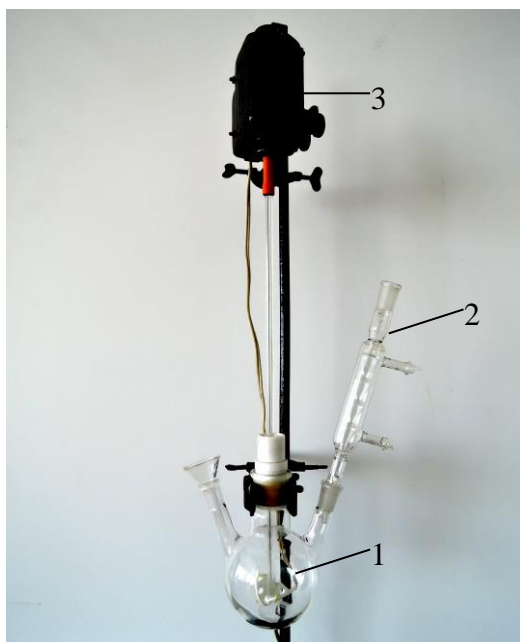


Рис. 25. Прилад для одержання бензоатної кислоти:
1 – тришийкова колба; 2 – кульковий холодильник; 3 – механічна мішалка.

Методичне видання

*Речицький Олександр Наумович
Кот Сергій Юрійович*

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до лабораторного практикуму та індивідуальні завдання
з методів синтезу неорганічних та органічних сполук

ISBN 978-617-7273-31-7

Підписано до друку 18.03.2016. Формат 60x 84/16.

Папір офсетний Наклад 300 примірників.

Гарнітура Times New Roman. Друк ризографія.

Ум. друк. арк. 7,04. Обл.-вид. арк. 7,57.

Замовлення № 271.

Книжкове видавництво ПП Вишемирський В.С.

Свідоцтво про внесення до державного реєстру суб'єктів видавничої справи:

серія ХС № 48 від 14.04.2005

видано Управлінням у справах преси та інформації
73000, Україна, м. Херсон, вул. 40 років Жовтня, 138.

Тел. (050) 133-10-13, (050) 514-67-88

e-mail: vvs2001@inbox.ru