

Волинський національний університет імені Лесі Українки

Факультет хімії та екології

Кафедра органічної та фармацевтичної хімії

Н. Ю. Сливка, Е. М. Кадикало, Л. П. Марушко

ОРГАНІЧНА ХІМІЯ

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

ЧАСТИНА I

2-ге видання, виправлене та доповнене

Луцьк – 2024

Рекомендовано до друку науково-методичною радою
Волинського національного університету імені Лесі Українки
(Протокол № 1 від 25 вересня 2024 р.)

Рецензенти:

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

Шемет В. Я. – кандидат хімічних наук, доцент кафедри харчових технологій та хімії Луцького національного технічного університету.

Сливка Н. Ю., Кадикало Е. М., Марушко Л. П.

С 47 **Органічна хімія:** методичні рекомендації до лабораторного практикуму.
Частина I. 2-ге вид., випр. та доп. Луцьк: ФОП Гетьманчук В.Г., 2024. 60 с.

Дані методичні рекомендації призначені для самостійної підготовки до лабораторних занять з органічної хімії студентів спеціальностей Хімія, Середня освіта (Хімія). Зміст і структура вказівок базуються на програмі навчальної дисципліни “Органічна хімія”.

Рекомендації містять методичні розробки лабораторних робіт з навчального курсу “Органічна хімія”, а також контрольні запитання та вправи до них.

Рекомендовано студентам 3-го курсу спеціальностей 102 Хімія та 014 Середня освіта (Хімія), викладачів та лаборантів, які проводять лабораторні заняття.

ЗМІСТ

ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА	4
РОЗДІЛ 1. ТЕХНІКА ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ	4
1.1. Основні вимоги і правила роботи в лабораторії органічної хімії	4
1.2. Посуд та прилади для проведення органічних синтезів	19
1.3. Правила збирання лабораторних приладів	27
РОЗДІЛ 2. МЕТОДИЧНІ РОЗРОБКИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ	31
2.1. Лабораторна робота № 1. Перекристалізація та сублімація органічних речовин	31
2.2. Лабораторна робота № 2. Фракційна перегонка бінарної суміші ацетон – вода. Визначення показника кута заломлення та розрахунок молекулярної рефракції для чистої речовини.....	34
2.3. Лабораторна робота № 3. Алкани, алкени, алкіни та арени	39
2.4. Лабораторна робота № 4. Синтез нітробензену	42
2.5. Лабораторна робота № 5. Синтез етилброміду	45
2.6. Лабораторна робота № 6. Синтез адипінової кислоти	48
2.7. Лабораторна робота № 7. Оксисполуки	51
2.8. Лабораторна робота № 8. Карбонільні сполуки.....	53
СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	57
ДОДАТКИ.....	58

ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА

Навчальна дисципліна “Органічна хімія” для студентів спеціальностей 102 “Хімія” і 014 “Середня освіта (Хімія)” викладається у 5-му та 6-му семестрах. У даному методичному виданні наведені методичні розробки лабораторних робіт, які виконуються у 5-му семестрі. Протягом цього часу студенти повинні виконати ряд лабораторних робіт із вивчення властивостей органічних сполук різних класів, а також виконати індивідуально декілька синтезів органічних сполук.

Дане методичне видання містить два розділи та додатки.

У першому розділі, присвяченому техніці лабораторних робіт, подані відомості про хімічний посуд і допоміжні пристрої, що використовуються при виконанні лабораторних робіт, а також правила техніки безпеки і заходи для надання першої медичної допомоги при роботі в хімічній лабораторії.

Другий розділ містить інформацію про вивчення властивостей органічних сполук, а також наведені доступні для виконання в лабораторних умовах синтези органічних сполук.

Додатки містять у собі короткі відомості про фізичні властивості деяких органічних сполук, що використовуються та одержуються у синтезах.

Як допуск до виконання лабораторної роботи на кожному занятті перевіряються знання студентами методики та техніки виконання експерименту, а також опрацювання контрольних запитань та вправ до кожної із лабораторних робіт.

РОЗДІЛ 1. ТЕХНІКА ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ
1.1. ОСНОВНІ ВИМОГИ І ПРАВИЛА РОБОТИ В
ЛАБОРАТОРІЇ ОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ

Загальні правила роботи в хімічній лабораторії

1. У хімічній лабораторії потрібно працювати в халаті.
2. Забороняється приносити в лабораторію верхній одяг, залишати сумки в проходах.
3. У лабораторії забороняється бігати, голосно розмовляти, їсти, палити.
4. Кожен студент повинен працювати тільки на закріпленому за ним робочому місці.
5. Робоче місце потрібно утримувати в чистоті і порядку, не загроможувати його предметами, які не стосуються даної роботи.
6. Категорично забороняється працювати в лабораторії самостійно у відсутності лаборанта чи викладача.
7. Починати виконання лабораторної роботи можна лише з дозволу викладача.
8. При виконанні будь-якої роботи потрібно дотримуватись обережності, пам'ятаючи, що неакуратність, неуважність, недостатнє знайомство з приладами і властивостями речовин може бути причиною нещасних випадків.
9. Хімічні реакції слід проводити у строгій відповідності до методичних рекомендацій. Категорично забороняється будь-яке відхилення від умов виконання дослідів, що описані в методичній розробці.
10. Під час роботи слід зберігати тишу, порядок і дотримуватись правил безпеки; забороняється займатися сторонніми справами.
11. Після закінчення роботи необхідно прибрати робоче місце, вимкнути електроприлади, перекрити газ і воду, здати робоче місце лаборантові (черговому студентові).

Правила безпеки під час роботи в хімічній лабораторії

Загальні вимоги

1. Хімічні досліді необхідно проводити в тих умовах і порядку, з такими кількостями й концентраціями речовин і приладами, які зазначені в інструкції до проведення експерименту.

2. Хімічні реактиви для дослідів видає лаборант у кількостях, необхідних для даного експерименту.
3. Доступ студентів до місця зберігання хімічних реактивів повинен бути виключений.
4. Під час проведення дослідів залишати робоче місце не дозволяється.
5. Працювати з високотоксичними речовинами (хлорангідриди кислот, бром, хлор, оксид карбону, галогенопохідні фосфору, синильна кислота та ін.), а також проводити досліди, які супроводжуються виділенням шкідливих газів і пари, треба лише у витяжній шафі зі справною діючою вентиляцією.
6. Категорично забороняється користуватись речовинами з посуду, що не має етикеток.
7. Визначаючи речовину за запахом, необхідно легким рухом долоні над горлом посудини спрямувати пару або газ до носа і вдихати обережно, не нахилиючись до посудини.
8. Не дозволяється брати реактиви незахищеними руками. Для цього слід використовувати ложки, шпателі або совочки.
9. Насипати або наливати реактиви необхідно на столі: сухі – над аркушем паперу, рідкі – над скляною посудиною. Розсипаний або розлитий реактив не дозволяється зсипати або зливати назад у основну тару.
10. Закріплювати хімічний посуд (колби, стакани тощо) у тримачах штатива слід обережно, обертаючи його навколо осі, поки не відчується невелике утруднення в обертанні.
11. Нагрівати хімічні реактиви для дослідів необхідно тільки у тонкостінному скляному або фарфоровому посуді. Під час нагрівання рідин не можна заглядати згори в посудину для запобігання травм внаслідок розбризкування нагрітої речовини. Всі досліди, пов'язані з застосуванням або використанням отруйних речовин, а також отруйних парів і газів, дозволяється проводити тільки у витяжній шафі, дверцята повинні бути опущені на 1/3. У випадку зупинки вентилятора досліди у витяжній шафі повинні бути негайно припинені. При нагріванні і кип'ятінні розчинів в пробірці необхідно користуватись тримачами і слідкувати за тим, щоб отвір пробірки не був звернений в бік інших студентів.

12. Не можна нагрівати закоркованими ніякі посудини чи апарати, крім спеціально для цього призначених.

13. Нагрівання летких та горючих рідин (ефір, петролейний ефір, бензин, ацетон, бензен, спирт та ін.) слід проводити тільки на водяній бані, а не на відкритому полум'ї. Категорично забороняється ставити склянки з горючими та легкозаймистими рідинами поблизу відкритого полум'я.

14. Категорично забороняється виливати в раковину залишки концентрованих кислот, лугів, вогнебезпечні рідини та речовини з різким неприємним запахом, кидати в раковину папір, вату, сірники, осадки та інші тверді речовини. Для цього потрібно використовувати спеціально призначені склянки.

15. Заборонено пробувати речовини на смак.

16. Заборонено проводити досліди в брудному посуді. Не дозволяється залишати речовини у посуді без етикеток або підписів. Заборонено використовувати реактиви з банок, які не мають етикеток. При невпевненості в підписі на етикетці слід звернутися до лаборанта або викладача.

17. При запалюванні пальника спочатку потрібно обмежити до мінімуму доступ повітря, потім запалити сірник, відкрити газовий кран і піднести сірник збоку до отвору пальника; поступово збільшуючи надходження повітря, одержати окисне полум'я (яке має блакитний колір); відрегулювати висоту полум'я до необхідної шляхом обмеження або збільшення подачі газу. При цьому потрібно враховувати, що значний надлишок повітря при запалюванні пальника і під час користування ним може привести до відриву полум'я від пальника.

Правила безпечної роботи з кислотами і лугами

1. Концентровані кислоти, а також аміак необхідно обережно наливати під витяжкою, щоб запобігти травмам.

2. Переносити або навіть підіймати склянки з агресивними реактивами за шийку посудини не дозволяється.

3. Для одержання розчинів із концентрованих кислот необхідно лити **кислоту у воду**, а не навпаки, постійно перемішуючи. Розчинення концентрованої кислоти у воді (особливо сульфатної) супроводжується сильним нагріванням і розбрикуванням рідини, що може призвести до опіків.

4. Для розбавлення концентрованих кислот, їх змішування, а також для змішування речовин, яке супроводжується виділенням теплоти, потрібно користуватися хімічним тонкостінним скляним або фарфоровим посудом.

5. Щоб уникнути опіків порожнини рота, а також отруєння, забороняється набирати розчини кислот, лугів та інших агресивних рідин у піпетку ротом. Для засмокування цих речовин потрібно користуватися піпетками з різними пастками та гумовою грушею.

6. Розчиняти луги слід у фарфоровому посуді, повільно додаючи до води невеликі порції лугу при безперервному перемішуванні. Шматочки лугу можна брати тільки пінцетом або щипцями.

7. Під час проведення всіх операцій з кислотами і лугами треба обов'язково застосовувати засоби індивідуального захисту: халат та гумовий фартух, гумові рукавиці, захисні окуляри тощо.

8. Відпрацьовані кислоти і луги слід збирати в спеціально призначений посуд окремо і зливати в каналізацію тільки після нейтралізації.

9. Розлиті кислоти або луги необхідно негайно засипати піском, нейтралізувати і після цього прибрати.

Правила безпечної роботи з металічним натрієм

1. Лужний метал натрій енергійно взаємодіє з водою, при цьому виділення водню може супроводжуватися вибухом. Тому під час роботи з металічним натрієм потрібно бути особливо обережним.

2. Не можна допускати, щоб натрій мав контакт з водою, вологими предметами, органічними сполуками, які містять хлор, твердим карбон (IV) оксидом (сухим льодом).

3. Усі роботи з металічним натрієм треба виконувати на піддонах у витяжній шафі, використовуючи захисні окуляри і гумові рукавиці, якомога далі від джерел води і тепла.

4. Не дозволяється працювати з натрієм за вологості в приміщенні, яка перевищує 60 %.

5. Зберігати металічний натрій необхідно в скляній тарі, яка щільно закрита корком, під шаром зневодненого гасу, парафіну або трансформаторного мастила. Банки зберігаються в металевому ящику з піском.

6. Виймати металічний натрій з тари, завантажувати його в апарати тощо треба лише сухим пінцетом або тигельними щипцями. Гас, парафін та трансформаторне мастило з поверхні металу витирають фільтрувальним папером.

7. Різати металічний натрій потрібно на фільтрувальному папері сухим і гострим ножем. Первинне різання натрію треба виконувати під шаром трансформаторного мастила або гасу для зняття верхнього пероксидного шару, оскільки внаслідок контакту пероксидних сполук із чистим металом на відкритому повітрі може статися вибух.

8. Відходи (обрізки) металічного натрію необхідно збирати в окремі банки зі зневодненим гасом для наступного знищення в той самий день. Нагромаджувати залишки натрію не дозволяється.

9. Викидати залишки металічного натрію в каналізаційну раковину або тару для збирання сміття не дозволяється.

10. Прилади і посуд, в яких можлива наявність частинок металічного натрію, треба спочатку промити етиловим спиртом і тільки після цього, коли увесь метал розчиниться в ньому, можна промивати водою.

11. Для гасіння металічного натрію, який загорівся, треба користуватися порошковим вогнегасником, сухим піском, сухою магnezією або ковдрою. Не дозволяється застосовувати для гасіння лужних металів воду, пінні вогнегасники та карбону (IV) оксид (вуглекислоту).

Правила безпечної роботи з металічною ртуттю

1. Робота з металічною ртуттю проводиться лише у витяжній шафі з включеною вентиляцією. Прилад та посудини для роботи розміщаються на металевому емальованому піддоні.

2. Ртуть зберігається у тефлонових або скляних банках під шаром води.

3. Ртутні термометри для вимірювання температури не можна застосовувати для перемішування реакційної суміші.

4. Для вимірювання температури бані термометр необхідно закріпити на

штативі за допомогою лапки.

5. Для вимірювання температури реакційної суміші термометр має бути належним чином закріплений в колбі.

6. Кожен термометр має робочий діапазон температур. Не дозволяється нагрівати реакційну суміш до температури, яка є вищою за максимальне значення температури для даного термометра.

7. Термометр при збиранні приладу вставляється останнім, а при розбиранні виймається першим.

8. Не можна класти термометр близько до краю стола або витяжної шафи.

9. Якщо у приладі з термометром має ще працювати механічна мішалка, то остання не має торкатися термометра у процесі перемішування.

10. Категорично забороняється викидати залишки розбитого термометра у раковину або в корзину для сміття.

11. Для запобігання отруєння парами ртуті розбитого термометра необхідно вжити наступних заходів:

а) якщо термометр розбився у колбі, то рештки термометра акуратно вийняти з колби (у витяжній шафі) і покласти у великий хімічний стакан з водою. Залишки ртуті з колби також злити у цей стакан. Все це віддати лаборантові.

б) якщо термометр розбився на столі або на підлозі, необхідно попередити студентів, які працюють поруч і не ходити по тому місці. Видимі краплі ртуті слід зібрати на листочок паперу згорнутий човником і злити у склянку з водою. Дрібні частинки ртуті збираються за допомогою щітки з тоненького мідного дроту попередньо змоченої у концентрованій нітратній кислоті. Після цього місце де була розлита ртуть обробляється 10 % розчином ферум (III) хлориду і залишається на добу. Через добу змивається гарячою водою.

Правила безпечної роботи з органічними розчинниками

На заняттях в хімічній лабораторії використовуються органічні розчинники, які мають значну токсичність і утворюють з повітрям вибухонебезпечні суміші: ацетон, бензин, бензен, етиловий, бутиловий і метиловий спирти тощо.

За ступенем небезпечності розчинники, які застосовуються в хімічній лабораторії, належать до трьох груп:

- розчинники, які зумовлюють здебільшого гострі отруєння з переважаючим явищем наркозу, – бензин, етиловий і бутиловий спирти, ацетон;
- розчинники більш токсичні, які спричиняють гострі отруєння, – метиловий спирт (метанол) тощо;
- розчинники, які мають високу токсичність, крім гострих отруєнь спричиняють стійкі зміни функції кровоносних органів і нервової системи, – бензен тощо.

За ступенем пожежної безпеки більшість із них належить до легкозаймистих та вибухонебезпечних (етери, естери, спирти, ацетон, бензен, хлороформ, чотирихлористий вуглець, тетрагідрофуран тощо).

1. Під час роботи з органічними розчинниками потрібно бути особливо обережним, роботу виконувати у витяжній шафі.

2. Прилад, у якому демонструють дослід, пов'язаний з небезпекою вибуху, з боку працюючого повинен бути захищений екраном із органічного скла. Експериментатор захищає очі окулярами або маскою з козирком із оргскла.

3. Перед початком роботи з легкозаймистими розчинниками всі пальники, які є у витяжній шафі, де виконується дослід, треба загасити, а електричні нагрівники – вимкнути.

4. Роботу, пов'язану з небезпекою загоряння, спалаху або вибуху, треба виконувати стоячи.

5. Нагрівання і перегонку легкозаймистих і горючих органічних розчинників дозволяється виконувати лише на водяній або паровій бані, використовуючи електронагрівачі. Ці речовини забороняється нагрівати у відкритих колбах на газовому пальнику та відкритих електроплитках; переганяти їх досуха.

6. Не дозволяється виливати в каналізацію органічні розчинники. Відпрацьовані рідини потрібно збирати у призначену тару, що герметично закривається, і знищувати в місцях, погоджених із органами санітарного та пожежного нагляду.

7. Якщо в лабораторії розлито невелику кількість органічного розчинника (до 0,05 л), треба загасити відкрите полум'я у всьому приміщенні і провітрити його.

Правила електробезпеки

Поводження з електроприладами в хімічній лабораторії потребує великої обережності й безумовного виконання правил електробезпеки.

У хімічній лабораторії треба використовувати електронагрівачі закритого типу та інше електричне обладнання тільки заводського виготовлення. При експлуатації слід користуватися паспортом та інструкцією заводу-виробника.

Правила користування витяжною шафою

1. Витяжну шафу вмикають не пізніше, ніж за 15 хв. до початку роботи.

2. Стулки витяжної шафи під час роботи мають бути максимально закритими з невеликим зазором для тяги. Відкривати їх дозволяється тільки на час використання встановлених у шафі приладів або в разі іншої потреби на висоту, зручну для роботи, але не більше, як половина висоти отвору.

3. Підняті стулки під час роботи у витяжній шафі закріплюють за допомогою наявних для цього пристроїв.

4. Якщо витяжна шафа має кілька стулок, то ті, якими не користуються, повинні бути закритими. У випадку недотримання цього правила знижується ефективність вентиляції.

5. Щоб запобігти проникненню шкідливих газів і пари з витяжної шафи до приміщення лабораторії, вентиляцію треба відрегулювати так, щоб у шафі утворювалося невелике розрідження.

Правила роботи зі скляним лабораторним посудом

1. Під час роботи на установці, виготовленій зі скла або з елементами зі скла, в умовах, коли є хоч невелика ймовірність аварії, необхідно обгородити всю установку захисним екраном із оргскла, а найнебезпечніші ділянки установки – металевою сіткою або металевим кожухом.

2. Під час монтажу скляних приладів застосовувати надмірні зусилля не дозволяється. При з'єднанні окремих частин зі скла необхідно захищати руки тканиною.

3. Щоб полегшити складання приладів, кінці скляних трубочок змочують водою, вазеліном або гліцерином.

4. Усі види механічної і термічної обробки скла потрібно виконувати з використанням захисних окулярів.

5. Щоб обрізати скляну трубку або паличку, необхідно зробити на ній надріз напилком або іншим інструментом, який ріже скло, після чого взяти трубку обома руками і легким натиском у напрямі, протилежному надрізу, зламати її.

Після розлому гострі кінці слід оплавити або обробити шліфшкіркою.

Якщо хімічні реактиви знаходяться в ампулах, то для їх відкривання необхідно обережно зробити надріз, як у випадку зі скляною паличкою, відламати шийку ампули, тримаючи ампулу над лотком або іншою посудиною. Потім обережно пересипати або перелити вміст ампули у заздалегідь заготовлену склянку (наприклад, бром чи йод необхідно тримати в посудині, виготовленій із темного скла).

6. Кінці скляних трубок і паличок, які застосовують для розмішування розчинів та з іншою метою, мають бути оплавлені.

7. Для змішування або розбавлення речовин, які супроводжуються виділенням теплоти, а також для нагрівання хімічних речовин слід використовувати фарфоровий або тонкостінний скляний посуд.

8. Пробірки, круглodonні колби, фарфорові чашки можна нагрівати на відкритому вогні, плоскodonні колби і склянки слід нагрівати тільки на металевому розсікачі полум'я.

9. Посудину з гарячою рідиною не можна закривати притертим корком доти, поки вона не охолоне.

10. Щоб відкрити корок, який заклинив, необхідно спочатку обережно постукати по обводу пробки знизу догори дерев'яним молоточком або брусом. Якщо це не допомагає, потрібно обережно підігріти шийку посудини так, щоб не нагрілась вся посудина. Нагрівати можна рушником, змоченим гарячою водою, обгорнувши ним шийку посудини або над полум'ям спиртового пальника, обертаючи посудину навколо осі, не торкаючи її до полум'я. Не можна нагрівати посудину над відкритим полум'ям, якщо в посудині містяться легкозаймисті, вибухонебезпечні або отруйні речовини.

11. Великі хімічні склянки слід піднімати обома руками так, щоб відігнуті краї (бортики) спиралися на вказівний та великий пальці.

12. Установку або окремі частини її, які перебувають під вакуумом, слід захищати дротяним екраном (сіткою); під час роботи з ними користуватися захисними окулярами.

13. Скляні посудини, призначені для роботи під вакуумом, заздалегідь випробовують на максимальне розрідження. Перед випробуванням посудину потрібно обгорнути рушником або натягнути на неї металеву сітку. Такі самі заходи безпеки застосовують під час проведення фільтрування під розрідженням. Застосовувати плоскодонний посуд (перегонну колбу, приймач) у вакуумних установках і приладах не дозволяється.

14. Тонкостінну посудину під час закривання гумовим корком (наприклад, при виготовленні промивалки) тримають за верхню частину шийки, корок злегка повертають, руки при цьому захищають рушником.

15. Роботу з отруйними, вогне- і вибухонебезпечними речовинами, а також роботи, які проводяться під тиском або вакуумом, слід виконувати в приладах і посуді з високоякісного, термостійкого скла.

16. Нагріваючи рідину в пробірці або колбі, необхідно закріплювати їх так, щоб отвір пробірки або шийка колби були спрямовані в напрямі від себе і сусідів по роботі; при цьому посуд наповнюють рідиною не більше, ніж на третину об'єму. Протягом усього процесу нагрівання не дозволяється нахилитися над посудиною і заглядати в неї.

17. При нагріванні хімічних речовин у пробірці або колбі не дозволяється тримати їх руками, треба закріплювати в тримачі для пробірок або в лапці штатива (затискач повинен бути біля отвору пробірки).

18. Під час миття скляного посуду треба пам'ятати, що скло крихке, легко ламається і тріскається від ударів, різкої зміни температури. Для миття посуду щітками ("йоржами") дозволяється спрямовувати дно посудини тільки від себе або донизу.

Надання першої (долікарської) медичної допомоги потерпілим

Під час проведення лабораторних занять в хімічній лабораторії можливі нещасні випадки (отруєння, хімічні й термічні опіки, травмування осколками скла тощо). Слід пам'ятати, що чим швидше буде надано допомогу потерпілому, тим менше буде негативних наслідків. Кожен працюючий повинен знати, де в лабораторії знаходиться аптечка з медикаментами, уміти надати першу допомогу при різних травмах. У випадку необхідності потрібно негайно викликати швидку допомогу.

Перша допомога у випадку отруєнь

1. Отруєння карбон (II) оксидом

Ознаки отруєння: запаморочення, головний біль, слабкість, блювання, шум у вухах, судороги і втрата свідомості.

Перша допомога: негайно вивести потерпілого на свіже повітря, звільнити від одягу, який заважає диханню, давати вдихати кисень (чистий або з добавкою вуглекислоти (CO₂) з масовою часткою 5 %) Потерпілого потрібно тримати в теплі, зігрівати грілками або теплими компресами до рук і ніг. При потребі – робити штучне дихання до прибуття лікаря.

2. Отруєння сірководнем

Ознаки отруєння: запаморочення, головний біль, нудота, загальна слабкість. У деяких випадках може настати раптова смерть внаслідок ураження дихальних шляхів.

Перша допомога треба забезпечити потерпілому доступ свіжого повітря, дати вдихати кисень з добавкою вуглекислоти з масовою часткою 5–7 %.

3. Отруєння оксидами Нітрогену

Ознаки отруєння: оксиди Нітрогену насамперед діють на слизову оболонку і дихальні шляхи, потім зумовлюють подразнення очей, сухість у горлі, кашель, іноді нудоту і блювання. Отруєння оксидами Нітрогену особливо небезпечно для осіб, які страждають захворюваннями серця.

Перша допомога: потерпілому дати дихати чистим киснем. У зв'язку з можливим набряканням легень і порушенням кровообігу слід уникати всяких зусиль, потрібен повний спокій. Не допускати охолодження тіла.

4. Отруєння хлором

Ознаки отруєння: подразнення верхніх дихальних шляхів, за тривалої дії кашель посилюється і може завершитися спазмом окремих ділянок дихальних шляхів, може зупинитись дихання. Навіть за короткочасної дії хлору треба остерігатися гострого набрякання легень.

Перша допомога: негайно вивести потерпілого на свіже повітря, звільнити від одягу, що заважає диханню. Дати дихати киснем або вдихати з ватки нашатирний спирт з етанолом, можна дати випити суспензію магнію оксиду (10 г на склянку води). Покласти до рук і ніг потерпілого теплі компреси.

5. Отруєння сірчистим газом

Ознаки отруєння: подразнення слизових оболонок, кашель і чхання.

Перша допомога: потерпілого вивести на свіже повітря, вдихати нашатирний спирт з етанолом, застосувати інгаляцію розчином питної соди з масовою часткою натрію гідрогенкарбонату 2 %.

6. Отруєння амоніаком

Ознаки отруєння: подразнення слизових оболонок, сльозотеча і запалення очей, сильний кашель, жар у горлі. Крім того, у потерпілого з'являються нудота і приступи задухи.

Перша допомога: при отруєнні через вживання рідини з амоніаком дати випити велику кількість води з додаванням до неї оцтової кислоти, викликати блювання, дати молока, яєчний білок, при отруєнні внаслідок вдихання амоніаку вивести потерпілого на свіже повітря, вдихати пари розведеної оцтової кислоти.

7. Отруєння органічними рідинами

У разі потрапляння в організм через рот отруйних органічних рідин: ацетон, формалін, метанол, анілін тощо – необхідно викликати блювання, а потім дати молока і яєчний білок.

При отруєннях в інших випадках необхідно:

при отруєнні сірковуглецем – потерпілого вивести на свіже повітря, давати вдихати нашатирний спирт, дати валідол, напоїти міцним солодким чаєм;

при отруєнні натрію фторидом – створити потерпілому повний спокій, поїти молоком з яєчним білком або дати вапняну воду;

при отруєнні сульфатною кислотою – дати проковтнути шматочок льоду і покласти лід на живіт, прополоскати рот розчином калію перманганату з масовою часткою 2 %, пити молоко, яєчний білок, розчин крохмалю.

Перша допомога при опіках

Під час роботи в хімічній лабораторії найбільш імовірними є термічні і хімічні опіки.

1. При термічних опіках першого ступеня уражене місце обробляють етиловим спиртом, після чого накладають суху стерильну пов'язку або чисту тканину і звертаються до дерматолога. Ні в якому разі не можна проколувати пухир, змочувати місця опіків водою припікати їх розчином калій перманганату, брильянтової зелені, розчином йоду, застосовувати “народні засоби”, різні олії, вазелін, бо вони тільки підсилюють опіки, сповільнюють загоєння ран. При важких опіках необхідно негайно відправити потерпілого до лікувального закладу.

2. У випадку хімічних опіків уражену ділянку шкіри треба промити великою кількістю прохолодної води протягом 15–20 хв. (забороняється обробляти обпечені місця ватним тампоном), потім промивають розчином питної соди з масовою часткою натрію гідрогенкарбонату 2 % (при потраплянні кислоти) або розчином оцтової чи лимонної кислоти з масовими частками 1–2 % (при потраплянні лугу) промивають водою і накладають марлеву пов'язку з риванолом або фурациліном.

При опіках під час роботи з металічним натрієм, а також фосфором необхідно ватним тампоном зняти з поверхні шкіри ці речовини, а потім промити великою кількістю води.

При опіках фенолом уражене місце від країв до центру обробляють етиловим спиртом.

При опіках бромом слід швидко змити бром за допомогою етанолу. Після цього ушкоджене місце змазують маззю від опіків. У випадку вдихання парів бромового слід змочити вату етиловим спиртом і глибоко вдихати пари спирту, а потім випити молоко і вийти на свіже повітря.

Перша допомога при опіках очей

1. При потраплянні в око будь-якої хімічної речовини необхідно ретельно промити його великою кількістю води.

2. Опіки очей під час роботи в хімічній лабораторії найчастіше спричиняються кислотами і лугами. При опіках кислотою безпосередньо після опіку видно ділянку і важкість ураження. Спостерігається почервоніння, у важких випадках – омертвіння тканини і в подальшому – відторгнення омертвілої тканини.

3. При опіках лугом не завжди видно відразу важкість ураження. Спостерігається почервоніння кон'юнктиви, помутніння рогівки, хворі не завжди звертаються до лікаря. Проте через 1–2 дні стан погіршується, рогівка мутніє, і людина може втратити зір. Усе це трапляється внаслідок того, що при опіках кислота безпосередньо пошкоджує тканини, до яких дотикається, а луг просочується між клітинами і спричиняє руйнівну дію на саму тканину.

4. При потраплянні в око кислоти найкраще відразу промити його чистою проточною водою, а потім накласти ватний тампон, змочений розчином натрій гідрогенкарбонату з масовою часткою 3 %.

5. Промивати очі при потраплянні лугу слід водою, а після цього – розчином боратної кислоти з масовою часткою 2 % (1 чайна ложка боратної кислоти на склянку води). Після заключного промивання очей чистою водою під повіки вводять 2–3 краплі альбуциду з масовою часткою розчиненої речовини 30 %.

6. Промивати очі після опіку необхідно ретельно протягом 20–30 хв., а потім обов'язково звернутися до лікаря.

Перша допомога при пораненні

Той, хто подає допомогу при пораненні, повинен з милом помити руки, а якщо це неможливо – змазати пальці йодною настоянкою. Торкатися рани навіть вимитими руками не дозволяється. Не дозволяється обмивати рану водою.

При незначних порізах рану обробляють йодною настоянкою і накладають марлеву пов'язку, яка захищає організм від мікробів і сприяє швидкому зсіданню крові.

При пораненні склом або іншим предметом рану промивають великою кількістю дистильованої води або тампоном, змоченим етиловим спиртом; виймають осколки скла і знову промивають рану спиртом. Якщо рана забруднена, бруд видаляється лише навкруги, але ні в якому разі не з глибинних шарів рани.

Шкіру навколо рани обробляють йодною настоянкою або розчином брильянтової зелені, перев'язують і звертаються до медпункту.

При серйозному порізі й сильній кровотечі необхідно накласти джгут вище рани, покрити рану стерильною марлею і негайно викликати лікаря.

1.2. ПОСУД ТА ПРИЛАДИ ДЛЯ ПРОВЕДЕННЯ ОРГАНІЧНИХ СИНТЕЗІВ

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

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

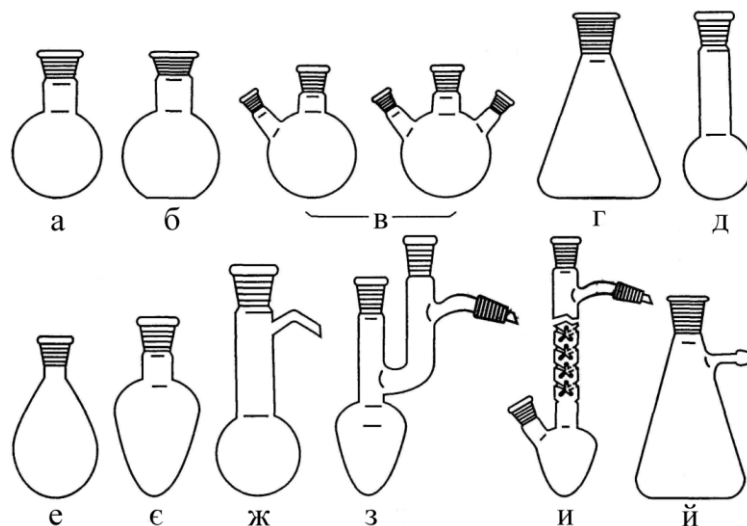


Рис. 1. Колби:

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

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

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

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

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

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

Колби спецпризначення:

- Бунзена – для фільтрування;
- Вюрца – для перегонки;
- Ерленмейєра – для пароутворення;
- Арбузова, Кляйзена – для синтезів;
- К'ельдаля – в кількісному аналізі.

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

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

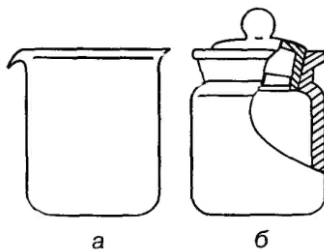


Рис. 2. Хімічний посуд:
а – стакан; б – бюкс.

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



Рис. 3. Чашки для хіміко-лабораторних робіт.

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

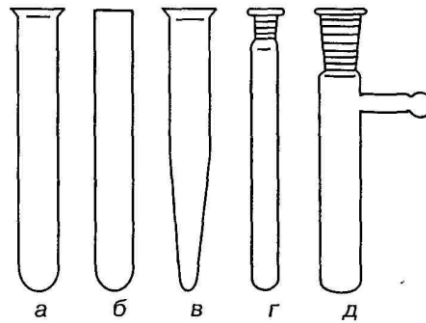


Рис. 4. Пробірки:

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

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

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

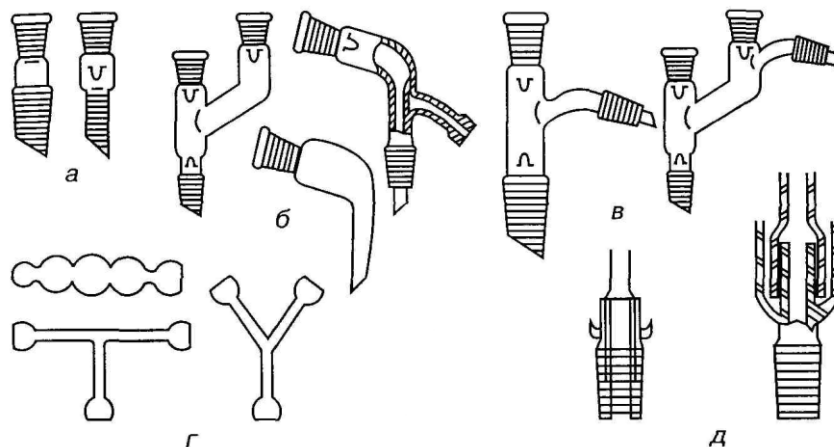


Рис. 5. Найважливіші сполучні елементи:

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

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

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

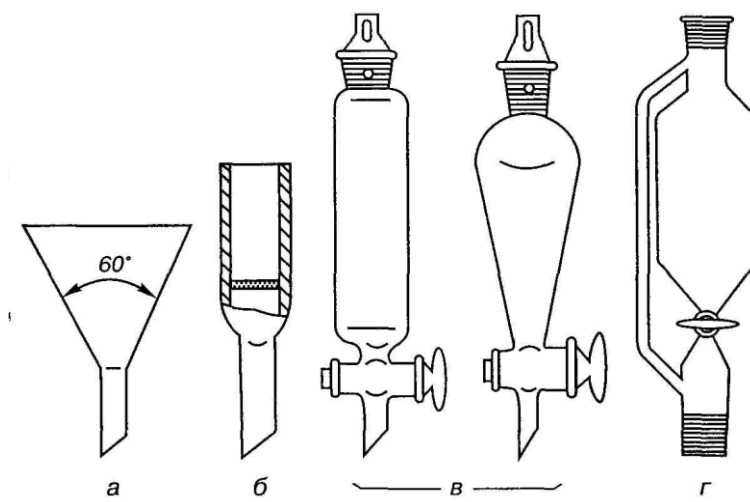


Рис. 6. Лійки:

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

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

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

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

Лійки крапельні (рис. 6, г) застосовують для регульованого приливання (додавання) рідких реагентів до реакційної суміші під час проведення синтезу. Вони схожі на ділільні лійки, але їх різне призначення визначає деякі конструкційні особливості. Їх максимальна ємність 0,5 л. Вони мають довгі носи.

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

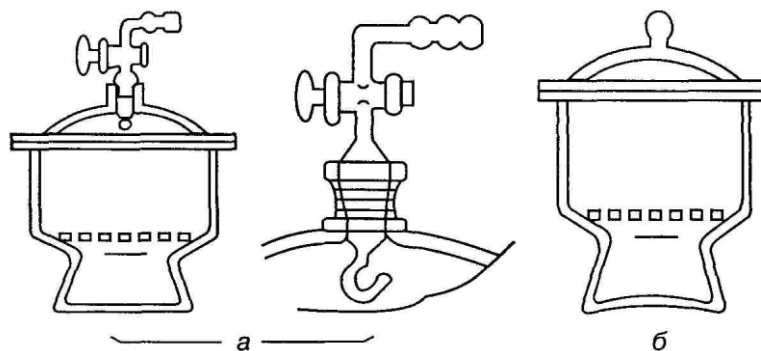


Рис. 7. Ексикатори:

а – вакуум-ексикатор; б – звичайний.

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

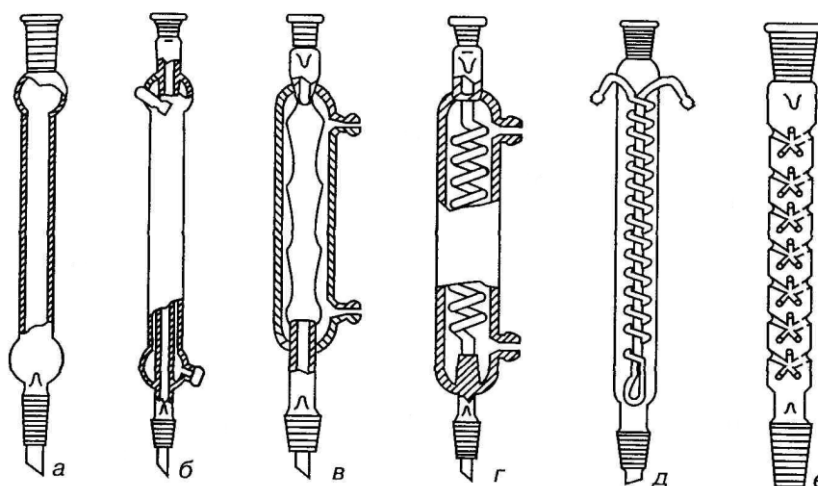


Рис. 8. Холодильники й дефлегматор:

а – повітряний; б – з прямою трубкою (Лібиха); в – кульковий; г – спіральний;
д – Діморта; е – дефлегматор.

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

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

Прямий холодильник – холодильник Лібиха – нисхідний – використовують для перегонки рідин.

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

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

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

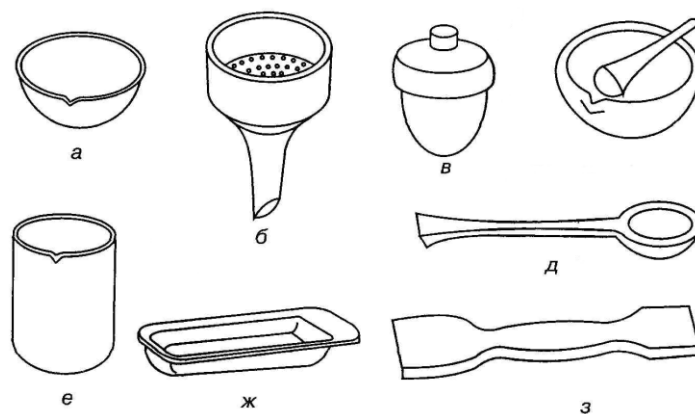


Рис. 9. Фарфоровий посуд:

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

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

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

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

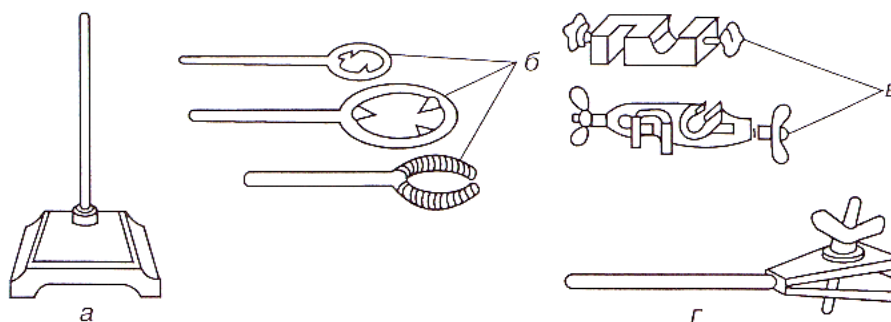


Рис. 10. Лабораторний штатив з набором комплектуючих частин:

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

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

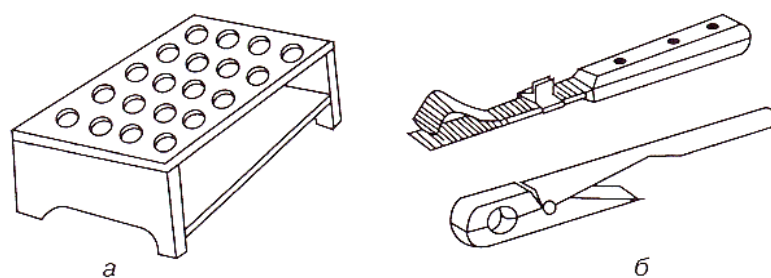


Рис. 11. Штативи та тримачі для пробірок:
а – штатив; б – пробіркотримачі.

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

Найбільш універсальним і надійним способом герметизації лабораторного посуду є з'єднання його окремих деталей за допомогою конусних шліфів шляхом з'єднання зовнішньої поверхні керна з внутрішньою поверхнею муфти (рис. 12).

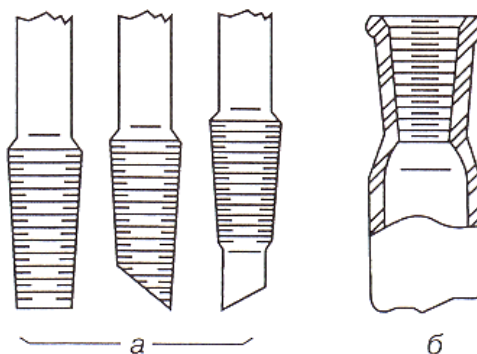


Рис. 12. Конусні шліфи:
а – керни; б – муфта.

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

Пальники. *Спиртовий* являє собою резервуар із товстостінного скла, в горловину якого вставлений гніт. Для швидкого нагрівання до відносно високих температур ($\sim 500\text{ }^{\circ}\text{C}$) застосовують *газові пальники* Бунзена і Теклу (рис. 13).

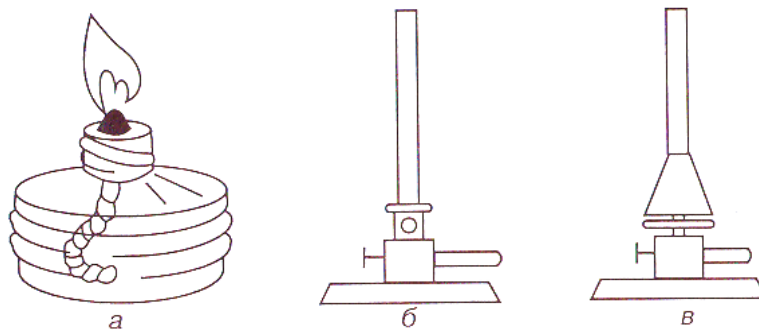


Рис. 13. Пальники:

а – спиртовий; б – газовий Бунзена; в – газовий Теклу.

Електронагрівальні прилади. Серед електронагрівальних приладів найбільш розповсюдженні колбонагрівачі (рис. 14), плитки, сушильні шафи, муфельні та тигельні печі, бані.

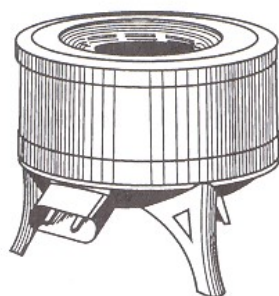


Рис. 14. Електроколбонагрівач.

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

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

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

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

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

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

1.3. ПРАВИЛА ЗБИРАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ ПРИЛАДІВ

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

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

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

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

Схеми основних приладів

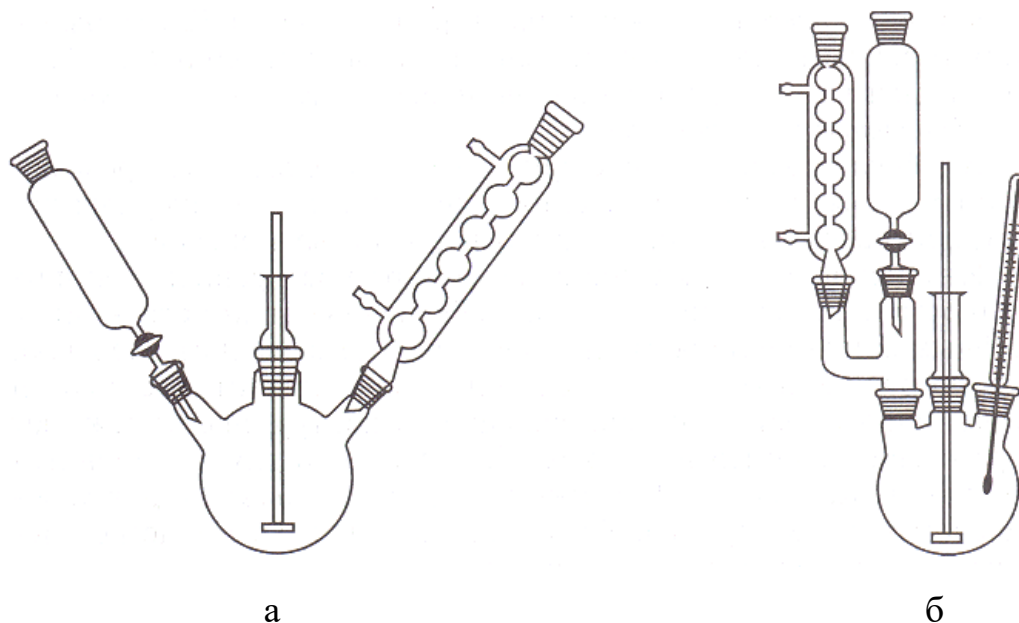


Рис. 15. Схеми приладів для проведення синтезів з перемішуванням реакційної суміші:

а – круглодонна колба з трьома горловинами, крапельна лійка, кульковий холодильник, мішалка для механічного перемішування; б – круглодонна тригорла колба, крапельна лійка, кульковий холодильник, мішалка для механічного перемішування і ртутний термометр.

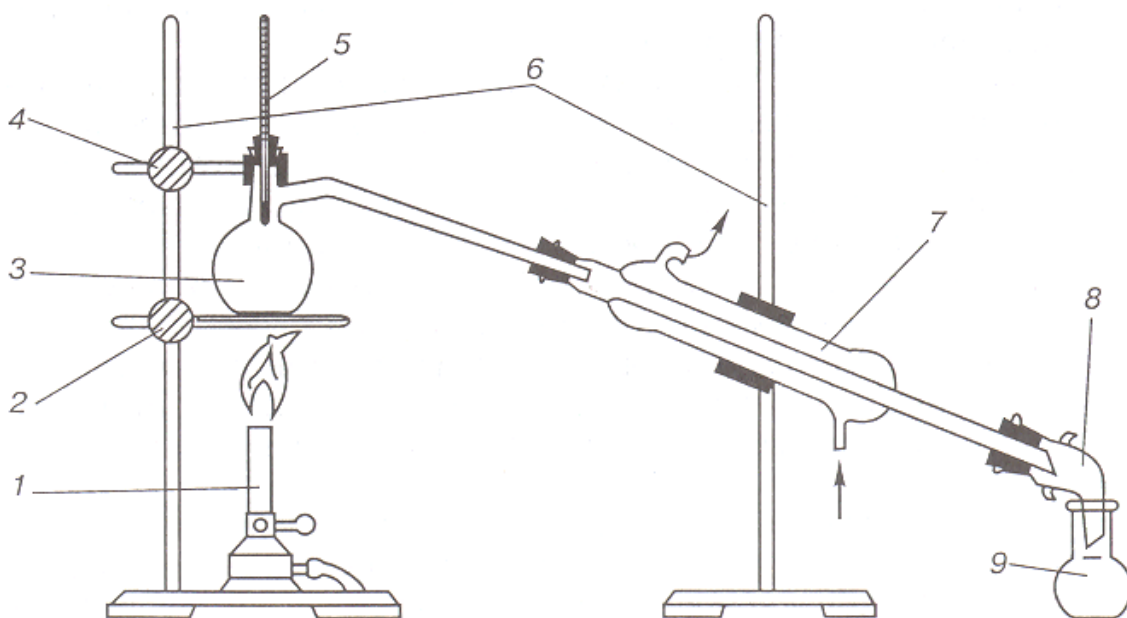


Рис. 16. Схема приладу для простої перегонки рідин:

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

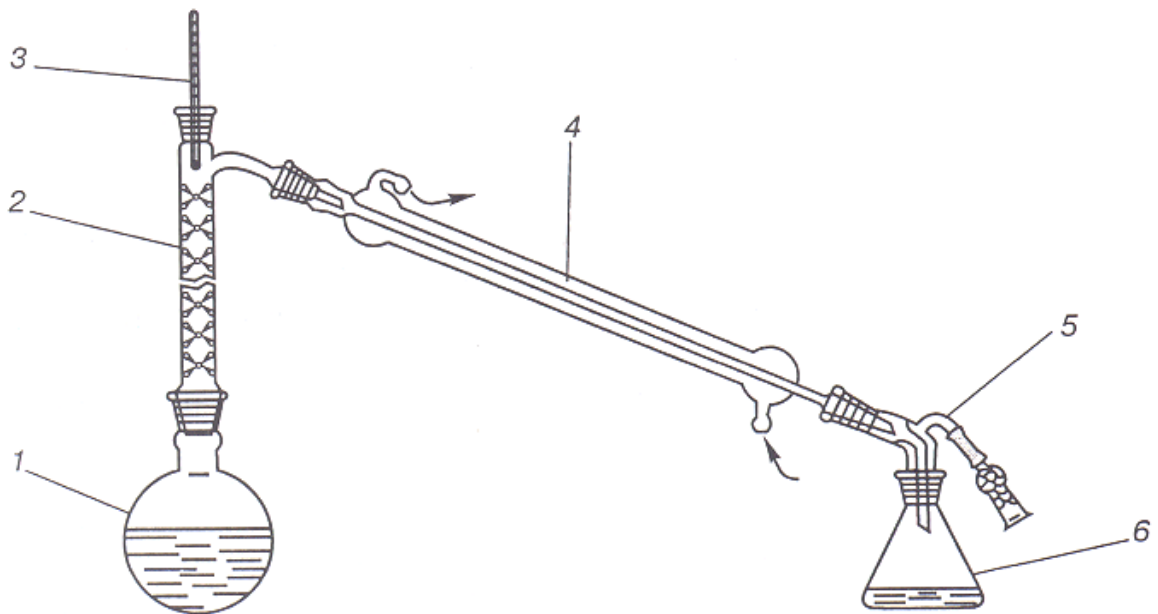


Рис. 17. Схема приладу для фракційної перегонки:

- 1 – колба для відгонки; 2 – дефлегматор; 3 – термометр; 4 – холодильник;
5 – алонж з хлоркальцієвою трубкою; 6 – приймач.

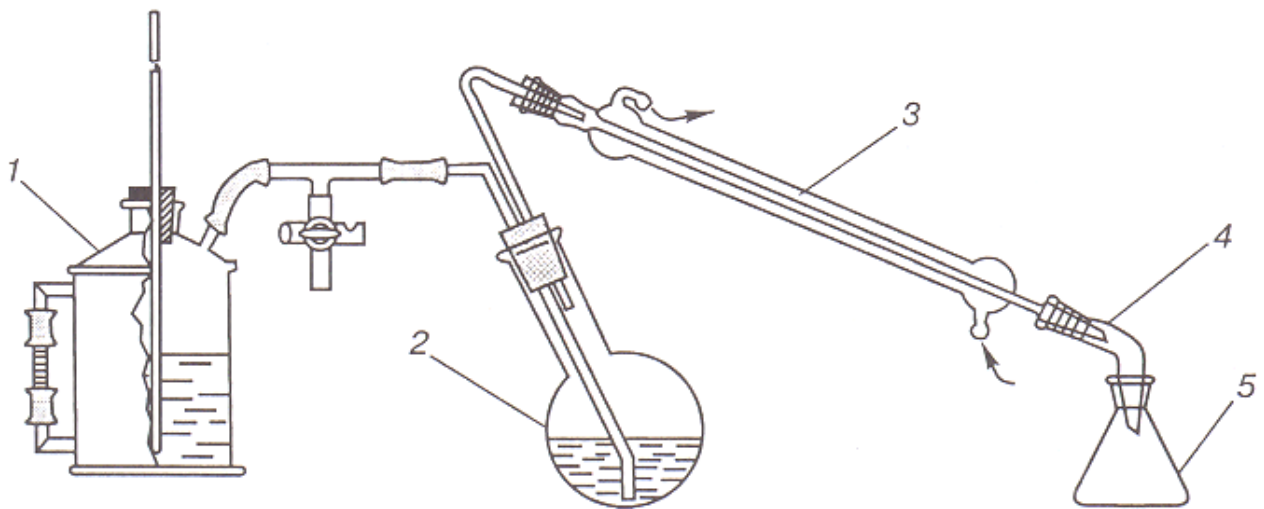


Рис. 18. Схема приладу для перегонки з водяною парою:

- 1 – пароутворювач; 2 – колба для перегонки; 3 – холодильник;
4 – алонж; 5 – приймач.

Для рідких та твердих малорозчинних у воді речовин, які володіють високою пружністю парів при температурі кипіння води, застосовують прилад для перегонки з водяною парою (рис. 18).

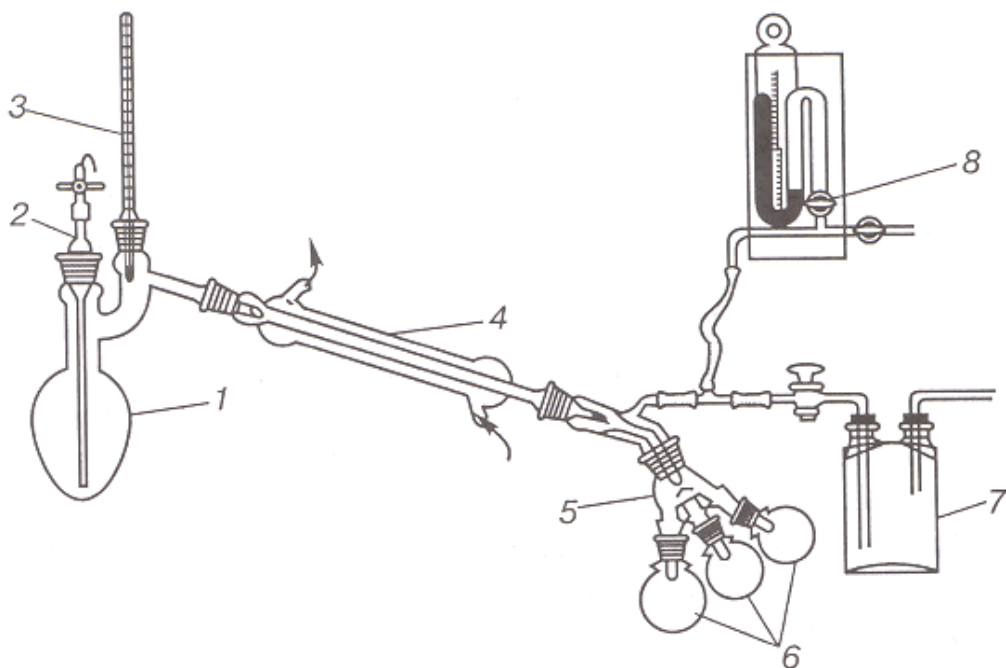


Рис. 19. Схема приладу для перегонки у вакуумі:

1 – колба для перегонки; 2 – капіляр; 3 – термометр; 4 – холодильник;
5 – алонж («павук»); 6 – приймачі; 7 – запобіжна склянка; 8 – манометр.

Для багатьох органічних речовин, які мають $t_{\text{кип.}} > 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ та розкладаються при довготривалому нагріванні використовується прилад для перегонки у вакуумі (рис. 19). Такі речовини, як правило, можна переганяти у вакуумі, оскільки при пониженому тискові знижується температура кипіння речовини і зменшується можливість термічного розкладу.

2.1. МЕТОДИЧНІ РОЗРОБКИ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

2.1. Лабораторна робота № 1

ПЕРЕКРИСТАЛІЗАЦІЯ ТА СУБЛІМАЦІЯ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН

Дослід 1. Очистка бензойної кислоти методом перекристалізації

Кристалізація – це один з найбільш поширених методів розділення суміші твердих речовин та їх очистки. Він ґрунтується на різній розчинності компонентів суміші.

Суть методу полягає в тому, що тверду речовину, яку потрібно перекристалізувати, розчиняють при нагріванні у відповідному розчиннику. Розчинник беруть у кількості, достатній для повного розчинення речовини, яку перекристалізують.

Розчинник повинен задовільняти такі вимоги:

- речовина, яку перекристалізують, повинна розчинятися в даному розчиннику при нагріванні значно краще, ніж на холоді, і не повинна взаємодіяти з розчинником;
- розчинник не повинен розчиняти домішки, які потрібно відфільтрувати, або повинен розчиняти їх настільки добре, щоб при охолодженні розчину вони не осаджувалися разом з основним продуктом, а залишалися в розчині;
- температура кипіння розчинника повинна бути на 8–12 °С нижчою, ніж температура плавлення речовини, яку перекристалізують. Якщо не дотримати цієї вимоги, то речовина, що перекристалізується, при охолодженні кристалізується, захоплюючи з собою молекули домішок та розчинника. При цьому кристали ще більше забруднюються.

Хід виконання роботи:

Речовину, яку перекристалізують, розчиняють при нагріванні у мінімальній кількості підібраного розчинника (у воді).

Гарячий розчин, насичений речовиною, що кристалізується, швидко фільтрують від нерозчинних домішок на лійці для гарячого фільтрування, використовуючи складчатий фільтр.

Отриманий фільтрат швидко охолоджують. При кристалізації утворюються кристали очищеної речовини.

Осад фільтрують за допомогою водостуменевого насосу, використовуючи нутч-фільтр (колба Бунзена і лійка Бюхнера), промивають на фільтрі та сушать.

Очищені та висушені кристали зважують.

Дослід 2. Очистка фталевого ангідриду методом сублімації

Сублімацією називається процес, при якому кристалічна речовина, нагріта до температури, нижчої за її температуру плавлення, переходить у пароподібний стан, минаючи рідкий, і викристалізовується на холодній поверхні.

Сублімація використовується для очистки речовин в тих випадках, коли сублімується лише основний продукт, а домішки, що мають іншу леткість, не випаровуються.

Хід виконання роботи:

Для очистки за допомогою сублімації добре подрібнену речовину поміщають у фарфорову чашку, попередньо зваживши її.

Чашку закривають конічною лійкою (діаметр лійки повинен бути трохи менший, ніж діаметр чашки). Щоб пари речовини не потрапляли назад в чашку, її накривають листком фільтрувального паперу з отворами (отвори пробивають голкою). Носик лійки закривають ватою, закріплюють в лапці штатива. При необхідності (для більш повного охолодження) лійку охолоджують листочками фільтрувального паперу, змоченого в холодній воді.

Дно чашки нагрівають на малому полум'ї до повного випаровування речовини, але так, щоб полум'я не торкалося дна чашки, а було від нього на відстані 3–4 см. Сублімація повинна відбуватися повільно.

На внутрішніх стінках лійки очищена від нелетких домішок речовина з'являється через 15-20 хв.

Після закінчення сублімації прилад розбирають лише після охолодження його до кімнатної температури.

Зважують очищену речовину і розраховують вміст домішок у ній.

ЗАВДАННЯ

1. Провести очистку бензойної кислоти методом перекристалізації та очистку фталевого ангідриду методом сублімації.
2. Записати основні фізичні властивості даних органічних речовин, які необхідні для їх очистки.
3. Зобразити схеми приладів, які використовуються у даних методах очистки.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. На чому ґрунтується принцип очищення речовин перекристалізацією? Назвіть основні стадії процесу перекристалізації.
2. Які вимоги висувають до розчинника при перекристалізації речовин різного походження (органічні полярні і неполярні речовини, солі карбонових кислот, неорганічні речовини)?
3. Які розчинники використовують при перекристалізації? Як вибирають розчинник?
4. Як готують насичений розчин речовини для її перекристалізації?
5. Як відокремлюють насичений розчин від механічних домішок?
6. Як відокремлюють кристалічний продукт від розчину?
7. Як готують лабораторний нутч-фільтр для роботи (створюють вакуум у системі)?
8. Як готують зразки речовини для визначення температури плавлення?
9. Як визначають температуру плавлення речовини?
10. Які висновки можна зробити про ступінь чистоти продукту за результатами визначення температури плавлення?
11. На чому ґрунтується принцип очищення речовин сублімацією? Назвіть основні стадії процесу сублімації.
12. Чому важливо, щоб при проведенні сублімації полум'я не торкалося дна чашки?

2.2. Лабораторна робота № 2

ФРАКЦІЙНА ПЕРЕГОНКА БІНАРНОЇ СУМІШІ АЦЕТОН – ВОДА.

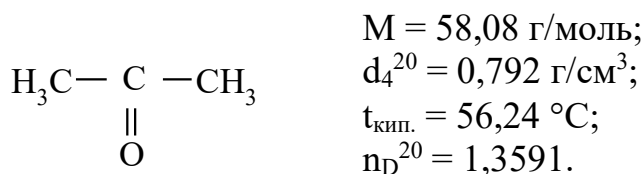
ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА КУТА ЗАЛОМЛЕННЯ

ТА РОЗРАХУНОК МОЛЕКУЛЯРНОЇ РЕФРАКЦІЇ ДЛЯ ЧИСТОЇ РЕЧОВИНИ

1. Фракційна перегонка як метод розділення та очистки

2. Дано: суміш ацетон – вода, $V = \underline{\hspace{2cm}}$ мл.

3. Властивості ацетону:



4. Схема приладу для фракційної перегонки:

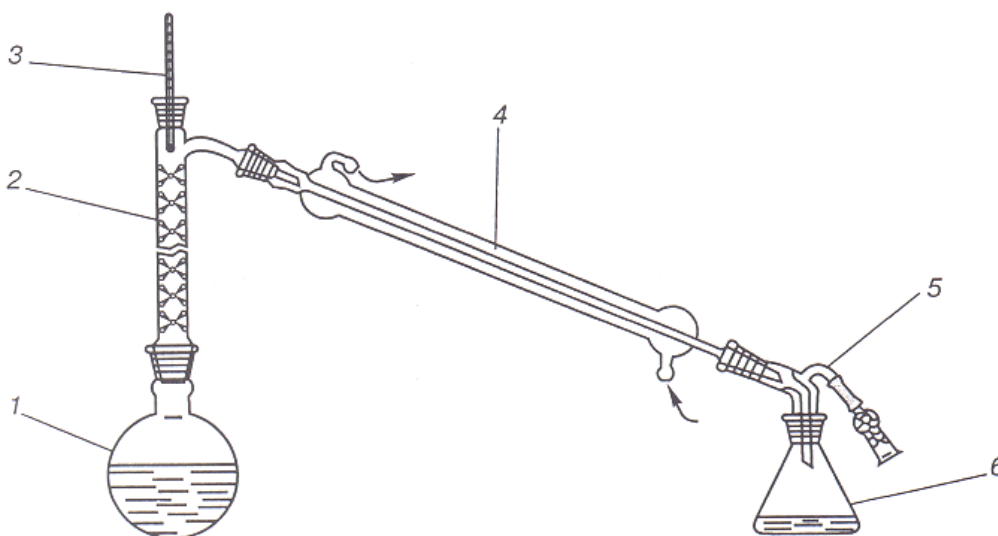


Рис. 20. Схема приладу для фракційної перегонки:

1 – колба для відгонки; 2 – дефлегматор; 3 – термометр; 4 – холодильник;
5 – алонж з хлоркальцієвою трубкою; 6 – приймач.

5. Таблиця вимірювань

V, мл	0	**1	2	3	<i>і т. д.</i>
t, °C	*54				

* – перша відмітка – початок перегонки (т.б. момент, коли перша крапля відігнаної речовини впаде у приймач);

** – відмічають температуру через кожен відігнаний мілілітр.

6. Отримані результати

Фракція	V, мл
1-ша (ацетон)	___ мл
2-га (ацетон + вода)	___ мл
3-тя (вода)	* ___ мл

*– воду не відганяють; охолоджують і вимірюють об'єм.

7. Побудова графіка

Результати експерименту представляють у вигляді графічної залежності об'єму дистилляту (мл) від температури (°C). По осі абсцис відкладають об'єм, по осі ординат – температуру.

8. Вимірювання показника кута заломлення

$$t_{\text{кімн.}} = \text{___ } ^\circ\text{C}$$

$$n^{\text{кімн.}}_D \text{ (1-шої фракції)} = \text{___} .$$

Привести до $t = 20^\circ\text{C}$, враховуючи, що при зростанні температури на один градус показник кута заломлення зменшується на 0,0004 одиниці.

Показник заломлення є характерною властивістю кожної індивідуальної речовини. Коли промінь монохроматичного світла переходить з одного середовища у інший, його швидкість змінюється, а на границі поділу між середовищами змінюється також і його напрямок. Відхилення променя відбувається за законом Снелліуса:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta = C_1 / C_2,$$

де C_1 і C_2 – швидкість світла в першому і другому середовищі відповідно; α і β – кути падіння і заломлення променя світла відповідно при переході з першого середовища у друге.

Показником заломлення хвилі певної довжини називається постійне відношення $\sin \alpha / \sin \beta = n$. Показник заломлення сильно залежить від температури. Крім того, він різко змінюється зі зміною довжини хвилі світла (дисперсія). За звичай показник заломлення дається для спектральної лінії жовтого натрієвого полум'я (D-лінія, 589,3 нм). Температуру і довжину хвилі (або спектральну лінію) відмічають індексами, наприклад n^{20}_D (за ДОСТом показник заломлення визначають при 20°C).

Визначення показника заломлення речовин проводять на рефрактометрі (рис. 21). Рефрактометр вимірює граничний кут повного внутрішнього відбивання. Він сконструйований так, що і при поліхроматичному (наприклад, денному) світлі відмічає показник заломлення для *D*-лінії.

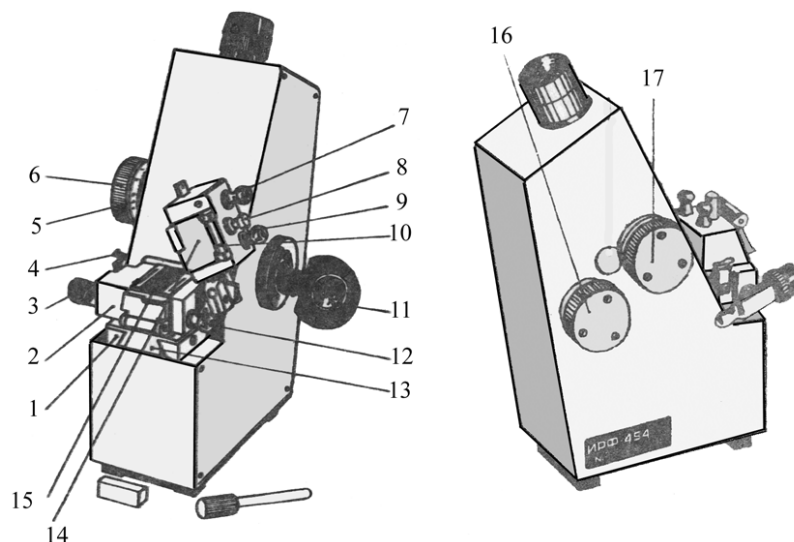


Рис. 21. Рефрактометр ІРФ 454:

1, 13 – направляючі, 2 – блок рефрактометричний, 3, 7, 9, 12 – штуцери, 4 – гачок, 5 – шкала, 6 – ноніус, 8 – рукоятка, 10 – шарнір, 11, 15 – дзеркала, 14 – шторка, 16, 17 – маховики.

Звичайно підвищення температури на 1 °С зменшує показник заломлення на 0,0004, відповідно пониження температури на 1 °С збільшує показник заломлення на 0,0004.

Показник заломлення є важливою величиною, яка дає уявлення про склад ліпідів чи інших речовин. На основі його визначення розроблені методи швидкого кількісного визначення різних хімічних речовин, зокрема вільних жирних кислот.

Техніка проведення: На призму рефрактометра наносять краплю олії за допомогою скляної палички, не торкаючись до полірованої поверхні. Закривши призму, встановлюють чіткість зображення та оптимальне освітлення. Вимірюють показник заломлення олії при кімнатній температурі. Внісши в результат відповідну поправку, одержують приведені значення показника заломлення при температурі 20 °С.

9. Визначення величини молекулярної рефракції M_{RD}

Молекулярна рефракція розраховується за формулою:

$$MR_D = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \times \frac{M}{d}$$

де M – відносна молекулярна маса речовини,

d – густина речовини,

n – показник кута заломлення (виміряний експериментально).

Значення молекулярної рефракції, що визначене експериментально:

$$MR_D = \text{_____}.$$

10. Теоретичний розрахунок молекулярної рефракції

Молекулярна рефракція дорівнює сумі атомних рефракцій зв'язків:

$$MR_D = \Sigma AR = 6 R_{C-H} + 2 R_{C-C} + R_{C=O}$$

$$R_{C-H} = 1,676; R_{C-C} = 1,296; R_{C=O} = 3,490.$$

$$MR_{D(\text{теор.})} = 16,1380.$$

11. Виконання роботи

12. Розрахунок виходу речовини

13. Розрахунок похибок

абсолютна похибка: $\Delta = MR_{D(\text{теор.})} - MR_{D(\text{експ.})}$

відносна похибка: $\varepsilon = (\Delta / MR_{D(\text{теор.})}) \times 100 \%$

Основні вимоги до роботи:

- в реакційну колбу помістити “кип’ятилки”;
- вода подається в холодильник “протитоком”.

ЗАВДАННЯ

1. Методом фракційної перегонки провести розділення бінарної суміші ацетон–вода.
2. За результатами експерименту побудувати графік залежності об’єму дистилляту від температури (на міліметровому папері).
3. Визначити показник кута заломлення чистого ацетону методом рефрактометрії.
4. Визначити величину молекулярної рефракції за експериментальними даними.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Які фізичні процеси лежать в основі перегонки? Які види перегонки Ви знаєте?
2. Для виділення та очищення яких речовин доцільно застосовувати перегонку при атмосферному тиску?
3. Що називають температурою кипіння речовини і як її можна знизити?
4. За якими ознаками можна відрізнити перегонку суміші від перегонки індивідуальної речовини?
5. Які колби застосовуються для перегонки висококиплячих рідин, які – для низькокиплячих рідин? Чому?
6. У яких випадках при перегонці застосовують: холодильник Лібиха, повітряний холодильник? У якому випадку як холодильник можна використовувати відвідну трубку колби Вюрца?
7. На якому рівні повинна знаходитись ртутна кулька термометра в колбі для перегонки? Чому при перегонці кінець холодильника з'єднують з алонжем?
8. Що може трапитись, якщо установка для перегонки не буде з'єднана з атмосферою?
9. Чому не можна опускати “кип’ятилки” у киплячу рідину?
10. Які речовини можна розділити простою перегонкою? Чи можна при цьому досягти повного розділення суміші речовин?
11. Які речовини можна розділити фракційною перегонкою? Якою при цьому буде ефективність розділення суміші речовин?
12. Описати методику визначення показника заломлення органічних речовин? Який фізичний зміст цієї величини? Який прилад використовують для визначення цієї величини?

2.3. Лабораторна робота № 3

АЛКАНИ, АЛКЕНИ, АЛКІНИ ТА АРЕНИ

Дослід 1. Одержання метану і вивчення його властивостей

У суху пробірку на третину об'єму насипають добре розтерту в ступці суміш, що складається з однієї частини безводного натрій ацетату та двох частин прожареного натронного вапна ($\text{NaOH} + \text{CaO}$). Пробірку закривають корком з газовідвідною трубкою і закріплюють у штативі. Суміш нагрівають на полум'ї. Що відбувається?

Перевіряють здатність газу, який виділяється, до окиснення та приєднання бромю. Для цього газовідвідну трубку послідовно занурюють у пробірки, що містять:

перша – розчин калій перманганату, друга – бромну воду. Що спостерігається?

Дослід 2. Галогенування насичених вуглеводнів

У суху пробірку наливають п'ять крапель гексану і додають одну-дві краплі розчину бромю в чотирихлористому вуглеці. Що спостерігається?

Дослід 3. Одержання етилену та вивчення його властивостей

У суху пробірку поміщають 5–6 мл суміші етилового спирту та концентрованої сульфатної кислоти (1:1) і кидають “кип'ятилку” для забезпечення рівномірного кипіння. Пробірку закривають корком з газовідвідною трубкою і закріплюють у лапці штатива похило. Суміш у пробірці обережно нагрівають, слідкуючи, щоб рідину не викинуло з пробірки.

В одну пробірку наливають 5–6 крапель 0,1 н. розчину калій перманганату, а в другу – стільки ж бромної води. Газовідвідну трубку по черзі занурюють у кожен з пробірок і пропускають газ, що виділяється, через розчини у пробірках. Що спостерігається?

Етилен, що виділяється, підпалюють біля кінця газовідвідної трубки. Яким полум'ям він горить?

Дослід 4. Одержання ацетилену та вивчення його властивостей

У пробірку поміщають декілька шматочків кальцій карбїду. Приливають 1–2 мл води і швидко закривають пробірку корком з газовідвідною трубкою. Відразу спостерігається виділення газу ацетилену, який має специфічний запах.

Ацетилен за допомогою газовідвідної трубки послїдовно пропускають через розчин калїй перманганату та через бромну воду, які знаходяться у двох рїзних пробірках. Що спостерігається?

Ацетилен, що видїляється, підпалюють біля кінця газовідвідної трубки. Яким полум'ям він горить? За допомогою скляної трубки з відтягнутим кінцем продувають повітря. Як змінюється полум'я?

Дослід 5. Одержання купрум (I) ацетиленїду та аргентум ацетиленїду

В окремі пробірки наливають по 2 мл амонїачного розчину купрум (I) хлориду та амонїачного розчину аргентум оксиду. У ці розчини занурюють кїнець газовідвідної трубки у момент виділення ацетилену. Що спостерігається?

Після проведення дослїду отриманї ацетиленїди потрібно негайно знищити. Для цього їх поміщають у стаканчик з водою і додають концентровану хлоридну (або сульфатну) кислоту, об'єм якої становить $\frac{1}{4}$ частину від об'єму води.

Дослід 6. Одержання бензену з натрїй бензоату

У суху пробірку поміщають 1 г натрїй бензоату і 4 г натронного вапна. Сумїш ретельно перемїшують, закривають корком з газовідвідною трубкою і нагрівають у полум'ї пальника. Кїнець газовідвідної трубки занурюють у пробірку з холодною водою. Утворений бензен можна виявити за характерним запахом.

Дослід 7. Окиснення бензену та його гомологїв

В одну пробірку наливають 1 мл бензену, в другу – 1 мл толуену. В кожную пробірку додають по 2 мл 0,5 %-го розчину калїй перманганату і по двї краплї 10 %-го розчину сульфатної кислоти. Вміст обох пробїрок нагрівають на водяній банї, обережно перемїшуючи. Що спостерігається?

Дослід 8. Взаємодїя бензену з бромом

В одну пробірку наливають по 1 мл бензену та бромної води і струшують. У другу пробірку поміщають 1 мл бензену, 1 мл розчину брону в чотирьохлористому

вуглеці і 0,5 г залізних ошукрок. Вміст обох пробірок нагрівають на водяній бані. До отвору пробірки підносять смужку вологого синього лакмусового папірця. Що спостерігається?

Пояснити спостереження.

Дослід 9. Нітрування ароматичних вуглеводнів

У пробірку поміщають 1 мл концентрованої нітратної і 2 мл концентрованої сульфатної кислоти. Одержану нітруючу суміш охолоджують і краплями додають 1 мл бензену, постійно перемішуючи. Реакційну суміш нагрівають протягом 2–3 хв. на водяній бані при температурі 50–60 °С і виливають у пробірку з холодною водою (10–15 мл). Про утворення нітробензену свідчить характерний для нього запах гіркого мигдалю.

Дослід 10. Сульфування ароматичних вуглеводнів

У пробірку поміщають 2 мл концентрованої сульфатної кислоти і, перемішуючи, краплями додають 2 мл бензену. Реакційну суміш обережно нагрівають на водяній бані до повного розчинення бензену. Після охолодження реакційну суміш виливають у пробірку з водою (5–6 мл). Чому утворився однорідний розчин?

ЗАВДАННЯ

1. До кожного проведеного дослідю опишіть явища, які спостерігаються.
2. Напишіть відповідні рівняння реакцій.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

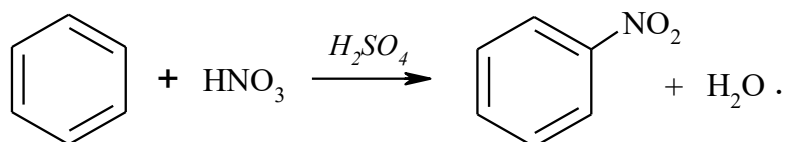
1. Якою реакцією можна довести, що насичені вуглеводні (алкани, парафіни) не вступають у реакцію бромовання за звичайних умов? За яких умов можливе бромовання? Наведіть відповідні рівняння реакцій.
2. Утворення яких ізомерів є можливим у результаті галогенування гексану? Наведіть відповідні рівняння реакцій.
3. Наведіть якісну реакцію на ненасичені вуглеводні (алкени). Що при цьому відбувається?
4. Чи можна розрізнити алкани, алкени та алкіни реакцією з бромом? Наведіть відповідні рівняння реакцій.

5. Як взаємодіють алкени за реакцією Вагнера?
6. Чому при виявленні алкенів реакцію з бромом слід доповнювати реакцією з калій перманганатом?
7. Чому знебарвлення розчину калій перманганату ацетиленом, на відміну від етилену, протікає повільніше?
8. Як виявляють кінцевий потрійний зв'язок в алкінах? Наведіть відповідні рівняння реакцій.
9. За допомогою яких хімічних реакцій можна розрізнити наступні пари сполук: а) пропен і пропін; б) бут-1-ин і бут-2-ин? Напишіть відповідні рівняння реакцій.
10. Як взаємодіють ацени з трихлорметаном? Як змінюється колір реакційної маси при проведенні якісної реакції на конденсовані ароматичні сполуки?
11. Виявлення бензолу формаліновою реакцією. Наведіть рівняння реакції. Що при цьому спостерігають?
12. Порівняйте відношення до дії окисників бензену і його гомологів. Чому бензен, володіючи високим ступенем ненасиченості, не знебарвлює бромну воду і розчин калій перманганату?

2.4. Лабораторна робота № 4

СИНТЕЗ НІТРОБЕНЗЕНУ

1. Рівняння та механізм основної реакції:

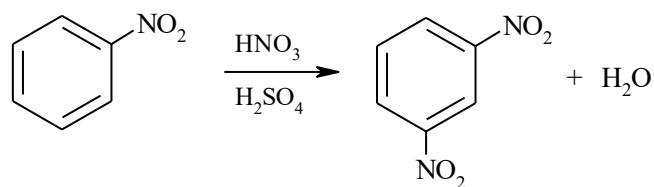


Реакція відбувається за механізмом електрофільного заміщення в бензенове ядро (S_E2).

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

2. Побічні реакції:

при температурі вищій 60 °С – утворення *m*-динітробензену:



3. Властивості одержуваної речовини:

$M(C_6H_5NO_2) = 123,11$ г/моль;

$d_4^{25} = 1,199$ г/см³;

$t_{пл.} = 5,7$ °С;

$t_{кип.} = 210,9$ °С;

$n_D^{20} = 1,5526$;

А.с. – масляниста рідина жовтуватого кольору з запахом гіркою мигдалю.

4. Властивості вихідних речовин:

Речовина	М, г/моль	d, г/см ³	t _{кип.} , °С	t _{пл.} , °С	n ²⁰ _D	Вміст, %
C ₆ H ₆	78,11	0,879	80,1	5,533	1,5017	99,85
HNO ₃ (конц.)	63,01	1,390	86	– 42	1,397	63,23
H ₂ SO ₄ (конц.)	98,08	1,834	330	10,37	1,429	95,6

5. Кількості вихідних речовин:

Речовина	За теорією		За керівництвом			Надлишок	
	моль	г	моль	г	мл	моль	%
C ₆ H ₆	0,11	8,59	0,11	8,79	10	–	–
HNO ₃	0,11	6,93	0,24	15,29	11	0,13	54
H ₂ SO ₄	0,11	10,79	0,24	23,84	13	0,13	54

6. Вихід одержуваної речовини:

- за теорією: 13,54 г (11,3 мл);
- за керівництвом: 11 г (9,18 мл).

7. Схема приладу (рисунок):

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

Установку збирають без штативів.

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

Воду для бані нагрівають на лабораторному столі.

8. Основні етапи синтезу:

Робота виконується у два етапи і проводиться у витяжній шафі!

- синтез;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

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

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

Синтез.

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

Виділення речовини.

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

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

Осушування.

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

Перегонка.

Спочатку відганяють бензен, що не прореагував.

Потім переганяють нітробензен з повітряним холодильником і збирають фракцію при температурі 207–211 °С (перегонну колбу обмотують азбестовим шнуром).

Перегонку не можна проводити досуха!

9. Виконання роботи

10. Розрахунок виходу речовини:

від теорії (у %);

від керівництва (у %).

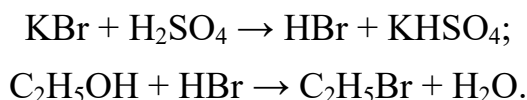
КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Наведіть схему і механізм нітрування бензену.
2. Що таке нітруюча суміш? Яку роль виконує сульфатна кислота в реакції нітрування?
3. Чому в реакції нітрування ароматичних вуглеводнів необхідно використовувати концентровану нітратну кислоту?
4. Яка побічна реакція може відбутися в ході синтезу?
5. Яким методом проводять виділення основного продукту синтезу? Вкажіть основні елементи приладу для цього методу.
6. Яких правил техніки безпеки необхідно дотримуватись при виконанні синтезу?

2.5. Лабораторна робота № 5

СИНТЕЗ ЕТИЛБРОМІДУ

1. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом нуклеофільного заміщення гідроксильної групи в одноатомних спиртах ($\text{S}_{\text{N}}2$).

2. Побічні реакції:

3. Властивості одержуваної речовини:

M –
 d_4^{20} –
 $t_{\text{пл.}}$ –
 $t_{\text{кип.}}$ –

n^{20}_D –
А.с. –

4. Властивості вихідних речовин:

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

5. Кількості вихідних речовин:

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

6. Вихід одержуваної речовини:

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

7. Схема приладу (рисунок):

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

8. Основні етапи синтезу:

Робота проводиться у два етапи:

- синтез;
- проста перегонка.

Завантаження вихідних речовин.

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

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

Синтез.

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

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

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

Перевірити герметичність зібраного приладу!

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

Виділення речовини.

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

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

Осушування.

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

Перегонка.

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

9. Виконання роботи

10. Розрахунок виходу речовини:

від теорії (у %);

від керівництва (у %).

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Наведіть схему і механізм синтезу етилброміду.
2. Які побічні реакції можуть відбуватися в ході синтезу й за яких умов?
3. Що таке “кип’ятильники”? Для чого їх використовують при виконанні синтезів?

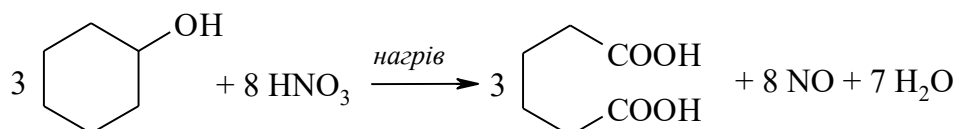
- Чому етилбромід збирають у приймач з невеликою кількістю холодної води?
- Яким методом проводять перегонку основного продукту? Вкажіть основні елементи приладу для цього методу.
- Чому перегонку основного продукту не можна проводити досуха?
- Яких правил техніки безпеки необхідно дотримуватись при виконанні синтезу?

2.6. Лабораторна робота № 6

СИНТЕЗ АДІПІНОВОЇ КИСЛОТИ

(1,4-бутандикарбонової, гександіової)

1. Рівняння та механізм основної реакції:



Реакція відбувається за механізмом окислення циклогексанолу нітратною кислотою.

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

2. Побічні реакції:

3. Властивості одержуваної речовини:

M –

*t*_{пл.} –

*t*_{кип.} –

Розчинність –

A.c. (агрегатний стан) –

4. Властивості вихідних речовин:

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

5. Кількості вихідних речовин:

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

6. Вихід одержуваної речовини:

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

7. Схема приладу (рисунок):

- круглодонна одnogорла колба (250 мл);
- дворогий форштос;
- зворотній холодильник з водяним охолодженням;
- крапельна лійка;
- хімічний стакан (150 мл);
- скляний фільтр.

8. Основні етапи синтезу

Робота проводиться у витяжній шафі з включеною тягою!

Завантаження вихідних речовин.

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

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

Синтез.

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

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

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

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

Виділення та очистка речовини.

Реакційну суміш виливають у хімічний стакан і охолоджують.

При охолодженні з розчину виділяється в осад адипінова кислота.

Осад відфільтровують на скляному фільтрі.

Промивають на фільтрі холодною водою.

Перекристалізують адипінову кислоту з води.

Осушування.

Сушать адипінову кислоту на повітрі.

9. Виконання роботи

10. Розрахунок виходу речовини:

від теорії (у %);

від керівництва (у %).

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Наведіть схему та механізм окиснення циклогексанолу нітратною кислотою.
2. Назвіть основні етапи синтезу.
3. Яка побічна реакція може відбутися в ході синтезу й за яких умов?
4. Чому прилад повинен бути зібраний на шліфах?
5. Яким методом проводять очистку адипінової кислоти?
6. Яких правил техніки безпеки необхідно дотримуватись при проведенні синтезу?

2.7. Лабораторна робота № 7

ОКСИСПОЛУКИ

Дослід 1. Розчинність спиртів у воді

В одну пробірку наливають 2 мл етилового спирту, а в другу – 2 мл ізоамілового спирту. В обидві пробірки додають ще по 2 мл води. Вміст пробірок добре струшують і дають відстоятися. Що спостерігається?

Дослід 2. Окиснення спиртів за допомогою купрум (II) оксиду

У пробірку наливають 3–4 мл етилового спирту. Спіраль, виготовлену з мідної дротини, розжарюють у полум'ї пальника і, вийнявши з полум'я, чекають поки вона окисниться. Так роблять неодноразово. Потім, розжаривши окиснену спіраль, швидко занурюють її у пробірку зі спиртом. Цю операцію повторюють декілька разів.

Що спостерігається? Як змінюється запах реакційної суміші? Написати рівняння реакції.

До охолодженого розчину додають декілька крапель фуксинсірчистої кислоти. Що спостерігається?

Дослід 3. Окиснення ізоамілового спирту за допомогою хромової суміші

У пробірку поміщають 4 краплі ізоамілового спирту і обережно (краплями) додають 6 крапель концентрованої сульфатної кислоти. Далі додають 0,5 г подрібненого калій біхромату та 5 мл води. Суміш струшують. Перед початком нагрівання у пробірку поміщають “кип'ятилку” для забезпечення рівномірного кипіння. Нагрівають. Що спостерігається?

Дослід 4. Одержання діетилового етеру

У суху пробірку наливають 0,5 мл етилового спирту і стільки ж концентрованої сульфатної кислоти. Суміш обережно нагрівають до початку незначного побуріння розчину. Припинивши нагрівання, до суміші доливають по стінках пробірки ще 0,5 мл етилового спирту і спостерігають за зміною запаху.

Дослід 5. Взаємодія спиртів з карбоновими кислотами

У пробірку наливають 2–3 мл оцтової кислоти, 2–3 мл ізоамілового спирту і 0,5 мл концентрованої сульфатної кислоти. Вміст пробірки перемішують скляною

паличкою і нагрівають декілька хвилин. Продукт реакції виливають у невелику склянку з холодною водою. Що спостерігається?

Дослід 6. Одержання купрум гліцерату

У пробірку наливають 1 мл 3 %-го розчину купрум сульфату і 2 мл 10 %-го розчину натрій гідроксиду. До цієї суміші додають 5–10 крапель гліцеролу. Що спостерігається?

Дослід 7. Взаємодія фенолів з ферум (III) хлоридом

У різні пробірки наливають водні розчини фенолу, пірогалолу, α -нафтолу та пікринової кислоти. У кожен пробірку додають 2-3 краплі розчину ферум (III) хлориду. Що спостерігається? Якого типу сполуки утворюються?

Дослід 8. Взаємодія фенолу з бромною водою

Дослід проводять під тягою! До 1 мл водного розчину фенолу додають краплями бромну воду. Помутніння, яке спочатку спостерігається, при струшуванні зникає. При подальшому додаванні бромної води виділяється білий осад трибромфенолу з характерним запахом. Продовжують додавати бромну воду при струшуванні до перетворення білого осаду в світло-жовтий.

ЗАВДАННЯ

1. До кожного дослідю опишіть явища, які спостерігаються.
2. Напишіть відповідні рівняння реакцій.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Якими реакціями можна відрізнити первинні та вторинні спирти від третинних?
2. Якою реакцією можна довести, що досліджувана речовина є:
а) одноатомним спиртом; б) багатоатомним спиртом? Наведіть відповідні рівняння реакцій.
3. Наведіть рівняння реакції та назвіть продукт окиснення *n*-пропанолу хромовою сумішшю.
4. Наведіть рівняння реакції, що підтверджують кислотний характер спиртів.

5. Які властивості – кислотні чи основні – проявляє етиловий спирт при взаємодії з галогеноводневими кислотами? Відповідь поясніть.
6. Назвіть реагенти, за допомогою яких можна замінити гідроксигрупу спиртів на атом галогену. Наведіть відповідні рівняння реакцій.
7. Як називається реакція взаємодії спиртів з карбоновими кислотами? Напишіть рівняння реакції та назвіть вихідні сполуки і кінцевий продукт
8. Які кольорові реакції дозволяють довести присутність фенольного гідроксила у складі сполук?
9. Поясніть, чому фенол на відміну від бензену знебарвлює бромну воду. Наведіть відповідні рівняння реакцій.
10. Порівняйте хімічні властивості та реакційну здатність спиртів і фенолів.

2.8. Лабораторна робота № 8

КАРБОНІЛЬНІ СПОЛУКИ

Дослід 1. Одержання етаналу в результаті окиснення спирту

У пробірку з газовідвідною трубкою наливають по 2 мл етилового спирту і хромової суміші, ретельно струшують. Спостерігається розігрівання та зміна забарвлення суміші.

Закріплюють пробірку похило в лапці штативу, кінець газовідвідної трубки занурюють майже до дна іншої пробірки-приймача, що містить 2 мл холодної води. Приймач поміщають в стакан з холодною водою. Обережно нагрівають суміш на полум'ї пальника, регулюючи рівномірне кипіння суміші, запобігаючи викиданню рідини з пробірки. Протягом 2–3 хв. об'єм рідини в приймачі збільшиться майже вдвічі, після чого припиняють нагрівання. Рідина в приймачі матиме різкий запах етаналу. Одержаний розчин використовують для наступних дослідів (досліди 3–5).

Дослід 2. Утворення акролеїну

Дослід проводять у витяжній шафі!

У суху пробірку поміщають декілька крапель гліцеролу, додають близько 1 г сірчаної кислоти. Пробірку закривають газовідвідною трубкою, суміш струшують, обережно нагрівають і виявляють утворення акролеїну за появою характерного, дуже

їдкого запаху. Газовідвідну трубку опускають під шар холодної води (1–2 мл). Пробірку з реакційною сумішшю наповнюють лужним розчином калій перманганату (для повного знищення акролеїну) і залишають у витяжній шафі.

Отриману рідину розділяють на декілька частин і проводять з ними реакції, характерні для альдегідів (досліди 3–5). До однієї частини розчину додають бромну воду. Що спостерігається?

Дослід 3. Відновлення сполук купруму (II) за допомогою альдегідів

До 1 мл розчину досліджуваного альдегіду додають 0,5 мл розведеного розчину лугу, а потім краплями додають розчин купрум сульфату до утворення осаду. Одержану суміш нагрівають до початку кипіння. Що спостерігається?

Дослід 4. Відновлення сполук аргентуму за допомогою альдегідів

У дві пробірки наливають по 1 мл розчину альдегіду і додають в кожную з них по 1 мл амоніачного розчину аргентум оксиду. В одну пробірку додають ще 2–3 краплі розведеного розчину лугу. Струсивши пробірки, ставлять їх у штатив.

У якій пробірці зміни настають швидше? Якщо срібло не виділяється, то нагрівають вміст пробірок декілька хвилин на водяній бані (температура води в бані 50–60 °C).

Реактив Толенса $[Ag(NH_3)_2]OH$ готують безпосередньо перед проведенням досліду. При зберіганні реактив Толенса розкладається з утворенням чорного осаду – аргентум нітриду Ag_3N , який є вибухонебезпечним.

Дослід 5. Взаємодія з фуксинсульфітною кислотою

У дві пробірки наливають по 1 мл розчину фуксинсульфітної кислоти і додають в одну з них декілька крапель розчину формальдегіду, а в другу – таку ж кількість розчину етанолу. Коли рідини в обох пробірках набудуть забарвлення, відмічають їх відтінок. Потім в обидві пробірки додають по 0,5 мл розчину концентрованої хлоридної кислоти (або розведеної сульфатної) і знову відмічають зміну забарвлення – відразу і через 5–10 хв.

Записати спостереження.

Дослід 6. Взаємодія ацетону з натрій сульфідом

У пробірку наливають 1 мл розчину натрій сульфідату і додають 1 краплю розчину фенолфталеїну. Якщо з'явилося рожеве забарвлення, то його усувають, обережно додаючи краплю розведеної кислоти. В другу пробірку наливають 1 краплю води і краплю фенолфталеїну. Потім в обидві пробірки вносять по 1–2 краплі ацетону. Спостерігають інтенсивне почервоніння рідини в пробірці, яка містить натрій сульфід. Чому?

Дослід 7. Утворення йодоформу з альдегідів та кетонів

У різні пробірки наливають 1–2 мл розведених водних розчинів різних карбонільних сполук (етаналь, метаналь, диметилкетон) і додають по 1 мл розчину йоду та по декілька крапель розчину лугу до зникнення забарвлення. В деяких пробірках спостерігають утворення жовтого осаду йодоформу з характерним запахом. У деяких розчинах осад утворюється дуже швидко і без нагрівання, а в деяких – осад не утворюється зовсім. Чому?

Дослід 8. Одержання фенілгідразону ацетону

У пробірку наливають 0,5 мл ацетону і додають 2 мл спиртово-водного розчину фенілгідразину. Суміш старанно перемішують. Нагрівають 1–2 хв. на водяній бані (40–50 °С) і охолоджують під струменем холодної води. Що спостерігається?

ЗАВДАННЯ

1. До кожного дослідю опишіть явища, які спостерігаються.
2. Напишіть відповідні рівняння реакцій.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. За допомогою яких реакцій можна відрізнити альдегіди від кетонів? Напишіть відповідні рівняння реакцій.
2. Чому реактив Толенса готують безпосередньо перед проведенням реакції «срібного дзеркала»?
3. Чи можна за допомогою реакції з фуксинсульфідною кислотою відрізнити формальдегід, етаналь і ацетон? Відповідь поясніть.

4. Поясніть, чому діетилкетон на відміну від диметилкетону не утворює йодоформу.
5. Чи характерна йодоформна реакція для всіх кетонів?
6. Які похідні оксосполук використовують для ідентифікації альдегідів і кетонів? Напишіть відповідні рівняння реакцій.
7. Напишіть схеми отримання фенілгідрозону, оксиму і семікарбазону етаналю. Чи можливе утворення вищенаведених похідних ацетону? Чи дозволять ці похідні ідентифікувати альдегіди і кетони?
8. Які гідрокси- і оксопохідні вуглеводнів можна відкрити за допомогою йодоформної проби? Напишіть схему йодоформної проби на прикладі бутанону.
9. Яка кольорова реакція дозволяє виявити кетони?
10. Які альдегіди і при яких умовах вступають в окисно-відновні реакції Канніццаро і Тищенко? Навести схеми цих реакцій.
11. Які речовини одержаться при відновленні і окисненні таких карбонільних сполук: метаналю, пропаналю та бутан-2-ону? У яких випадках можна використовувати слабкі окисники, а у яких сильні?
12. Які карбонільні сполуки утворюються при окисненні кожного з ізомерів спирту складу C_4H_9OH ?
13. Чому кетони піддаються окисненню в жорсткіших умовах, ніж альдегіди?
14. Які продукти реакції характерні при окисненні альдегідів, а які при окисненні кетонів?
15. Чому низькомолекулярні альдегіди і кетони добре розчиняються у воді?

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Бойчук І.Д., Зубрицька Л.О. Органічна хімія. Навчальний посібник для ВНЗ І–ІІІ р. а. 2-е вид., випр. К.: Медицина, 2013. 240 с.
2. Глубіш П.А. Органічна хімія: Навч. посібник. Ч. 1 “Аліфатичні і ароматичні вуглеводні”. К.: НМЦВО, 2002. 292 с.
3. Мітрясова О.П. Органічна хімія: навчальний посібник. К.: Кондор-Пресс. 2018. 414 с.
4. Мурликіна Н.В., Упатова О.І., Уклеїна О.Г. Органічна хімія. Лабораторний практикум. Завдання і вправи: навчальний посібник. Харків: ХДУХТ, 2014. 211 с.
5. Обушак М.Д., Біла Є.Є. Органічна хімія: навчальний посібник. Частина 1. Львів: Вид-во ЛНУ ім. І. Франка, 2004. 233 с.
6. Обушак М.Д., Біла Є.Є. Органічна хімія: навчальний посібник. Частина 2. Львів: вид. ЛНУ ім. І. Франка, 2018. 256 с.
7. Практикум з органічної хімії: навчальний посібник / укладачі О.М. Швед, Н.С. Ситник, Є.А. Бахалова. Вінниця: ДонНУ імені Василя Стуса, 2017. 64 с.
8. Шевченко О.В., Буренкова К.В. Лабораторний практикум з органічної хімії: практикум. Одеса: Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2021. 176 с.

1. ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДЕЯКИХ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК,

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

ЩО ВИКОРИСТОВУЮТЬСЯ ТА ОДЕРЖУЮТЬСЯ В СИНТЕЗАХ

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

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

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

Навчально-методичне видання

Сливка Наталія Юріївна
Кадикало Елла Максимівна
Марушко Лариса Петрівна

ОРГАНІЧНА ХІМІЯ
МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

ЧАСТИНА I

2-ге видання, виправлене та доповнене

Друкується в авторській редакції

Підписано до друку 30. 09. 2024. Формат 60×84 ¹/₁₆

Ум. друк. арк. 3.75. Зам. № 65. Тираж 50

Папір офсетний. Гарнітура Times. Друк офсетний

Друк ФОП Гетьманчук В.Г.

Реєстраційний номер облікової картки

платника податків 1985703912

43000, м. Луцьк, вул. Бенделіані, 1А/85

Виписка з Єдиного державного реєстру юридичних осіб,
фізичних осіб – підприємців та громадських формувань

№ 220579230339 від 09.03.2023 р.