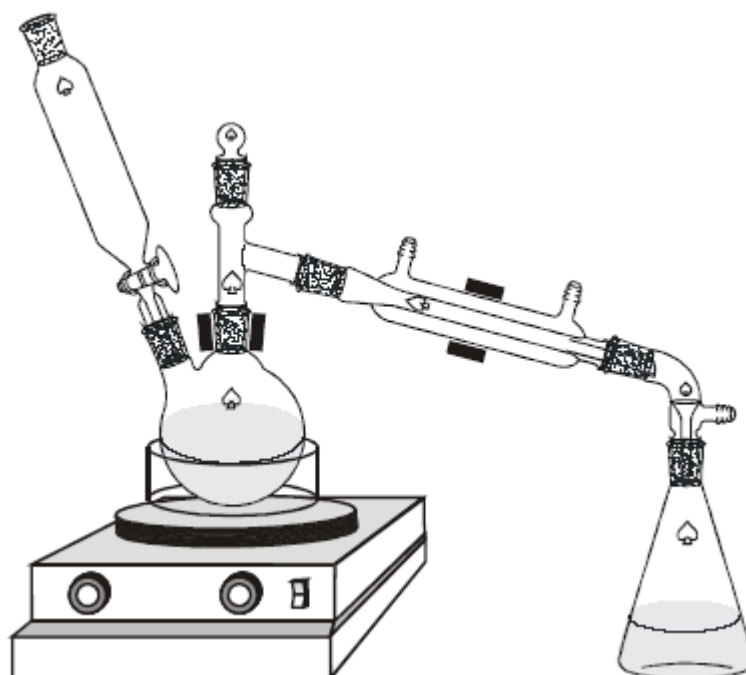


Министерство образования и науки РФ
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Ульяновский государственный университет
Институт медицины, экологии и физической культуры
Экологический факультет

МИХЕЕВА Л.А., БРЫНСКИХ Г.Т.

ЛАБОРАТОРНО – ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Для студентов II курса факультета последипломного
медицинского и фармацевтического образования
специальности «ФАРМАЦИЯ»



Ульяновск – 2015

ББК: 24.1

*Печатается по решению учебно-методической комиссии института
медицины, экологии и физической культуры*

*Рецензент: к.х.н., доцент кафедры биологии, химии и ТХППР УСХА
Федорова И.Л.*

Михеева Л.А., Брынских Г.Т.

Лабораторно-практические работы по органической химии: Пособие для студентов II курса факультета последипломного медицинского и фармацевтического образования специальности «ФАРМАЦИЯ» /Составители: Михеева Л.А., Брынских Г.Т.– Ульяновск: УлГУ, 2015. – 114 с.

Методическое пособие составлено в соответствии с программой по органической химии и является руководством для лабораторно-практических занятий для студентов специальности 060301 – «Фармация».

© Михеева Л.А., Брынских Г.Т.

© Ульяновский государственный университет, 2015 г.

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА И ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Техника безопасности при работе в лаборатории органической химии

Все органические вещества в той или иной степени ядовиты, а многие из них – огнеопасны и взрывоопасны. Поэтому, работая в лаборатории органической химии, необходимо строго соблюдать перечисленные ниже основные правила техники безопасности.

1. Работать одному в лаборатории запрещается. Приступать к работе можно только в присутствии преподавателя или лаборанта.

2. Во время работы в лаборатории соблюдайте тишину, чистоту и порядок на своем рабочем месте и в лаборатории. Нельзя отвлекаться от работы и отвлекать своих товарищей.

3. Нельзя работать в лаборатории без халата. Он должен быть сшит только из хлопчатобумажной ткани. Запрещается держать на лабораторном столе портфель, сумку и другие посторонние предметы. Для них должно быть отведено специальное место.

4. В лаборатории запрещается пить воду, принимать и хранить пищу, курить.

5. При работе следует надевать очки: а) при определении температуры плавления в приборе с концентрированной серной кислотой; б) при возможном разбрызгивании и разбрасывании едких веществ (перемешивание кислот и щелочей, дробление твердой щелочи, хлорида цинка, сплавление в открытой чашке и т. д.); в) в случае перегонки жидкостей при пониженном давлении и при работе с вакуум-приборами; г) при работе с ампулами и запаянными трубками, изготовлении стеклянных капилляров; д) при работе со щелочными металлами и плавиковой кислотой.

6. Работать с ядовитыми, раздражающими органы дыхания и сильно пахнущими веществами необходимо только в вытяжном шкафу в резиновых перчатках, а иногда – и в противогазе. Нельзя брать химические вещества незащищенными руками. Сыпучие реактивы отбирайте только сухим шпателем или специальной ложкой.

7. Приступая к выполнению работы, ознакомьтесь со свойствами применяемых в синтезе веществ (огнеопасность, токсичность и т. д.).

8. Прежде чем взять необходимое количество вещества, внимательно прочитайте надпись на этикетке лабораторной посуды, в которой содержится это вещество.

9. Нельзя наглухо закрывать приборы для проведения реакций, нагревания растворов и перегонки жидкостей, так как это может привести к взрыву.

10. Нельзя держать при нагревании пробирку или колбу отверстием к себе или в сторону стоящего рядом человека.

11. Запрещается нагревать летучие и легко воспламеняющиеся жидкости и вещества (эфир, петролейный эфир, бензин, спирт, ацетон, сероуглерод и др.) на открытом пламени. Для этого пользуйтесь водяной баней или электрической плиткой с закрытой спиралью. При перегонке таких веществ обязательно применяйте холодильники с водяным охлаждением. Нельзя перегонять жидкости досуха – это может привести к взрыву или пожару.

12. Не наклоняйтесь близко к прибору, в котором идет реакция, нагревание или перемешивание химических веществ.

13. Запрещается выливать в раковины остатки кислот и щелочей, огнеопасных и ядовитых, плохо смывающихся и сильно пахнущих жидкости. Для этого в вытяжном шкафу или около раковины должна стоять специальная емкость, хорошо закрывающаяся и небьющаяся (например, пластмассовая).

14. Не разрешается бросать в раковины бумагу, вату, стекло от разбитой химической посуды.

15. Запрещается пробовать химические вещества на вкус, всасывать ртом любые жидкие вещества в пипетки. При исследовании запаха жидкости следует осторожно направлять к себе ее пары легким движением руки.

16. Категорически запрещается держать ртуть в открытой посуде. Все приборы, содержащие ртуть, должны быть помещены на безщелевые подносы с достаточно высокими боковыми стенками. В случае поломки прибора, содержащего ртуть, необходимо поставить об этом в известность преподавателя или лаборанта. Выливать ртуть в раковины запрещается. Разлитую ртуть собирают с помощью амальгамированной медной пластинки в специальные толстостенные банки, закрытые пробкой. Остатки ртути, попавшие в щели пола и т.д., следует обработать 20%-ным водным раствором хлорида железа (III) или порошком серы.

17. Металлический натрий следует обязательно хранить под слоем керосина, толуола или ксилола, не содержащих следов воды. Нельзя работать с металлическим натрием поблизости от водопроводного крана. Приступая к работе, надо насухо вытереть стол и высушить посуду, в которой будет проводиться реакция с металлическим натрием. После окончания работы нельзя сразу мыть эту посуду водой – следует сначала уничтожить остатки натрия, растворяя их в спирте. Крупные остатки натрия или его обрезки следует поместить в отдельную банку с керосином (толуолом или ксилолом).

18. Концентрированные кислоты, щелочи, ядовитые и сильно пахнущие вещества обязательно хранить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

19. Концентрированные соляную и азотную кислоты переливать только в вытяжном шкафу. При разбавлении кислоты необходимо осторожно, небольшими порциями, при постоянном перемешивании прибавлять кислоту к воде, а не наоборот! Глаза при этом должны быть защищены очками.

20. При попадании кислот на кожу нужно быстро промыть обожженное место струей воды, а затем – 2–3%-ным раствором соды. При ожоге едкими щелочами надо также хорошо промыть обожженное место водой, а затем – 2–3%-ным

раствором уксусной кислоты. При случайном попадании кислоты или щелочи в глаза тотчас промыть их большим количеством воды, а затем обработать тампоном, смоченным в растворе соды или борной кислоты, и вновь промыть водой.

21. Категорически запрещается хранить бром в хрупкой посуде. Для этого применяют толстостенные склянки с притертыми пробками. Все работы с бромом следует проводить только в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу, в резиновых перчатках и защитных очках. При попадании брома на кожу необходимо немедленно протереть обожженное место спиртом, а затем смазать глицерином.

22. Приступая к работе в лаборатории, надо ознакомиться с имеющимися средствами противопожарной безопасности (ящик с песком, асбестовые или войлочные одеяла, огнетушители и т. д.), аптечкой с набором необходимых средств оказания первой помощи, а также с их местонахождением.

23. Легковоспламеняющиеся и взрывоопасные жидкости должны храниться в металлических шкафах в количестве, не превышающем ежедневной потребности.

24. Запрещается перегонять эфир или диоксан без предварительной проверки на содержание в них пероксидов. Это может привести к взрыву!

25. Нельзя без специального разрешения преподавателя или лаборанта переносить приборы или реактивы из одной лаборатории в другую.

26. К работе с сжатыми газами (баллонами) допускаются лица, прошедшие специальный инструктаж по технике безопасности.

27. Если около горящей горелки чувствуется запах газа, перекройте газ, поступающий к горелке. Затем проверьте исправность резинового шланга и самой горелки. При обнаружении запаха газа в лаборатории необходимо выключить газовую магистраль и тщательно проветрить лабораторию. Категорически запрещается пользоваться спичками, а также включать электрический свет.

28. В случае воспламенения одежды необходимо немедленно набросить на пострадавшего халат, одеяло, пиджак и т. д. Ни в коем случае не давать ему бежать, так как это усиливает пламя. При возникновении пожара нужно сразу отключить вентиляцию и электроэнергию и принять меры к ликвидации загорания. При необходимости вызвать пожарную команду. При воспламенении эфира, бензола, бензина нельзя применять для тушения воду. В этих случаях пламя тушат песком или асбестовым одеялом.

29. Следует бережно и аккуратно обращаться с посудой, приборами и предметами оборудования. Старайтесь разумно экономить реактивы, воду, газ и электроэнергию.

30. Уходя из лаборатории, проверьте, выключены ли вода, газ и электроэнергия на рабочем месте.

МЕТОДЫ ОЧИСТКИ И ВЫДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Полученные при синтезе вещества, как правило, содержат некоторое количество примесей (исходные вещества, не вступившие в реакцию, побочные продукты, растворители и др.). Чтобы избавиться от них, применяют различные методы очистки и выделения органических веществ. Эти методы довольно разнообразны и зависят, в основном, от агрегатного состояния соединения.

1. Фильтрация

Фильтрация – процесс отделения твердых компонентов смеси, находящихся в осадке, от маточных растворов (жидких компонентов) посредством пористой перегородки – фильтра. В качестве фильтра обычно используют фильтровальную бумагу, которая может быть различной пористости. Фильтрами могут служить также различные ткани, пористое стекло, асбест, обычная и стеклянная вата и др. При этом необходимо помнить, что фильтрующие материалы не должны взаимодействовать ни с растворителем, ни с отделяемым осадком.

Фильтрация можно проводить различными способами. Это определяется как характером растворителя, так и свойствами отделяемого вещества при фильтрации. Обычно пользуются двумя способами фильтрации: при нормальном и пониженном давлении.

Фильтрация при нормальном давлении – наиболее простой и часто применяемый в лабораторной практике способ, не требующий сложных приспособлений. Для этого необходимы стеклянная воронка и фильтр. Бумажные фильтры могут быть двух видов: простые и складчатые. Последние применяются чаще, так как имеют большую фильтрующую поверхность, и это намного ускоряет процесс фильтрации.

Простой фильтр можно изготовить так: квадратный кусок фильтровальной бумаги складывают вчетверо и обрезают по окружности таким образом, чтобы готовый фильтр имел вид конуса. При этом размер конуса должен соответствовать размеру фильтровальной воронки.

Складчатый фильтр имеет более сложную форму. Для его изготовления вначале поступают так же, как и для получения простого фильтра. Затем четвертушки бумаги разгибают и на фильтре, сложенном вдвое, делают сгибы «гармошкой».

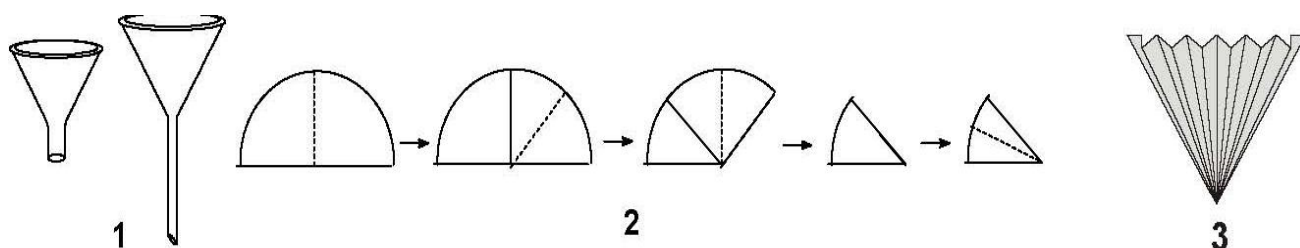


Рис. 1. Простые химические воронки 1, процедура изготовления складчатого фильтра 2 и готовый складчатый фильтр 3.

Фильтр (простой или складчатый) вставляют в воронку, укрепленную в кольце, которое присоединено к штативу зажимом. Под воронку ставят стакан, и прибор для фильтрования холодных растворов готов. Для фильтрования горячих растворов применяют специальную воронку, обогреваемую электрической спиралью или горячей водой.

При фильтровании веществ, имеющих низкую температуру плавления, используют воронки с охлаждением.

Фильтрование при пониженном давлении (отсасывание) применяют для ускорения процесса фильтрования. Основным прибором служат фарфоровая воронка Бюхнера и толстостенная колба Бунзена, соединенная через предохранительную склянку с водоструйным насосом (или лабораторным насосом Комовского).



Рис. 2. Прибор для отсасывания – 1, фарфоровая воронка Бюхнера – 2.

2. Кристаллизация

Кристаллизацией называют процесс образования и роста кристаллов из раствора, расплава или газовой среды. Это один из важнейших методов, применяемых для очистки твердых органических веществ. Он основан на различной растворимости органического вещества и сопутствующих ему примесей в данном растворителе при различных температурах.

Загрязненное примесями вещество растворяют при нагревании в подходящем растворителе, а затем горячий раствор отфильтровывают от нерастворимых примесей и дают охладиться. Выпавший осадок отфильтровывают и сушат.

В качестве растворителей применяют этиловый спирт, ацетон, бензол, хлороформ, диоксан, уксусную кислоту, петролейный эфир, воду и др. Если данные о растворимости очищаемого кристаллизацией вещества отсутствуют, то растворитель подбирают опытным путем. Хорошо подобранный растворитель при температуре, близкой к точке кипения, должен растворять, по крайней мере в пять раз больше вещества, чем при комнатной температуре. Иногда, если очищаемое

вещество хорошо растворяется в растворителе при нагревании, но плохо кристаллизуется из него при охлаждении, кристаллизацию проводят из смеси различных растворителей, умело подобрав их соотношение.

В общем случае необходимо учитывать следующие требования к растворителям:

- 1) растворитель должен хорошо растворять вещество при нагревании и плохо – при охлаждении;
- 2) растворитель не должен химически взаимодействовать с очищаемым веществом;
- 3) растворитель желательно применять в минимальном количестве (иначе растворенное вещество не будет полностью выделяться при охлаждении).

Из горячего раствора сначала кристаллизуется то вещество, которое труднее растворяется в данном растворителе или присутствует в большем количестве.

Чтобы вызвать процесс кристаллизации в пересыщенном растворе, в него добавляют в качестве «затравки» несколько кристаллов того вещества, которое необходимо выкристаллизовать. Помогает и потирание стенок сосуда с раствором стеклянной палочкой.

Довольно часто при проведении процесса кристаллизации применяют активированный уголь. Из-за высокой абсорбционной активности он хорошо удаляет из раствора окрашенные загрязнения и различные смолообразные продукты. Однако активированный уголь нельзя добавлять к сильно нагретому раствору, так как это может привести к выбросу жидкости за счет ее бурного вскипания.

При использовании легковоспламеняющихся растворителей (диоксан, бензол, этиловый спирт и др.) растворение необходимо вести при осторожном нагревании в круглодонной колбе с обратным водяным холодильником.

3. Перегонка

Перегонка – процесс отделения жидких веществ от нелетучих примесей или разделения летучих веществ с различной температурой кипения. Это достигается нагреванием жидкости до кипения и последующей конденсацией ее паров в холодильнике.

Существуют три способа перегонки жидкости:

- а) при нормальном давлении (простая и фракционная перегонка);
- б) при пониженном давлении (перегонка в вакууме);
- в) с водяным паром.

Перегонка при нормальном давлении (простая перегонка). Этот способ применяют в случае, если разница в температурах кипения веществ, входящих в состав разделяемой смеси, не менее 80–100°С или если основное вещество необходимо отделить от нелетучих примесей.

Схема установки для простой перегонки показана на рис.3 Колбу Вюрца подбирают такого размера, чтобы перегоняемая жидкость заполняла ее не более чем на $\frac{2}{3}$ объема. При соединении колбы с холодильником необходимо, чтобы конец ее отводной трубки выступал из пробки в холодильник не менее чем на

2–3 см. Ртутный шарик термометра должен находиться примерно на 0,5 см ниже отверстия отводной трубки. В этом случае шарик термометра хорошо омывается парами перегоняемой жидкости.

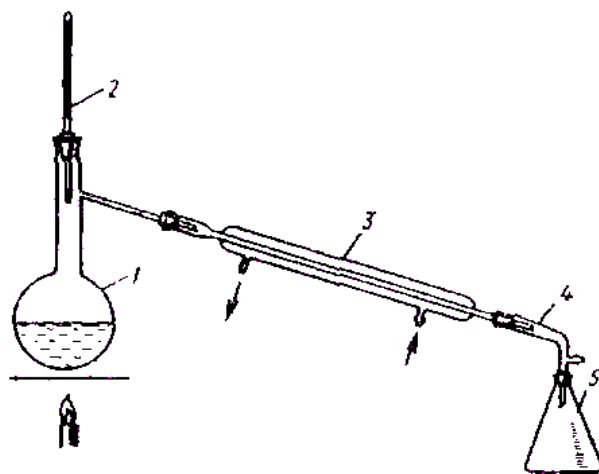


Рис. 3. Схема установки для простой перегонки: 1 – колба Вюрца, 2 – термометр, 3 – холодильник Либиха, 4 – аллонж, 5 – приемник.

Если температура кипения перегоняемой жидкости не выше 120–130°C, то применяют проточное водяное охлаждение. При перегонке жидкостей с более высокой температурой кипения рекомендуется использовать в качестве охлаждающего компонента непроточную воду (т.е. воду, оставшуюся в холодильнике после прекращения ее подачи) или применять воздушный холодильник. Для равномерного кипения жидкости в колбу помещают кусочки обожженного неглазурованного фарфора или длинные стеклянные капилляры, запаянные с одного конца и погруженные в жидкость другим концом. Скорость перегонки регулируется скоростью поступления жидкости в приемник (не более 1–2 капель в сек.).

При перегонке индивидуального вещества его температура кипения остается постоянной в течение всей перегонки. При перегонке смеси двух веществ, температуры кипения которых различаются значительно, вначале отгоняется жидкость с более низкой температурой кипения. Если температура кипения начинает возрастать, это означает, что начинает перегоняться другая жидкость, имеющая более высокую температуру кипения, чем первая. В процессе перегонки второй жидкости также устанавливается постоянная температура. Таким образом, меняя приемники, можно собрать несколько фракций; в первых будет преобладать низкокипящая часть перегоняемой смеси, а в последних – высококипящая.

Если перегоняемая смесь состоит из компонентов, температуры кипения которых близки и которые не образуют азеотропных смесей, применяют дробную, или фракционную перегонку. Для этого обычно используют дефлегматоры и ректификационные колонки. В них часть паров перегоняемой смеси конденсируется (за счет охлаждения наружным воздухом), превращаясь в жидкость, обогащенную сравнительно высококипящим компонентом. Оставшийся пар, наоборот, обогащается более летучей частью смеси. Таким образом, пары, проходящие че-

рез колонку, богаче летучим компонентом, чем пары, находящиеся над перегоняемой жидкостью. Жидкость (конденсат), стекающая в колбу, наоборот, содержит высококипящие вещества.

Если температура кипения перегоняемых жидкостей не выше 80°C (спирт, ацетон, эфир, бензол и др.), то нагревание следует проводить только на водяной бане.

Перегонка в вакууме. Используется в случае, если вещество имеет низкую термическую устойчивость. Уменьшение давления создается водоструйным или масляным насосами, причем чем более понижается давление при перегонке, тем ниже температура кипения данного соединения. Прибор для вакуумной перегонки показан на рис.4.

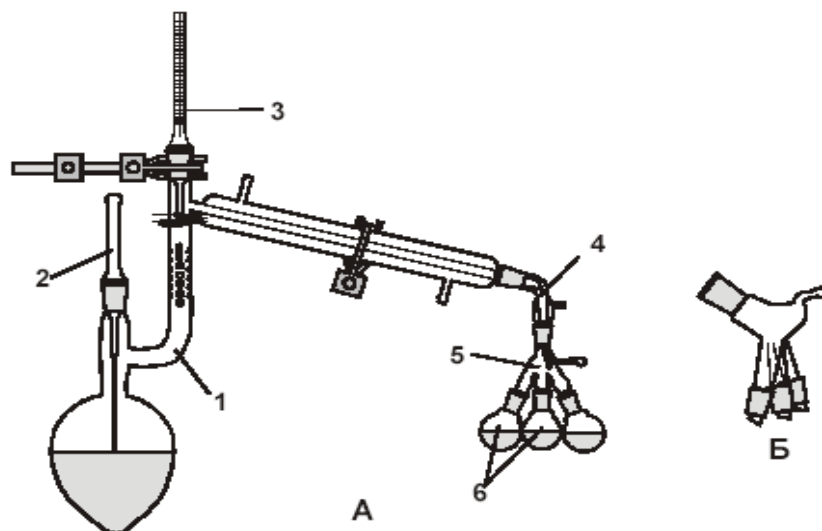


Рис. 4. А – прибор для перегонки: 1 – Колба Клайзена с холодильником; 2 – капилляр; 3 – термометр; 4 – аллонж; 5 – "паук"; 6 -приемные колбы. Б – аллонж "паук".

При вакуумной перегонке категорически запрещается использовать в качестве приемников плоскодонные колбы! Рекомендуемый объем колбы для вакуумной перегонки – вдвое больше объема перегоняемой жидкости.

Перегонка с водяным паром. Это один из распространенных методов выделения и очистки органических веществ. Он широко используется не только в лабораторной практике, но и в промышленности. Перегонка с паром применяется к веществам, которые практически не смешиваются и не взаимодействуют с водой.

Перегонку с паром используют:

- Для выделения из смесей и очистки веществ, которые кипят при очень высокой температуре или вообще не перегоняются без разложения.
- Для очистки веществ, загрязненных большим количеством смолистых нелетучих примесей.
- Для выделения мало растворимых в воде веществ, имеющих при температуре около 100°C заметное давление пара.

• Для отделения нелетучих с паром твердых веществ от высококипящих растворителей (характерный пример – как нитробензол с температурой кипения 210°C , который нереально удалить упариванием, однако можно легко отогнать с водяным паром при 99°C).

Перегонка с паром основана на тех же физико-химических принципах, что и простая перегонка. С повышением температуры давление паров воды и не смешивающегося с ней вещества возрастают практически независимо одно от другого. Кипение начинается, когда сумма парциальных давлений насыщенного пара компонентов будет равна атмосферному давлению – иными словами, точка кипения смеси воды и летучего вещества обычно ниже 100°C (не следует забывать о том, что водные растворы нелетучих веществ всегда кипят выше, чем чистая вода). Прибор для перегонки с водяным паром показан на рис. 5.

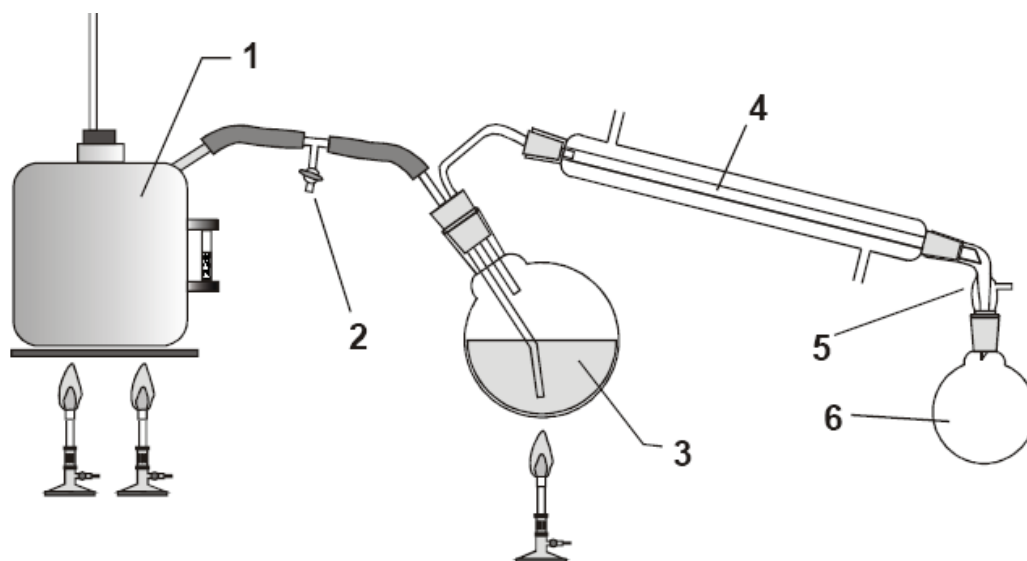


Рис. 5. Прибор для перегонки с паром: **1** – парообразователь, **2** – тройник с краном, **3** – перегонная колба, **4** – холодильник, **5** – аллонж; **6** – приемник.

Перегонку с водяным паром ведут следующим образом: парообразователь заполняют водой приблизительно на $\frac{2}{3}$ его объема и нагревают до температуры кипения. Одновременно нагревают перегонную колбу. Все это время тройник открыт. Когда вода в парообразователе закипит, закрывают резиновую трубку и начинают перегонку. Образующиеся пары конденсируются в холодильнике и поступают в приемник в виде эмульсии. Если вещество осаждается в холодильнике в виде кристаллов, то на короткое время выпускают охлаждающую воду, и пары вещества, идущие из колбы, расплавляют кристаллы. При этом нужно следить, чтобы не сконденсированный пар не увлек с собой перегоняемое вещество. Впускание холодной воды в холодильник следует производить с осторожностью. Перегонку ведут до тех пор, пока из холодильника не начнет вытекать чистая вода. После окончания перегонки сначала открывают тройник, а затем гасят спиртовку. Дистиллят разделяют с помощью делительной воронки, водную фазу при необходимости экстрагируют подходящим растворителем, который затем упаривают.

Для перегонки с паром небольших количеств вещества (5–7 г) можно использовать упрощенный прибор, состоящий из набора для простой перегонки с насадкой Клайзена. В эту насадку вставляют капельную воронку без обвода, в которую наливается вода (рис. 6). Затем проводят обычную перегонку, собирая смесь целевого продукта и воды, которую по мере расходования прибавляют в колбу.

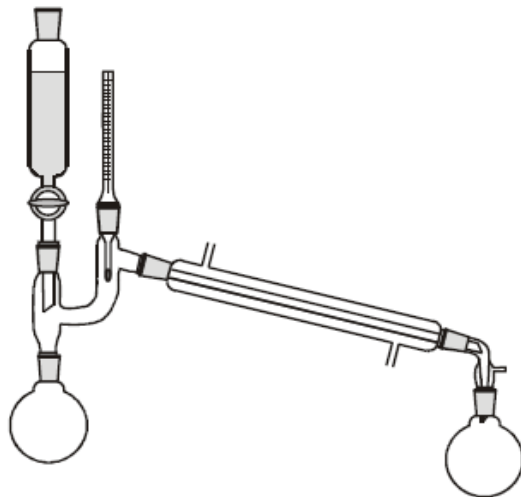


Рис. 6. Прибор для перегонки с водяным паром небольших количеств вещества.

4. Возгонка (сублимация)

Возгонка, или сублимация, связана с переходом кристаллического вещества, нагретого ниже его температуры плавления, в парообразное состояние (минуя жидкую фазу), а затем при охлаждении – опять в твердое состояние. Этим способом хорошо очищаются вещества, если летучесть сопутствующих загрязнений отличается от летучести основного вещества. Возгонкой можно хорошо очистить бензойную кислоту, антрацен, нафталин, иод, серу и др.

Возгонку можно проводить при нормальном и пониженном давлении.

Для возгонки веществ при нормальном давлении вещество помещают в фарфоровую чашку, которую накрывают перевернутой стеклянной воронкой. Отводную трубку воронки закрывают куском ваты. Между чашкой и воронкой помещают фильтровальную бумагу с небольшими отверстиями во многих местах для пропускания паров. Это делают для того, чтобы кристаллы вещества, образовавшиеся на холодной поверхности воронки, не падали опять на возгоняемое вещество. Воронку охлаждают, прикладывая к наружной поверхности смоченный в воде кусок ткани. Если необходимо очистить небольшое количество вещества, то вместо воронки можно использовать часовое стекло, которое выпуклой поверхностью кладут на чашку (или стакан). Для охлаждения на часовое стекло можно положить смоченный водой кусочек ваты.

Фарфоровую чашку с веществом медленно и осторожно нагревают на бане. Необходимо помнить, что даже небольшой перегрев может привести к термическому разложению очищаемого вещества.

5. Экстракция

Экстракция, или извлечение, основана на различной растворимости веществ в двух несмешивающихся жидкостях. Чаще всего экстрагированию приходится подвергать водные растворы. Для этого пользуются делительной воронкой, в которую наливают раствор, содержащий экстрагируемое вещество и экстрагирующую жидкость, т. е. растворитель, в котором это вещество растворяется лучше.

Растворитель для экстракции должен:

- а) мало растворяться в другом растворителе, который содержит экстрагируемое вещество;
- б) заметно лучше растворять экстрагируемое вещество, чем растворитель, из которого это вещество экстрагируется;
- в) не должен химически взаимодействовать ни с экстрагируемым веществом, ни с растворителем, в котором оно растворено;
- г) быть сравнительно безопасным;
- д) легко удаляться при выделении из него вещества.

Делительную воронку (рис.7), содержащую раствор экстрагируемого вещества и растворитель (не более $\frac{2}{3}$ ее объема), закрывают пробкой и осторожно встряхивают, придерживая при этом пробку указательным пальцем. В воронке может повышаться давление за счет испарения растворителя, поэтому нужно периодически открывать кран и выпускать пары растворителя (при этом воронку держат трубкой вверх и в сторону от стоящего рядом товарища). Кран воронки при этом также должен «смотреть» вверх. После встряхивания делительную воронку закрепляют в штативе и оставляют в покое до полного разделения слоев. Затем открывают пробку и, осторожно открывая кран, медленно сливают нижний слой в стакан, стараясь не слить вместе с нижним слоем и верхний. Оставшийся слой (экстракт) выливают через верхнее отверстие воронки в другую посуду и сушат подходящим осушителем. После этого растворитель отгоняют на бане. Обычно это не вызывает никаких затруднений, так как растворители, применяемые для экстракции, кипят при сравнительно низких температурах.

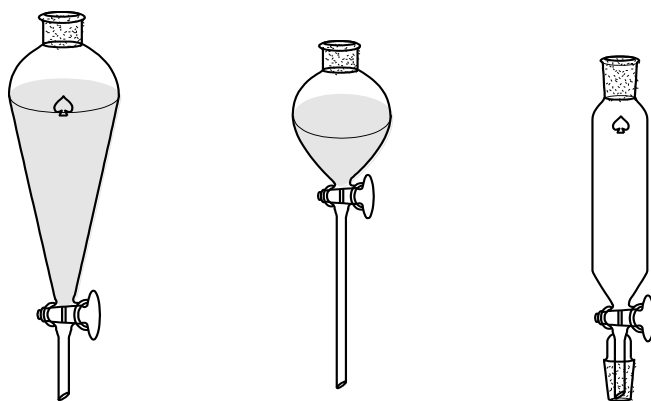


Рис. 7. Делительные воронки.

6. Высушивание органических веществ

Вещества, полученные после очистки, содержат, как правило, следы растворителей (воду, спирт, эфир и др.), которые удаляют высушиванием. Способ высушивания определяется природой вещества, его агрегатным состоянием и характером растворителя.

Твердые вещества обычно сушат на воздухе при комнатной температуре или в сушильном шкафу при повышенной температуре. В последнем случае температура в шкафу должна быть значительно ниже температуры плавления вещества. Для более эффективного высушивания применяют эксикаторы, на дно которых помещают подходящие осушители (P_2O_5 , безводные $CaCl_2$, $MgSO_4$ и др.).

Безводный хлористый кальций – дешевый широко применяемый осушитель, эффективно поглощающий воду. Ограничения – гранулированный $CaCl_2$ поглощает ее медленно; кроме того, $CaCl_2$ склонен к образованию более или менее прочных комплексов с различными органическими соединениями (спиртами, фенолами, аминами, аминокислотами, производными карбоновых кислот, некоторыми кетонами и альдегидами). Весьма эффективен порошок $CaCl_2$, особенно для сушки углеводов и галогенидов.

Безводный сернокислый натрий – дешевый нейтральный осушитель, который применяется для предварительного удаления больших количеств воды. Действует достаточно быстро, однако устойчивость гидратного комплекса Na_2SO_4 относительно велика, и в органической фазе остается некоторое количество несвязанной воды.

Безводный сернокислый магний – является одним из лучших нейтральных осушающих агентов, обладающий большой скоростью поглощения воды и хорошей поглотительной способностью; применяется для высушивания широкого круга соединений.

Едкий натр ($NaOH$) и едкое кали (KOH) – эффективные осушители, быстро связывающие воду (особенно в виде порошка), однако их использование ограничено. В основном применяются для сушки аминов и простых эфиров.

Фосфорный ангидрид, обычно используемый в эксикаторах, может быть использован и для глубокой сушки органических соединений, в основном – галогенуглеводородов. Однако отделение от P_2O_5 обязательно включает перегонку.

Для ускорения процесса высушивания используют вакуум-эксикатор.

Жидкие вещества высушивают с помощью твердых неорганических веществ, способных поглощать воду и образовывать при этом кристаллогидраты. Эти осушители не должны взаимодействовать с веществом и растворителем. Жидкость или раствор встряхивают с небольшим количеством (не более 1–3% от массы раствора) подходящего осушителя: прокаленного хлорида кальция, сульфата натрия, сульфата магния и др. После этого сосуд, содержащий жидкость и осушитель, закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой и оставляют стоять некоторое время. Часто осушитель приходится менять несколько раз, добиваясь полного устранения влаги. Затем жидкость отфильтровывают или декантируют (осторожно сливают).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ВЕЩЕСТВ

1. Определение температуры плавления

Для контроля за степенью чистоты твердых органических соединений часто используют измерение температуры его плавления. Чистые вещества обычно обладают четко выраженной температурой плавления, примеси обычно понижают эту температуру или увеличивают интервал, в котором плавится данное соединение. Для известных соединений температуры плавления приведены в справочниках.

Температуру плавления определяют в специальном приборе (рис. 8). Капилляр (диаметр 1 мм, длина 4–5 см) с одного конца запаивают на спиртовке. Запаиваемый конец не должен содержать шарика и просвета при боковом просмотре. Исследуемое вещество тщательно растирают в ступке. Для заполнения капилляра его вводят открытым концом в исследуемое вещество, набирают немного и бросают запаиваемым концом вниз в вертикально поставленную на стол стеклянную трубку длиной 80–90 см. Вещество при этом перемещается на дно капилляра. Эту операцию повторяют несколько раз до получения хорошо уплотненного столбика вещества высотой до 5 мм. Заполненный капилляр прикрепляют к термометру резиновым колечком так, чтобы вещество в нем находилось на уровне середины шарика термометра. Затем термометр с капилляром помещают в сухую пробирку малого диаметра. Пробирку с термометром вставляют

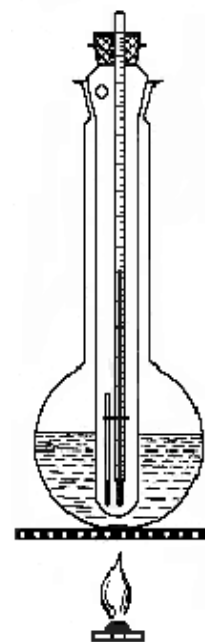


Рис. 8. Прибор для определения температуры плавления.

в больший сосуд с нагреваемой жидкостью (глицерин, парафиновое масло, концентрированная серная кислота, силиконовая жидкость), используемую как баня. Нагревание проводят на сетке вначале быстро, но за 15–20°C до ожидаемой температуры плавления нагревание замедляют до 1–2°C в минуту. Если вещество чистое, то оно плавится в пределах 0,5–1°C. Отмечают температуру, при которой появляется жидкая фаза (начало плавления) и температуру, при которой исчезают последние кристаллы вещества (конец плавления). Отмечают также все изменения, происходящие с веществом, а именно – изменение цвета, разложение, возгонку и т.п. Результаты представляют в виде интервала, например 135–135,5°C. Измерения повторяют 2–3 раза.

Более быстрым, но менее точным методом является метод плавления на шарике термометра. Для этого на шарик термометра, держа его горизонтально, помещают несколько кристаллов вещества, затем, не меняя положения, термометр помещают над поверхностью нагретой электроплитки на небольшой высоте. Температуру стараются поднимать медленно и отмечают точки начала и окончания плавления. Скорость нагрева регулируется расстоянием от плитки. Измерения повторяют 2–3 раза и берут среднее.

Не в коем случае нельзя касаться термометром нагретой поверхности, иначе он может лопнуть!

2. Определение температуры кипения веществ

Любая жидкость характеризуется определенной температурой кипения. В отличие от температуры плавления эта константа зависит от давления: жидкость начинает кипеть тогда, когда давление ее паров становится равным атмосферному давлению. Чем чище вещество, тем уже интервал температур начала и конца перегонки. Этот интервал обычно составляет 0,5–1°C.

При определении температуры кипения небольшого количества жидкости применяют метод Сиволобова. В стеклянную трубочку (внутренний диаметр около 5 мм, длина 2,5–3 см) помещают пипеткой несколько капель исследуемой жидкости. Затем в нее погружают тонкий капилляр, запаянный с верхнего конца. Трубку с жидкостью и капилляром прикрепляют к термометру резиновым колечком или тонкой проволокой, как и в случае определения температуры плавления. Термометр с капилляром помещают в прибор для определения температуры плавления. При медленном нагревании из тонкого капилляра начинают выделяться пузырьки воздуха. Температура, при которой начинается непрерывное выделение пузырьков, считается температурой кипения жидкости. Очень важно не перегреть жидкость. Необходимо вблизи температуры кипения (за 10–15°C) прибор нагревать медленно.

3. Определение относительной плотности жидкости

Плотность – одна из характерных констант чистого вещества. Она меняется с изменением температуры.

Плотность вещества равна отношению массы вещества m к его объему V :

$$\rho = m/V$$

Для быстрого определения относительной плотности можно использовать ареометры. Ареометр состоит из стеклянной трубки, нижняя часть которой расширена и имеет шарик, наполненный дробью. Верхняя часть имеет шкалу с делениями. Чем больше относительная плотность жидкости, тем менее в нее погружается ареометр.

Определение относительной плотности жидкости проводят в цилиндре, в который наливают исследуемую жидкость на 2/3 объема цилиндра. Ареометр осторожно погружают в нее, стараясь, чтобы он свободно плавал, не касаясь ни стенок, ни дна цилиндра. Значение относительной плотности показывает деление на шкале, против которого устанавливается уровень жидкости.

4. Определение показателя преломления

Показатель преломления n – представляет собой отношение синуса угла падения света на поверхность раздела двух сред к синусу угла отражения: $n = \sin\alpha / \sin\beta$. Эта величина используется для идентификации жидких веществ и характеристики их чистоты.

Показатель преломления зависит от температуры и резко меняется с изменением длины волны света, поэтому измерения проводят при постоянной темпера-

туре и монохроматическом свете. Обычно опыт проводят при 20°C и при длине волны, соответствующей длине желтой линии натрия D ($\lambda=589,3$ нм). Так, символ n_D^{20} означает, что показатель преломления был определен для линии D при 20°C.

Показатели преломления определяют с помощью рефрактометра (рис. 9). На рефрактометре ИРФ–22 исследование проводят следующим образом. Открыв полушарие измерительной головки 1, протирают плоскость призмы ватой, смоченной эфиром. С помощью маховика 2 приводят плоскости призм в горизонтальное положение. На поверхность измерительной призмы 10 осторожно наносят каплю исследуемой жидкости и закрывают измерительную головку. Осветительное зеркало устанавливают таким образом, чтобы свет от источника, поступающий в осветительную призму через окно, равномерно освещал поле зрения. Вращая маховик 2 и наблюдая в окуляр 4 зрительной трубы 5, находят границу света и тени. Если эта граница размыта или окрашена, то винтом 6 добиваются её четкого изображения. С помощью маховика 2 точно совмещают границу раздела света и тени с перекрестом сетки и снимают отсчет по шкале показателя преломления (по положению горизонтального штриха). Зеркало для освещения шкалы 7 ориентируют так, чтобы свет поступал в окошко 8, освещая шкалу прибора.

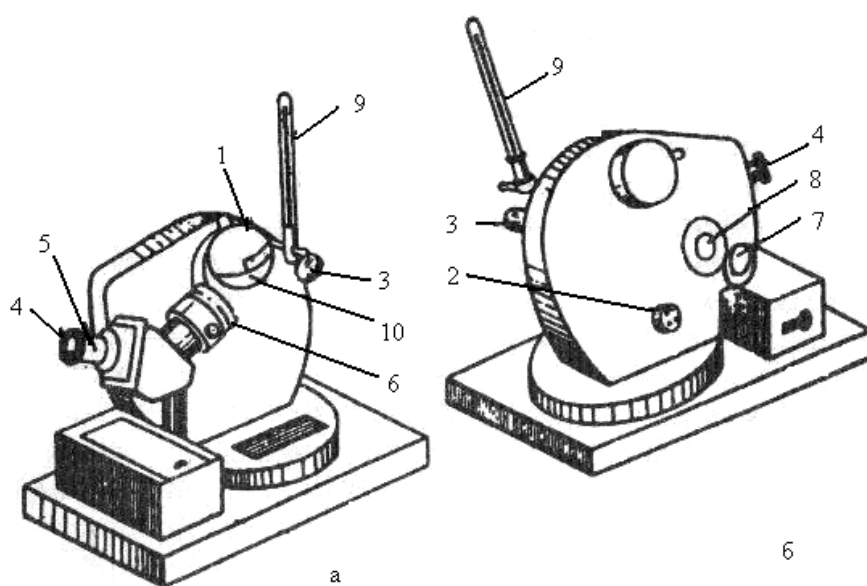


Рис. 9. Рефрактометр ИРФ–22:

а – вид справа, **б** – вид слева; **1** – измерительная головка, **2** – маховик для изменения положения плоскостей призм, **3** – осветительное зеркало, **4** – окуляр, **5** – зрительная труба, **6** – винт, **7** – зеркало для освещения шкалы, **8** – окошко, **9** – термометр, **10** – измерительная призма.

Показатель преломления измеряется с точностью до четвертого знака после запятой. Целые числа и первые три цифры после запятой отсчитывают по шкале, а десятитысячные доли оценивают на глаз.

Лабораторная работа № 1

ОСНОВНЫЕ СПОСОБЫ ОЧИСТКИ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФИЗИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

- Цель:**
- 1) Научиться пользоваться химической посудой, собирать приборы для проведения очистки веществ.
 - 2) Научиться очищать органические вещества с использованием основных способов очистки органических веществ.
 - 3) Закрепить знания о физических и химических свойствах органических веществ, используемых при очистке.

Приборы, оборудование, химическая посуда: сушильный шкаф, химические стаканы, стеклянные воронки, воронка Бюхнера, водоструйный насос, оборудование для перегонки, термометр, прибор для определения температуры плавления, фарфоровая чашка, делительная воронка, стеклянная пробка, пипетки, цилиндры, шпатель, фильтровальная бумага.

Реактивы: бензойная кислота загрязненная, этиловый спирт загрязненный, анилин, четыреххлористый углерод, сульфат магния, 30%-ный раствор гидроксида натрия, 10%-ный раствор соляной кислоты, бензол, толуол, хлороформ, ледяная вода.

Опыт 1. Кристаллизация бензойной кислоты

Небольшое количество (около 1 г) загрязненной бензойной кислоты растворите в 30–50 мл кипящей воды в открытой колбе или химическом стакане. Полученный горячий раствор быстро отфильтруйте через складчатый фильтр, помещенный в стеклянную воронку. Собранный в стакан или коническую колбу фильтрат охладите ледяной водой при перемешивании. Выделяются белые кристаллы бензойной кислоты. Через 30 мин осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера с использованием водоструйного насоса и сушите при 60°C в сушильном шкафу.

Опыт 2. Очистка бензойной кислоты возгонкой

Около 1 г технической бензойной кислоты поместите в маленькую фарфоровую чашку и накройте стеклянной воронкой. Чашку слабо нагрейте, не допуская плавления вещества. При этом бензойная кислота возгоняется и оседает в виде игл на стенках воронки. Все ли твердые вещества можно очищать этим методом?

Опыт 3. Очистка бензойной кислоты методом переосаждения

Около 2 г загрязненной бензойной кислоты поместите в стаканчик на 100 мл и налейте 50 мл дистиллированной воды. Убедитесь, что кислота в воде не растворяется. Добавьте по каплям 30%-ный раствор гидроксида натрия до тех пор, пока вся кислота не растворится. Полученный раствор отфильтруйте через складчатый фильтр, помещенный в стеклянную воронку. К фильтрату добавьте по каплям 10%-ный раствор соляной кислоты до выпадения кристаллов бензойной кислоты. Очищенную таким образом бензойную кислоту отфильтруйте на воронке Бюхнера, осадок промойте на воронке водой, отожмите между листами фильтровальной бумаги и высушите в сушильном шкафу при температуре 60°C.

Опыт 4. Определение температуры плавления бензойной кислоты

Небольшие количества очищенной бензойной кислоты из опытов 1, 2, 3 тщательно разотрите в фарфоровых чашках и определите температуру плавления (Т. пл. чистой бензойной кислоты 122°C). Для сравнения определите температуру плавления загрязненной бензойной кислоты. Сделайте вывод о качестве очистки бензойной кислоты. Какой метод очистки оказался более качественным?

Опыт 5. Очистка спирта

Небольшое количество спирта, загрязненного любой растворимой примесью (водой, ацетоном, пиридином и др.), очищают методом простой перегонки. Для этого соберите прибор для простой перегонки (рис. 3). Затем отмерьте в цилиндр 30 мл загрязненного спирта и поместите в круглодонную колбу для перегонки. Проведите перегонку, после чего измерьте объем перегнанного спирта и исходя из количества взятого и очищенного спирта, рассчитайте процентный состав первоначальной смеси. Следует обратить внимание на показание термометра в процессе перегонки. Сохраняется ли оно все время постоянным? Чем это объясняется? По плотности, измеренной ареометром, определите массовую долю этилового спирта в полученном растворе и сделайте вывод о качестве очистки.

Опыт 6. Экстракция анилина

В делительную воронку вместимостью 100 мл поместите 30 мл смеси анилина $C_6H_5NH_2$ и воды (в соотношении 1:2 по объёму) и добавьте 10 мл четырёххлористого углерода CCl_4 . Четырёххлористый углерод – один из немногих органических растворителей, имеющий большую плотность, чем вода ($\rho=1,59 \text{ г/см}^3$), поэтому он сразу опускается на дно воронки. Воронку закройте стеклянной пробкой и несколько раз энергично встряхните, чтобы слои перемешались. Затем для выравнивания давления воронку переверните краном вверх и приоткройте, чтобы выпустить образовавшиеся пары. Встряхивание с последующим приоткрыванием крана повторите несколько раз. В результате анилин переходит в слой четырёххлористого углерода, т.е. экстрагируется им. После отстаивания и чёткого расслоения разделите образовавшиеся слои: нижний слой (раствор анилина в CCl_4) слейте через кран, а оставшийся верхний слой экстрагируйте ещё 2 раза таким же количеством экстрагента. Экстракты объедините и высушите от воды несколькими кусочками прокалённого сульфата магния $MgSO_4$ или карбоната калия K_2CO_3 , которые поглощают влагу с образованием гидрата сульфата магния $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ или гидрата карбоната калия $K_2CO_3 \cdot 2H_2O$.

Опыт 7. Определение массовой доли и молярной концентрации этилового спирта по значению плотности растворов

Получите у лаборанта 5 склянок с растворами этилового спирта неизвестных концентраций. Определите относительную плотность каждого раствора с помощью ареометров. По таблице определите массовую долю спирта в каждом растворе. Рассчитайте молярную концентрацию спирта по формуле:

$$C = \frac{\omega \times 10 \times \rho}{M}$$

Опыт 8. Определение показателя преломления органической жидкости

Получите у лаборанта 2 склянки с неизвестными жидкостями. Определите на имеющемся в лаборатории рефрактометре показатели преломления полученных жидкостей. Сравнивая полученные результаты с показателями преломления, приведенными в таблице, определите неизвестные жидкости.

Лабораторная работа № 2 **КАЧЕСТВЕННЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ** **ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

- Цель:** 1) ознакомиться с основными принципами качественного элементного анализа органических веществ.
2) Освоить технику перевода органических веществ в элементное состояние.

Основными элементами, входящими в состав органических соединений, являются: углерод, водород, кислород, азот, фосфор и галогены. Для обнаружения этих элементов исследуемое вещество предварительно подвергается минерализации. В результате минерализации органическая молекула полностью разрушается, а входящие в ее состав элементы образуют простейшие минеральные соединения, которые затем открываются обычными методами качественного неорганического анализа.

Опыт 1. Обнаружение углерода пробой на обугливание

Реактивы: сахар, бумага, бензол, 1%-ный раствор серной кислоты, серная кислота (конц.).

Оборудование: фарфоровая чашка, фарфоровый треугольник, металлический шпатель, стеклянный цилиндр (50 мл), ступка с пестиком, штатив, спиртовка, стеклянные палочки, пипетки.

А) На крышку тигля или в фарфоровую чашку поместите 0,1 г сахара. Чашку поставьте на фарфоровый треугольник, который находится на кольце металлического штатива. Осторожно нагревайте чашку пламенем спиртовки, а затем прокалите испытуемое вещество до обугливания (почернения). Можно внести несколько крупинок сахара на кончике металлического шпателя непосредственно в пламя спиртовки. После прокаливания сахара остается обуглившаяся масса черного цвета. Напишите уравнение соответствующей реакции.

Б) На белой или фильтровальной бумаге (целлюлозе) сделайте надпись 1%-ным раствором серной кислоты. При высыхании раствора надпись невидима. При осторожном нагревании бумаги над пламенем спиртовки участки бумаги, смоченные кислотой, обугливаются – надпись проявляется.

В) Разотрите в ступке 25 г сахара, добавьте 3 мл воды и перенесите смесь в стеклянный цилиндр емкостью 50 мл. Затем постепенно при непрерывном раз-

мешивании стеклянной палочкой добавьте 12,5 мл концентрированной серной кислоты. Когда начинается обугливание, стеклянную палочку приподнимите. Смесь вспучивается, черный пористый «пирог» поднимается по палочке.

Г) В фарфоровую чашку налейте 3 мл бензола и подожгите его. Бензол горит сильно коптящим пламенем, часть углерода выделяется в виде сажи. Напишите уравнение реакции.

Опыт 2. Обнаружение углерода и водорода

Реактивы: сахар, порошок оксида меди (II), известковая вода, безводный сульфат меди, вата.

Оборудование: изогнутые газоотводные трубки с пробками для пробирок, стеклянные палочки, пробирки, пипетки, шпатель, песчаная баня, спиртовка.

В сухую пробирку с газоотводной трубкой поместите 0,2–0,3 г сахарозы и 1–2 г порошка оксида меди (II) (рис. 10). Содержимое пробирки тщательно перемешайте, сверху смесь засыпьте слоем оксида меди (II) – примерно 1 г. В верхнюю часть пробирки (под пробку) поместите маленький комочек ваты, на которую насыпьте немного подготовленного заранее безводного сульфата меди. Для чего медный купорос (голубого цвета) прокалить в выпаривателе на песчаной бане при помешивании стеклянной палочкой до обесцвечивания. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и закрепите ее в лапке штатива с небольшим наклоном в сторону пробирки. Свободный конец газоотводной трубки опустите в пробирку с известковой водой так, чтобы трубка касалась поверхности жидкости. Сначала прогрейте всю пробирку, затем сильно нагрейте ту часть, где находится реакционная смесь.

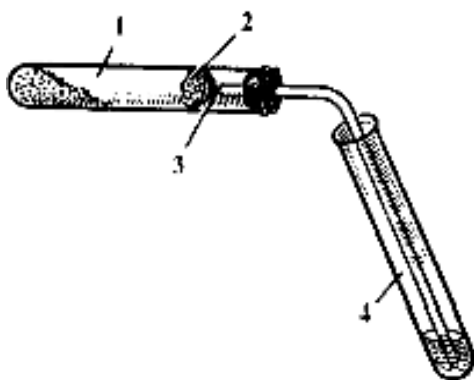


Рис. 10. Прибор для определения качественного элементного состава (углерод, водород) органического соединения: **1** – смесь органического вещества с оксидом меди (II); **2** – вата; **3** – безводный сульфат меди (II); **4** – приемная пробирка с известковой водой.

Отметьте, что происходит с известковой водой. Почему изменяется цвет сульфата меди? Напишите соответствующие уравнения реакций.

Меры предосторожности: вынимать газоотводную трубку из пробирки с известковой водой не прекращая нагревания пробирки с реакционной смесью.

Опыт 3. Обнаружение азота (Тяга!)

Реактивы: мочевины, металлический натрий, 5%-ный раствор сульфата железа (II), 1%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор соляной кислоты, этиловый спирт, лакмусовая бумага, дистиллированная вода.

Оборудование: фильтровальная бумага, шпатель, пинцет, пробирки, спиртовка, стеклянные палочки, пипетки, держатель для пробирок.

Принцип метода состоит в том, что при сплавлении с металлическим натрием органическое вещество разлагается, а содержащийся в нем азот образует с углеродом и натрием цианид натрия. Схематично уравнение реакции можно записать:



Образовавшийся цианид натрия обнаруживают, переводя его в берлинскую лазурь.

В сухую пробирку из термостойкого стекла поместите кусочек металлического натрия величиной с половину рисового зерна и поверх него насыпьте немного карбамида.

Осторожно нагрейте пробирку в вытяжном шкафу, держа вертикально над пламенем спиртовки до тех пор, пока не произойдет вспышка. Необходимо проследить, чтобы натрий плавился вместе с мочевиной, так как в противном случае цианид натрия не сможет образоваться и опыт окажется неудачным. После этого дайте пробирке остыть и осторожно внесите в нее 3–4 капли этилового спирта для удаления остатков натрия. В пробирку прилейте 2 мл воды и нагрейте ее до растворения плава при помешивании стеклянной палочкой. Раствор должен быть бесцветным. Если органическое вещество разрушено не полностью, жидкость имеет бурый или черный цвет. В таком случае сплавление исследуемого вещества с натрием повторяют.

Из полученного раствора отберите 1–2 капли раствора в другую пробирку. Затем добавьте 2–3 капли 5%-ного раствора сульфата железа (II) и 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III). Выпадают осадки гидроксида железа (II) грязно-зеленого цвета и гидроксида железа (III) бурого цвета. Напишите уравнения реакций их образования в щелочном растворе. Если в растворе имеется избыток цианида натрия, то образуется гексацианоферрат натрия.

Содержимое пробирки перемешайте, а затем подкислите 10%-ным раствором соляной кислоты. Выпадает осадок синего цвета берлинской лазури, что указывает на присутствие азота в исследуемом веществе. Если берлинской лазури образуется очень мало, раствор окрашивается в зеленый цвет, постепенно переходящий в синий. Напишите уравнения реакций.

Опыт 4. Обнаружение серы (Тяга!)

Реактивы: тиомочевина (сульфаниловая кислота, стрептоцид), металлический натрий, 2%-ный раствор ацетата свинца, 2%-ный раствор нитропруссиды натрия (свежеприготовленный), 10%-ный раствор соляной кислоты, уксусная кислота, этиловый спирт.

Оборудование: фильтровальная бумага, шпатель, пинцет, пробирки, спиртовка, стеклянные палочки, пипетки.

Минерализация исследуемого вещества производится металлическим натрием так же, как в случае с азотом, выделяющаяся сера образует с натрием сульфид натрия. После остывания пробирки натрий нейтрализовать 2–3 каплями этилового спирта, затем растворить продукты минерализации в 5–6 мл дистиллированной воды и отфильтровать при необходимости.

Раствор, содержащий сульфид натрия разделите на три части.

А) Первую часть раствора подкислите уксусной кислотой, затем прибавьте 0,5 мл 2%-ного раствора ацетата свинца. Жидкость окрашивается в бурый или черный цвет, иногда появляется черный осадок. Образование осадка ускоряется при нагревании. Напишите уравнения всех проходящих реакций.

Б) Ко второй части раствора прилейте 0,5 мл 2%-ного раствора нитропрусида натрия. Появляется интенсивное красно-фиолетовое окрашивание, постепенно переходящее в бурое. Эта проба значительно чувствительнее пробы с ионами свинца. Напишите уравнение реакции образования комплексной соли состава $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NOS}]$ при взаимодействии сульфида натрия и нитропрусида натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$.

В) К третьей части раствора прибавьте 10%-ный раствор соляной кислоты, при этом появляется запах сероводорода. Напишите уравнение реакции сульфида натрия с соляной кислотой.

Опыт 5. Обнаружение галогенов разрушением органического вещества сжиганием (Тяга!)

Реактивы: хлороформ, 1%-ный раствор нитрата серебра, вода дист.

Оборудование: фильтровальная бумага, стакан (150 мл), пинцет, спиртовка, пипетки.

Химический стакан ополосните дистиллированной водой. Возьмите пинцетом полоску фильтровальной бумаги, смочите ее хлороформом и зажгите; держа над ней перевернутый вверх дном влажный стакан. После сгорания бумажки стакан переверните и налейте в него 2–3 мл воды и несколько капель 1%-ного раствора нитрата серебра. Образуется творожистый осадок или взвесь белого цвета. Напишите уравнения реакций разложения хлороформа при сжигании и образования осадка.

Опыт 6. Обнаружение галогенов действием металлического натрия на спиртовой раствор органического вещества

Реактивы: хлороформ (четырёххлористый углерод, иодоформ), этиловый спирт, металлический натрий, 1%-ный раствор нитрата серебра, азотная кислота (конц.), дистиллированная вода, синяя лакмусовая бумага.

Оборудование: штатив с пробирками, прямая газоотводная трубка, спиртовка, пипетки.

В большинстве органических веществ галоген прочно связан с углеродом ковалентной связью, поэтому его нельзя обнаружить реакцией с ионами серебра.

Для обнаружения галогена органическое вещество восстанавливают водородом в момент выделения, галоген при этом отщепляется в виде аниона, который можно открыть обычными качественными реакциями.

В пробирку поместите 1 каплю хлороформа, добавьте 2 мл этилового спирта и небольшой кусочек (с половину горошины) металлического натрия. Начинается энергичная реакция, пробирка разогревается. Закройте ее пробкой с газоотводной трубкой и подожгите выделяющийся водород. Напишите уравнения реакций.

Когда выделение водорода закончится и натрий полностью растворится, к реакционной смеси прибавьте 2 мл воды. Избыток алкоголята натрия реагирует с водой с образованием гидроксида натрия. Напишите уравнение реакции. В воде растворяется также белый осадок хлорида натрия, мало растворимый в этиловом спирте.

Щелочной раствор подкислите несколькими каплями концентрированной азотной кислоты и к подкисленному раствору прибавьте несколько капель 1%-ного раствора нитрата серебра. Сразу же выпадает белый творожистый осадок хлорида серебра. Если в растворе мало ионов Cl^- , то образуется взвесь белого цвета. Напишите уравнение реакции.

Объясните, почему нельзя обнаружить ион Cl^- реакцией с Ag^+ в щелочной среде. Почему для подкисления щелочного раствора перед добавлением нитрата серебра нужно брать азотную кислоту, а не соляную или серную?

Опыт 7. Обнаружение фосфора (Тяга!)

Реактивы: фосфорсодержащее органическое вещество, 10%-ный раствор пероксида водорода, молибденовый реактив, 10%-ный раствор азотной кислоты.

Оборудование: пробирка, спиртовка, водяная баня, пипетки, шпатель, держатель для пробирок.

В сухую пробирку поместите немного исследуемого вещества, добавьте 10 капель азотной кислоты и 2 капли пероксида водорода. Содержимое прокипятите в пламени спиртовки не менее 5 минут. В процессе кипячения, по мере уменьшения пенообразования, добавляйте по каплям пероксид водорода, доведя общее количество пероксида до 10 капель.

Прибавьте к продуктам минерализации 3 мл молибденового реактива и поставьте пробирку на несколько минут в кипящую водяную баню. При наличии фосфора жидкость в пробирке желтеет, затем из раствора выпадает ярко-желтый мелкокристаллический осадок $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$. Напишите уравнение реакции.

Опыт 8. Обнаружение кислорода

Реактивы: этиловый спирт, гексан (пентан, бензол), кристаллический йод.

Оборудование: пробирки, пипетки, шпатель.

Налейте в сухие пробирки по 2 мл исследуемых жидкостей и внесите в них по небольшому кристаллу йода. Растворы йода в бескислородных жидкостях имеют фиолетовую окраску, в кислородсодержащих – коричневую. Объясните, почему это происходит?

Лабораторная работа № 3

АЛКАНЫ

- Цель:** 1) Закрепить представление о химических свойствах алканов.
2) Освоить технику получения газообразных веществ.

Опыт 1. Получение метана и его свойства

Реактивы: безводный ацетат натрия, натронная известь, известковая вода, бромная вода, 0,2%-ный раствор перманганата калия.

Оборудование: фарфоровая ступка, пробирки, пробка с газоотводной трубкой, штатив для пробирок, кристаллизатор, спиртовка, держатель для пробирок, шпатель.

1.1. Получение метана

В фарфоровой ступке разотрите 2–3 г безводного ацетата натрия с таким же количеством натронной извести (смесь NaOH и CaO). Смесь поместите в пробирку 1, закрытую пробкой с газоотводной изогнутой трубкой. Пробирку укрепите в штативе. Заполните пробирку 3 водой доверху, зажмите отверстие большим пальцем руки, переверните пробирку, опустите ее в кристаллизатор и под водой уберите палец с отверстия пробирки. Свободный конец газоотводной трубки погрузите в кристаллизатор с водой 2 и подведите в пробирку. Пробирку медленно, равномерно нагрейте (рис. 11). Сначала выделяются пузырьки воздуха, а затем метан, который соберите в пробирку 3.

Закончив наполнение пробирки метаном, сначала выньте газоотводную трубку из кристаллизатора, а затем отставьте спиртовку; в противном случае вода войдет в пробирку со смесью и она лопнет.

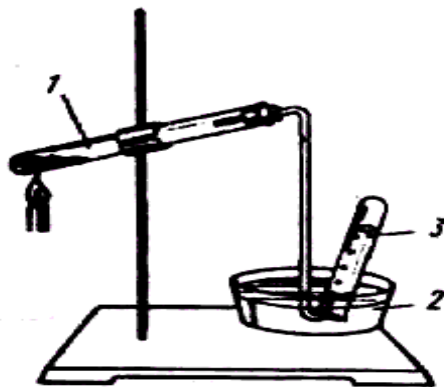


Рис. 11. Прибор для получения метана

Выделяющийся метан используйте для опытов 1.2 и 1.3.

Опыт 1.2. Горение метана

Метан в пробирке подожгите (по мере горения в пробирку приливают воду, которая вытесняет метан). Отметьте характер пламени (коптящее, некоптящее). По окончании горения в пробирку быстро прилейте немного известковой воды. Что происходит? Напишите уравнения реакций.

Опыт 1.3. Отношение метана к бромной воде и к водному раствору перманганата калия

Введите газоотводную трубку в пробирку с бромной водой и пропустите метан в течение 1 мин. Исчезает ли окраска бромной воды? Затем пропустите метан через пробирку с раствором перманганата калия. Что наблюдается? Сделайте вывод об отношении метана к бромной воде и к водному раствору перманганата калия при комнатной температуре.

Опыт 2. Реакции с жидкими насыщенными углеводородами

Реактивы: гептан (гексан), бромная вода, 0,2%-ный раствор перманганата калия, серная кислота (конц.), азотная кислота (конц.), 3%-ный раствор брома в четыреххлористом углероде, 5%-ный раствор карбоната натрия, синяя лакмусовая бумага.

Оборудование: пробирки, спиртовка, держатель для пробирок, пипетки, пинцет, фарфоровая чашка, водяная баня.

Опыт 2.1. Отношение алканов к бромной воде

К 1 мл гептана (или гексана) прилейте около 1 мл бромной воды и взболтайте, не закрывая пробирку. Происходит ли обесцвечивание бромной воды? Поясните наблюдаемое явление.

Опыт 2.2. Отношение алканов к раствору перманганата калия

К 1 мл гептана (или гексана) прилейте 1 мл 5%-ного раствора карбоната натрия, затем по каплям при встряхивании добавьте несколько капель раствора перманганата калия и взболтайте. Происходит ли обесцвечивание раствора?

Опыт 2.3. Отношение алканов к концентрированной серной кислоте

В сухую пробирку налейте 1 мл гептана (гексана) и 1 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое пробирки взболтайте в течение 2–3 мин. Происходят ли какие изменения? Разогревается ли смесь?

Опыт 2.4. Отношение алканов к концентрированной азотной кислоте

В сухую пробирку налейте 1 мл гептана (или гексана) и добавьте 1 мл концентрированной азотной кислоты, смесь встряхивайте в течение 2–3 мин. Что происходит?

Опыт 2.5. Бромирование алканов (Тяга!)

В сухую пробирку налейте 1 мл гептана (гексана) и добавьте несколько капель 3%-ного раствора брома в четыреххлористом углероде. Содержимое пробирки перемешайте на холоду. Исчезает ли окраска брома?

Затем смесь нагрейте на водяной бане. Окраска брома постепенно исчезает, одновременно образуется газообразный бромоводород. Его обнаруживают по изменению цвета влажной синей лакмусовой бумаги, внесенной пинцетом в верхнюю часть пробирки.

Напишите уравнение реакции. По какому механизму осуществляется взаимодействие алканов с бромом? Напишите механизм реакции на примере бромирования 2-метилпентана.

Опыт 2.6. Горение жидких алканов

В фарфоровую чашку налейте 1 мл гептана (гексана) и подожгите.

Объясните, почему в отличие от метана жидкие углеводороды горят коптящим пламенем. Вычислите процентное содержание углерода и водорода в метане, гептане. Напишите уравнение реакции горения гептана.

Лабораторная работа № 4

АЛКЕНЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах алкенов.

Опыт 1. Получение этилена и его свойства

Реактивы: серная кислота (конц.), этиловый спирт, оксид алюминия, натронная известь, бромная вода, 1%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор карбоната натрия, раствор иода в иодиде калия.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пробка с газоотводной трубкой, хлоркальциевая трубка, спиртовка, пипетки, держатель для пробирок.

1.1. Получение этилена

Этилен получают в приборе, изображенном на рис. 12. В пробирку 1, укрепленную в штативе, налейте 1 мл этилового спирта и осторожно прилейте 3 мл концентрированной серной кислоты. При смешивании этанола с серной кислотой образуется этилсерная кислота – кислый сложный эфир.

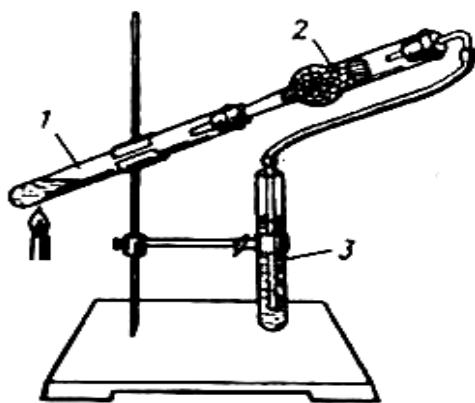


Рис. 12. Прибор для получения этилена: 1 – пробирка со смесью спирта и серной кислоты; 2 – хлоркальциевая трубка; 3 – пробирка для бромной воды или раствора перманганата калия.

В реакционную смесь добавьте несколько крупинок оксида алюминия (катализатор) и закройте пробирку пробкой, в которую вставлен узкий конец хлоркальциевой трубки 2, содержащей натронную известь (для улавливания диоксидов серы и углерода). Широкий конец хлоркальциевой трубки закройте пробкой с газоотводной трубкой, на конец которой надет резиновый шланг. Содержимое пробирки осторожно нагрейте. Выделяющийся этилен используйте для дальнейших опытов. Напишите уравнение реакции образования этилена.

Опыт 1.2. Бромирование этилена

В пробирку налейте 2 мл бромной воды. Опустите в нее газоотводную трубку с выделяющимся этиленом так, чтобы конец трубки был погружен в бромную воду. Осторожно нагрейте реакционную смесь в первой пробирке, следя за тем, чтобы вспенивающуюся жидкость не перебросило в хлоркальциевую трубку. Как только бромная вода обесцветится, уберите пробирку. Почему произошло обесцвечивание? Напишите уравнение реакции.

Опыт 1.3. Иодирование этилена

В пробирку налейте 2 мл раствора иода в иодиде калия. Опустите в нее газоотводную трубку с выделяющимся этиленом так, чтобы конец трубки был погружен в раствор иода. Осторожно нагрейте реакционную смесь в первой пробирке, следя за тем, чтобы вспенивающуюся жидкость не перебросило в хлоркальциевую трубку. Как только раствор иода обесцветится, уберите пробирку. Почему произошло обесцвечивание? Напишите уравнение реакции. Какая реакция – бромирование или иодирование проходит быстрее?

Опыт 1.4. Окисление этилена водным раствором перманганата калия (реакция Е.Е.Вагнера)

В пробирку поместите 2 мл 1%-ного раствора перманганата калия и 0,5 мл 10%-ного раствора карбоната натрия, опустите в нее газоотводную трубку с выделяющимся этиленом. Наблюдайте за изменением окраски раствора в пробирке. Если этилен пропускать долго, то образующийся в начале реакции хлопьевидный осадок бурого цвета может раствориться. Напишите уравнение реакции окисления этилена водным раствором перманганата калия.

Опыт 1.5. Окисление этилена в кислой среде

В пробирку налейте 2 мл 1%-ного раствора перманганата калия, добавьте 1 каплю концентрированной серной кислоты и пропустите этилен. Наблюдайте за изменением окраски раствора в пробирке. Бурые хлопья в этом случае не образуются, так как окисление проходит более глубоко. Напишите уравнение реакции окисления этилена перманганатом калия в кислой среде.

Опыт 1.6. Горение этилена

Подожгите этилен у конца газоотводной трубки. Этилен горит светящимся пламенем.

Рассчитайте содержание углерода и водорода в молекуле этилена в массовых долях (%). Напишите уравнение реакции горения этилена.

Опыт 2. Свойства жидких непредельных углеводородов (алкенов)

Реактивы: ненасыщенные жидкие углеводороды (можно использовать бензин или керосин), 3%-ный раствор брома в четыреххлористом углероде, 1%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор карбоната натрия, серная кислота (конц.), азотная кислота (конц.), раствор иода в иодиде калия.

Оборудование: пробирки, водяная баня, пипетки, химические стаканы, стеклянные палочки.

Опыт 2.1. Бромирование непредельных углеводородов (Тяга!)

В сухую пробирку налейте 1 мл непредельных углеводородов и добавьте по каплям при встряхивании 3%-ный раствор брома в четыреххлористом углероде. Если желтая окраска исчезает медленно, смесь осторожно подогрейте на водяной бане.

Напишите уравнение реакции присоединения брома к 2-метилбутену-2 и рассмотрите её механизм. Рассчитайте сколько граммов 3%-ного раствора брома потребуется для бромирования 1 г 2-метилбутена-2.

2.2. Иодирование непредельных углеводородов

В сухую пробирку налейте 1 мл непредельных углеводородов и добавьте по каплям при встряхивании раствор иода в иодиде калия. Если окраска исчезает медленно, смесь осторожно подогрейте на водяной бане.

Напишите уравнение реакции присоединения иода к 2-метилпентену-2. Рассчитайте сколько грамм чистого иода потребуется для присоединения к 1 г 2-метилбутена-2.

Опыт 2.2. Окисление алкенов водным раствором перманганата калия

В пробирку налейте 1 мл ненасыщенных углеводородов, добавьте 1 мл 10%-ного раствора карбоната натрия, затем по каплям при встряхивании – 1%-ный раствор перманганата калия. Что происходит? Если исчезновение окраски заметить трудно, в смесь опустите полоску фильтровальной бумаги. Окраска раствора на фильтровальной бумаге видна отчетливо.

Напишите уравнение реакции окисления 2-метилбутена-2 водным раствором перманганата калия.

Опыт 2.3. Реакция алкенов с концентрированной серной кислотой

В сухую пробирку налейте 1 мл непредельных углеводородов, добавьте 1 мл концентрированной серной кислоты и взболтайте смесь в течение нескольких минут (*в начале осторожно*). Если смесь сильно разогревается, пробирку охладите водой. Слой алкена исчезает, смесь приобретает бурую окраску.

Напишите уравнение реакции окисления 2-метилбутена-2 раствором перманганата калия в кислой среде.

Опыт 2.4. Реакция алкенов с концентрированной азотной кислотой

В сухую пробирку налейте 1 мл непредельных углеводородов, добавьте 1 мл концентрированной азотной кислоты и осторожно перемешайте смесь стеклянной палочкой. Когда реакция замедлится, реакционную смесь энергично встряхните в течение нескольких минут. Смесь разогревается и становится бурой. Происходит образование сложной смеси продуктов осмоления.

Лабораторная работа №5

АЛКИНЫ

- Цель:** 1) Закрепить представление о химических свойствах алкинов.
2) Обучение технике работы со взрывчатыми веществами на примере ацетиленидов.

Реактивы: карбид кальция, 0,1%-ный раствор перманганата калия, серная кислота (конц.), бромная вода, 10%-ный раствор карбоната натрия, раствор иода в иодиде калия, аммиачный раствор хлорида меди (I), 5%-ный раствор аммиака, 1%-ный раствор нитрата серебра, ацетон.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пробка с газоотводной трубкой, хлоркальциевая трубка, штатив для пробирок, резиновый шланг, спиртовка, держатель для пробирок, пипетки, защитные очки, асбестовая сетка, фильтровальная бумага.

Опыт 1. Получение ацетилена и его горение

Ацетилен можно получать в приборе для получения этилена. В пробирку налейте 3–5 мл воды, бросьте несколько кусочков карбида кальция и сразу же закройте ее пробкой с газоотводной трубкой. Подожгите выделяющийся ацетилен у конца газоотводной трубки. Наблюдайте характер пламени. Напишите уравнения реакций получения ацетилена и сгорания его (полное и неполное).

Выделяющийся ацетилен используйте для изучения его химических свойств.

Опыт 2. Отношение ацетилена к окислителям

Опыт 2.1. Окисление ацетилена в кислой среде

Ацетилен пропустите в пробирку с 3 мл 0,1%-ного раствора перманганата калия (подкисленного серной кислотой) до обесцвечивания раствора. При окислении ацетилена образуется смесь веществ. Напишите уравнение реакции полного окисления ацетилена перманганатом калия до оксида углерода (IV).

Опыт 2.2. Окисление ацетилена в щелочной среде

В пробирку налейте 1 мл 0,1%-ного раствора перманганата калия, добавьте такой же объем раствора карбоната натрия и затем пропустите через полученный раствор ацетилен. Постепенно фиолетовая окраска раствора исчезает, появляется хлопьевидный осадок оксида марганца (IV) бурого цвета. Напишите уравнение реакции окисления ацетилена перманганатом калия до щавелевой кислоты.

Опыт 3. Отношение ацетилена к бромной воде

В пробирку с 3 мл бромной воды пропустите ацетилен до полного обесцвечивания. Почему происходит обесцвечивание? Напишите уравнение реакции взаимодействия ацетилена с бромом. Объясните, почему обесцвечивание бромной воды происходит значительно медленнее, чем при реакции с этиленом.

Опыт 4. Взаимодействие ацетилен с иодом

В пробирку с 2 мл раствора иода в иодиде калия пропустите ацетилен. Что происходит? Напишите уравнение реакции присоединения иода к ацетилену. Присоединение брома или иода идет быстрее и почему?

Опыт 5. Получение ацетиленида меди (I)

В пробирку налейте 2–3 мл бесцветного аммиачного раствора хлорида меди (I) $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$ и пропустите через раствор ацетилен. Раствор окрашивается в красно-бурый цвет, затем выпадает красно-бурый осадок ацетиленида меди (I). Эту очень чувствительную реакцию применяют для обнаружения следов ацетилена, в том числе при санитарной экспертизе воздуха на предприятиях. Смочите полоску фильтровальной бумаги аммиачным раствором хлорида меди (I) и поднесите ее к отверстию пробирки, из которой выделяется ацетилен. Появляется красно-бурое окрашивание.

Напишите уравнение реакции образования ацетиленида меди (I). Какие свойства ацетилена проявляются в реакции?

Опыт 6. Получение ацетиленида серебра

В пробирку налейте 2 мл 1%-ного раствора нитрата серебра и прибавьте по каплям 5%-ный раствор аммиака до полного растворения образующегося вначале осадка оксида серебра. Через полученный бесцветный раствор пропустите ацетилен. Выпадает желтовато-серый осадок ацетиленида серебра (окраска обусловлена примесями). Осадок отфильтруйте, промойте небольшим количеством воды, затем отожмите в фильтровальной бумаге, перенесите на кусочек сухой фильтровальной бумаги и осторожно нагрейте на асбестовой сетке. (Тяга! Защитные очки!). Ацетиленид серебра разлагается со взрывом. Остатки его уничтожьте: для этого поместите вместе с фильтровальной бумагой в стакан с водой и добавьте концентрированную соляную или азотную кислоту (1/4 – 1/5 часть от объема воды).

Напишите уравнения реакций: получения аммиачного раствора гидроксида серебра и ацетиленида серебра. Напишите уравнения реакций разложения ацетиленида серебра при нагревании (взрыв) и при действии соляной кислоты.

Опыт 7. Растворимость ацетилена в воде и в ацетоне

В одну пробирку налейте 5 мл ацетона, в другую – 5 мл воды. В обе пробирки пропустите ацетилен до полного насыщения. Затем в каждую пробирку добавьте по 0,5 мл аммиачного раствора хлорида меди (I). В пробирке с ацетоном появляется красно-бурый осадок, а в пробирке с водой – лишь слабое окрашивание. Объясните полученные результаты.

Лабораторная работа №6

АРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических соединений.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, лопаточка, воздушный холодильник, водяная баня, штатив для пробирок, держатель для пробирок, пипетки, часовые стекла, спиртовка, стаканчики, пробка с прямой газоотводной трубкой, фарфоровая чашка, ступка, стеклянные палочки.

Реактивы: бензоат натрия, натронная известь, толуол, бензол, о-ксилол, нитробензол, бромная вода, хлороформ (2-хлорпропан), железные опилки, хлорид алюминия безводный, нитрат натрия (крист.), серная кислота (конц.), азотная кислота (конц.), 1%-ный раствор перманганата калия, раствор иода в иодиде калия, третбутиловый спирт, лакмусовая бумажка.

Опыт 1. Получение бензола

В ступке тщательно разотрите 2–3 г бензоата натрия с 4–5 г натронной извести. Смесь поместите в сухую пробирку, закройте пробкой с газоотводной трубкой, согнутой под прямым углом. Пробирку горизонтально закрепите в лапке штатива, нижний конец трубки опустите в пробирку-приемник, охлаждаемую ледяной водой. Пробирку со смесью нагрейте пламенем спиртовки, прогревая сначала всю пробирку, а затем сильно нагревая пробирку, заполненную смесью, до почернения последней. Образующийся бензол собирается в приемнике и обнаруживается по характерному запаху и горючести. Стеклянную палочку опустите в приемник и смочите образовавшимся отгоном, а затем поднесите к пламени спиртовки. Бензол загорается коптящим пламенем.

Напишите уравнение реакции образования бензола.

Опыт 2. Бромирование бензола (опыт проводят в вытяжном шкафу!)

В две сухие пробирки поместите по 1 мл бензола. В первую добавьте столько же мл бромной воды и встряхните, а во вторую пробирку добавьте 1 мл бромной воды и железные опилки. При этом железо, соединяясь с бромом, образует бромид железа, являющийся катализатором. Смесь также энергично встряхните. Признаком реакции бромирования является исчезновение окраски брома и выделение дымящегося на воздухе бромоводорода. Если реакция идет медленно, то пробирку можно нагреть на кипящей водяной бане. В первой пробирке окраска брома не исчезает, а переходит из нижнего водного слоя в верхний бензольный слой, что объясняется лучшей растворимостью брома в бензоле по сравнению с водой. Во второй пробирке наблюдается постепенное обесцвечивание раствора.

Напишите уравнение реакции бромирования бензола и рассмотрите ее механизм. Какова роль железных опилок? Образование каких изомеров возможно при бромировании бензола?

Опыт 3. Бромирование толуола (опыт проводят в вытяжном шкафу!)

Бромирование толуола проводят аналогично бромированию бензола. В две сухие пробирки поместите по 1 мл толуола. В первую добавьте столько же мл

бромной воды и встряхните, а во вторую пробирку добавьте 1 мл бромной воды и железные опилки. Смесь также энергично встряхните. Признаком реакции бромирования является исчезновение окраски брома и выделение дымящегося на воздухе бромоводорода. В первой пробирке окраска брома не исчезает, а переходит из нижнего водного слоя в верхний толуольный слой, что объясняется лучшей растворимостью брома в толуоле по сравнению с водой. Во второй пробирке наблюдается постепенное обесцвечивание желтого цвета раствора.

Напишите уравнение реакции бромирования толуола и рассмотрите ее механизм. Образование каких изомеров возможно при бромировании толуола?

Опыт 4. Взаимодействие толуола с иодом

В две сухие пробирки налейте по 1 мл толуола. В первую пробирку добавьте 1 мл раствора иода в иодиде калия и встряхните, а во вторую пробирку добавьте 1 мл раствора иода в иодиде калия и железные опилки. Пробирку также энергично встряхните. Что наблюдается? Признаком реакции является выделение иодоводорода, который определяется по покраснению лакмусовой бумажки, смоченной водой. Если покраснения не происходит, то пробирку можно слегка нагреть на водяной бане.

Напишите уравнение реакции взаимодействия толуола с иодом. Почему в первой пробирке реакция не идет?

Опыт 5. Получение нитробензола (опыт проводят в вытяжном шкафу!)

В сухую пробирку внесите 1 мл концентрированной азотной кислоты и 2 мл концентрированной серной кислоты. Смесь охладите, поместив в стакан с холодной водой. Затем при встряхивании добавьте в несколько приемов 1 мл бензола, продолжая осторожно встряхивать и охлаждать пробирку. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и для завершения реакции нагрейте на водяной бане до 50–55°C в течении 5–10 мин, систематически встряхивая содержимое пробирки. Приготовьте стакан с 10 мл дистиллированной воды. Перенесите содержимое пробирки в стакан. При этом нитробензол всплывает в виде маслянистой жидкости с запахом горького миндаля.

Напишите уравнение реакции нитрования бензола. Какова роль серной кислоты?

Опыт 6. Нитрование нитробензола

В пробирку с 2 мл концентрированной серной кислоты присыпьте 1 г тонкорастертого нитрата натрия. Смесь нагрейте на водяной бане до 60–70°C и постепенно при встряхивании добавьте 1 мл нитробензола. После 10-минутного нагревания на кипящей водяной бане при встряхивании содержимое вылейте в ледяную воду. При этом выделяются кристаллы м-динитробензола желтого цвета.

Объясните, почему нитрование нитробензола проводят в более жестких условиях по сравнению с бензолом. Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Нитрование толуола

В пробирке приготовьте нитрующую смесь, прибавляя постепенно к 2 мл концентрированной азотной кислоты 3 мл концентрированной серной кислоты.

В пробирку с 2 мл толуола при встряхивании и охлаждении по каплям добавьте полученную нитрующую смесь. Температура при этом не должна превышать 60°C. Затем смесь закройте пробкой с вертикальной трубкой и для завершения реакции нагрейте на водяной бане, часто всряхивая. Через 10 мин содержимое пробирки вылейте в стакан с холодной водой. На дне стакана выделяются маслянистые капли смеси изомеров нитротолуола.

Образование каких изомеров возможно при нитровании толуола? Напишите уравнение реакции.

Опыт 8. Сульфирование бензола и его гомологов

В три пробирки поместите по 1 мл соответственно бензола, толуола и оксилола и добавьте в каждую пробирку по 2 мл концентрированной серной кислоты. Закройте пробирки пробками с трубками и нагрейте на водяной бане (60–80°C) при частом и сильном встряхивании. Углеводороды сначала образуют с кислотой эмульсию, а затем постепенно растворяются. Отметьте различие во времени, потребовавшемся для полного растворения различных углеводородов при одинаковом режиме нагревания и встряхивания.

Пробирки охладите и вылейте содержимое каждой пробирки в стаканчики с 20 мл воды. Сульфоновые кислоты хорошо растворяются в воде. Отсутствие слоя углеводорода над водой свидетельствует, что прошло полное сульфирование углеводорода. Во всех ли стаканах произошло растворение реакционной смеси? Напишите уравнения реакций. Сделайте вывод о легкости сульфирования различных углеводородов.

Опыт 9. Алкилирование бензола галогеналканами (*Тяга!*)

В пробирку налейте 1 мл бензола, добавьте 0,5 г хлорида алюминия, затем при встряхивании к смеси прилейте 1 мл хлороформа (или другого галогенсодержащего алкана). Пробирку закройте пробкой с трубкой и слегка нагрейте. При этом начинается энергичная реакция с выделением хлороводорода. Смесь окрашивается в красно-бурый цвет. Выпадает масло – продукт реакции.

Напишите уравнение реакции. Объясните ее механизм. Какова роль хлорида алюминия при алкилировании?

Опыт 10. Алкилирование бензола спиртами

В пробирку налейте 1 мл бензола, добавьте 1 мл концентрированной серной кислоты и при встряхивании к смеси постепенно прилейте 1 мл третбутилового спирта. Пробирку слегка нагрейте и проследите за изменениями.

Напишите уравнение реакции. Объясните роль серной кислоты в реакции.

Опыт 11. Окисление ароматических углеводородов

Поместите в три пробирки по 2 мл раствора перманганата калия розового цвета и по 1 мл разбавленной серной кислоты. Затем в первую пробирку добавьте 1 мл бензола, во вторую – 1 мл толуола, в третью – 1 мл ксилола. Пробирки слегка нагрейте на водяной бане. В каких пробирках произошло обесцвечивание?

Напишите уравнения наблюдаемых реакций. Объясните причину различного отношения бензола, толуола и ксилола к перманганату калия.

Опыт 12. Горение бензола

Каплю бензола на стеклянной палочке внесите в пламя горелки. Бензол при этом воспламеняется и горит сильно коптящим пламенем. Сравните с горением метана. Объясните наблюдение.

Лабораторная работа №7

МНОГОЯДЕРНЫЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах многоядерных ароматических соединений.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, водяная баня, штатив для пробирок, держатель для пробирок, пипетки, стаканы химические на 50 мл, пробка с прямой газоотводной трубкой, стеклянные палочки, спиртовка, фарфоровая чашка, кусочки белой хлопчатобумажной ткани, шпатель.

Реактивы: нафталин, азотная кислота (конц.), серная кислота (конц.), концентрированный и 10%-ный растворы гидроксида натрия, 2%-ный и 1%-ный растворы перманганата калия, этиловый спирт, α - и β -нафтолы, 3%-ный раствор хлорида железа (III), 5%-ный раствор карбоната натрия, хлороформ, иодистый метил, раствор конго красного (1 г конго красного, 1 г карбоната натрия и 10 г сульфата натрия в 400 мл воды), разбавленная соляная кислота 1:1, антрацен, ледяная уксусная кислота, 20%-ный раствор нитрата аммония, оксид хрома (VI), цинковая пыль.

Опыт 1. Нитрование нафталина

В пробирку внесите 1 г нафталина; добавьте 4 мл концентрированной азотной кислоты. Смесь нагрейте на кипящей водяной бане в течение 5–10 мин до полного растворения нафталина, а затем вылейте в стаканчик с 10 мл холодной воды. При этом выделяются желтые шарики α -нитронафталина.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 2. Сульфирование нафталина

2.1. Получение β -нафталинсульфоновой кислоты

В пробирку поместите 1 г нафталина и нагрейте его до плавления. После остывания добавьте к затвердевшему нафталину 2 мл концентрированной серной кислоты. Осторожно нагрейте пробирку над пламенем спиртовки, постоянно встряхивая до достижения полной однородности смеси. Охладите смесь до комнатной температуры, добавьте к ней 2–3 мл воды и снова слегка нагрейте. При охлаждении выделяются кристаллы β -нафталинсульфоновой кислоты. В избытке воды кислота полностью растворяется.

2.2. Получение α -нафталинсульфоновой кислоты

В пробирку поместите 1 г нафталина и 2 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте на кипящей водяной бане в течение 10–15 мин. Смесь при этом встряхивают, возгоняющийся нафталин сбрасывают со стенок обратно в жидкость. После растворения нафталина смесь охлаждают и к ней осторожно добав-

ляют 2–3 мл воды. Наблюдается полное растворение α -нафталинсульфоновой кислоты.

Напишите уравнение реакции сульфирования нафталина. Объясните влияние температуры реакции на место вступления сульфогруппы в ароматическое кольцо нафталина.

Опыт 3. Окисление нафталина

В пробирку поместите 1 г нафталина, 2–3 мл 2%-ного раствора перманганата калия, добавьте 1 мл воды и 2 мл концентрированного раствора гидроксида натрия. Закройте пробирку пробкой с прямой газоотводной трубкой. Нагрейте пробирку в пламени спиртовки, а затем продолжите нагревание на кипящей водяной бане. Отметьте исчезновение розовато-фиолетовой окраски раствора и появление темного осадка. Если окраска перманганата калия полностью не исчезает, прибавьте несколько капель этилового спирта до обесцвечивания. Отфильтруйте бурый осадок оксида марганца (IV), фильтрат перенесите в фарфоровую чашку и упарьте на водяной бане. В фарфоровой чашке выпадает в осадок кристаллический продукт реакции.

Напишите уравнение реакции окисления нафталина.

Опыт 4. α - и β -Нафтолы

Опыт 4.1. Окисление α - и β -нафтолов

В двух пробирках растворите по 0,2 г α - и β -нафтолов в 3 мл раствора карбоната натрия. Постепенно при встряхивании прибавьте по каплям 1%-ный раствор перманганата калия до обесцвечивания.

Чем вызвано обесцвечивание растворов? Напишите уравнения реакций окисления нафтолов.

Опыт 4.2. Взаимодействие α - и β -нафтолов с хлоридом железа (III)

Кристаллики α - и β -нафтолов при нагревании растворите в двух пробирках с 1–2 мл спирта. К полученным растворам прибавьте по капле раствора хлорида железа (III). В пробирке с α -нафтолом появляется фиолетовое окрашивание, а с β -нафтолом – темно-зеленое. Чем объясняется появление интенсивного окрашивания растворов? Напишите уравнения реакций.

Опыт 4.3. Образование нафтолятов

В пробирки поместите по 0,1 г α - и β -нафтолов и смешайте с водой. Заметного растворения не происходит. К смеси добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия. При этом наблюдается растворение осадка.

Напишите уравнение реакции взаимодействия гидроксида натрия с нафтолами. Какие свойства проявляет нафтол в этой реакции?

Опыт 4.4. Алкилирование β -нафтола

К раствору 0,5 г β -нафтола в 2,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия прибавьте 1,5 мл иодистого метила. Смесь нагрейте в пробирке с обратным холодильником в течение 20 мин на водяной бане. Затем смесь охладите, добавьте

воды. Выпадает масло, которое при трении стеклянной палочкой о стенки пробирки кристаллизуется. Метилловый эфир β -нафтола обладает приятным запахом. Напишите уравнение реакции.

Опыт 4.5. Качественная реакция на β -нафтол

В пробирке растворите 0,1 г β -нафтола в 2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и прибавьте 0,5 мл хлороформа. Смесь сильно встряхните. При этом раствор сначала окрашивается в синий цвет, затем в зеленый и, наконец, в коричневый.

Опыт 5. Субстантивное (прямое) крашение

В стакан на 50 мл налейте раствор конго красного и поместите кусочек хлопчатобумажной ткани. Смесь нагрейте до кипения. Окрашенную в красный цвет ткань промойте водой, а затем погрузите в стакан с разбавленной соляной кислотой (1 : 1). Ткань окрашивается в синий цвет. При погружении ткани в раствор карбоната натрия снова появляется красная окраска. Объясните полученные результаты.

Опыт 6. Антрацен

Опыт 6.1. Нитрование антрацена

Небольшое количество антрацена растворите при нагревании в 3–4 мл ледяной уксусной кислоты. К полученному теплему раствору осторожно прилейте 1 мл 20%-ного раствора нитрата аммония в концентрированной серной кислоте. Смесь перемешайте. Образуется ярко-желтый осадок нитроантрацена. Если осадок плохо выделяется, то вылейте смесь в холодную воду.

Напишите уравнение реакции нитрования антрацена.

Опыт 6.2. Окисление антрацена

В пробирке растворите 0,1 г антрацена в 3 мл ледяной уксусной кислоты. К раствору прибавьте 2 мл оксида хрома (VI) в ледяной уксусной кислоте. Вначале реакция идет бурно. Когда реакция замедляется, смесь нагрейте в течение 5 мин и вылейте в стакан с водой. Выделяется желтый осадок антрахинона. Осадок отфильтруйте и оставьте до следующего опыта.

Напишите уравнение реакции окисления антрацена.

Опыт 6.3. Восстановление антрахинона

В пробирку поместите 0,1 г полученного антрахинона, 3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия, немного цинковой пыли и смесь нагрейте до кипения. Появляется красная окраска антрагидрохинона. При взбалтывании раствора цвет исчезает, так как происходит окисление антрагидрохинона до антрахинона кислородом воздуха. При добавлении цинковой пыли вновь появляется красное окрашивание. Напишите уравнение реакции восстановления антрахинона.

Лабораторная работа №8

ГАЛОГЕНПРОИЗВОДНЫЕ АЛИФАТИЧЕСКОГО РЯДА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах галогенуглеводородов.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пробка с газоотводной трубкой, штатив для пробирок, спиртовка, держатель для пробирок, пипетки, шпатель, стеклянные палочки, воронки, предметные стекла, микроскоп, водяная баня, фарфоровая чашка, асбестовая сетка.

Реактивы: хлорид натрия (крист.), этанол (96%), серная кислота (конц.), 10%-ный раствор гидроксида натрия, 20%-ный раствор азотной кислоты, 1%-ный раствор нитрата серебра, 4%-ный раствор нитрата серебра в этиловом спирте, 5%-ный раствор аммиака, бромид калия (крист.), иод (крист.), 1%-ный раствор перманганата калия, аммиачный раствор гидроксида серебра, медная проволока, соляная кислота, 10%-ный раствор резорцина, хлороформ, четыреххлористый углерод, этилбромид, этилиодид, трет-бутилбромид (или другие галогениды), раствор иода в иодиде калия (60 г иодида калия растворяют в 60 мл воды и добавляют 20 г иода, после чего добавляют воду до 1 л), вода (лед), подсолнечное масло.

Опыт 1. Получение хлорэтана

Хлорэтан (этилхлорид) – газ, сгущающийся при небольшом охлаждении в жидкость (т. кип. 12,4 °С). Применяется для местной анестезии: при испарении поглощает большое количество теплоты, вызывая сильное охлаждение участка кожи.

В пробирку поместите 0,2 г хлорида натрия, прилейте 2 мл этанола и 1 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и осторожно нагрейте на слабом пламени спиртовки (жидкость вспенивается). Подожгите выделяющийся хлорэтан у отверстия газоотводной трубки. Он загорается, образуя колечко зеленого цвета (образование хлорэтана начинается не сразу). Напишите все уравнения реакций.

Опыт 2. Получение бромэтана

В первую пробирку налейте 1,5 мл этанола и 1 мл воды. Добавьте по каплям при встряхивании и охлаждении 1,5 мл концентрированной серной кислоты. Разогревшуюся смесь охладите до комнатной температуры, добавьте в нее 1,5 г растертого в порошок бромида калия. Закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой. Конец газоотводной трубки опустите во вторую пробирку, содержащую 1 мл воды с кусочком льда и помещенную в стаканчик со смесью воды и льда (снега).

Реакционную смесь осторожно нагревайте до кипения, прогревая сначала верхний слой. Постепенно кристаллы бромида калия растворяются, а во второй пробирке собираются бесцветные тяжелые капли бромэтана. Перегонку ведите до исчезновения кристаллов бромида калия. Охлаждение приемника при перегонке необходимо для предотвращения испарения бромэтана, так как он имеет низкую температуру кипения (+38,4°С).

Пипеткой удалите из второй пробирки верхний водный слой. Для обнаружения брома и соответственно идентификации бромэтана внесите каплю бромэ-

тана в пламя спиртовки стеклянной палочкой. Пламя окрашивается в зеленый цвет. Для обнаружения брома в бромэтаноле можно использовать пробу Бейльштейна. Напишите все уравнения реакций.

Опыт 3. Проба Бейльштейна

При прокаливании органического галогеносодержащего вещества с оксидом меди (II) происходит его окисление. Углерод превращается в оксид углерода (IV), водород – в воду, галогены (кроме фтора) – в летучие галогениды меди (II), окрашивающие пламя в ярко-зеленый цвет (*проба Бейльштейна*). Реакция высокочувствительна. Однако ее нельзя использовать для обнаружения галогенов в соединениях, имеющих одновременно азотсодержащие заместители, так как они тоже окрашивают пламя. Пробу Бейльштейна используют при проверке подлинности галогеносодержащих лекарственных средств.

Медную проволоку длиной 10 см одним концом закрепляют в пробке, а на другом ее конце делают петлю. Держа в руке пробку, прокалите петлю в пламени спиртовки до прекращения окрашивания пламени и образования на поверхности проволоки черного налета оксида меди (II).

Остывшую петлю смочите полученным в предыдущем опыте бромэтаном, и введите в пламя спиртовки. Сначала пламя становится светящимся (сгорает углерод), а затем появляется интенсивное зеленое окрашивание.

По завершении реакции для очистки проволоки смочите ее соляной кислотой и прокалите. Проведите пробу Бейльштейна с хлороформом.

Опыт 4. Получение 1,2-дибромэтана

В пробирку, помещенную в стакан с холодной водой, налейте 2 мл воды и внесите пипеткой 2–3 капли брома (*Тяга!*). Затем пропустите в пробирку этилен, получаемый при нагревании 1 мл этилового спирта и 3 мл концентрированной серной кислоты (см. опыт «получение этилена»). Бурая окраска брома постепенно исчезает. По окончании реакции на дне пробирки образуется бесцветная маслянистая жидкость – 1,2-дибромэтан. Каплю полученного продукта внесите в пламя спиртовки стеклянной палочкой. В какой цвет окрашивается пламя?

Напишите уравнения всех реакций. По какому механизму идет реакция получения 1,2-дибромэтана?

Опыт 5. Гидролиз галогеноалканов

Исходными соединениями могут служить бром- и иодоэтаны, хлоро-, бром- и иодобутаны и т. п. Эту реакцию используют для количественного определения галогена в лекарственных веществах.

Опыт 5.1 Щелочной гидролиз алкилгалогенидов

Получите у преподавателя 2 образца исследуемых галогеноалканов. В первую пробирку налейте 0,5 мл исследуемого галогеноалкана и 2–3 раза промойте его водой. Для этого в пробирку добавьте 2–3 мл дистиллированной воды, взболтайте и после отстаивания и расслоения слейте большую часть воды. К остатку в пробирке снова прилейте воду и повторите промывание. Эта процедура необходима для удаления возможной примеси галогенид-иона.

К промытому галогеналкану добавьте 2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и встряхните содержимое пробирки. Осторожно, при частом взбалтывании, нагрейте смесь до начала кипения. Во избежание быстрого испарения галогеносодержащего соединения смесь нужно нагревать медленно, сначала прогревая верхний слой жидкости (кипятить нельзя, так как алкилгалогенид может испариться!).

После остывания и отстаивания смеси слейте часть водно-щелочного слоя во вторую пробирку. Подкислите содержимое второй пробирки 20%-ным раствором азотной кислоты до кислой реакции по лакмусу и добавьте несколько капель 1%-ного раствора нитрата серебра. Образуется осадок, количество которого зависит от реакционной способности галогеналкана. По цвету осадка можно судить о природе галогена.

Проделайте опыт с каждым из исследуемых соединений. Напишите уравнения реакций щелочного гидролиза взятых алкилгалогенидов. По какому механизму идет реакция? Зависит ли скорость реакции замещения галогена от природы галогена?

Опыт 5.2. Взаимодействие алкилгалогенидов со спиртовым раствором нитрата серебра

Для опыта используйте несколько алкилгалогенидов, предварительно промытых водой. В сухие пробирки налейте по 1 мл насыщенного спиртового раствора нитрата серебра и добавьте по 1 капле промытых водой алкилгалогенидов. Смесь в каждой пробирке встряхните. Выпадает ли осадок на холоде? Затем нагрейте пробирки в кипящей водяной бане в течение 1 мин. Охладите пробирки и сравните количества выпавших осадков AgHal . Чем больше выпадает осадка, тем выше подвижность галогена в исходном алкилгалогениде.

Напишите уравнения реакций алкилгалогенидов, взятых для опыта, с нитратом серебра.

Опыт 6. Свойства хлороформа

Опыт 6.1. Растворимость хлороформа в воде

В пробирку налейте 1 мл хлороформа и 1 мл воды. Закройте пробирку пробкой и энергично встряхните. Через некоторое время образуются два слоя.

Опыт 6.2. Экстракция хлороформом

Налейте в пробирку 2 мл хлороформа и добавьте несколько капель раствора иода в иодиде калия, встряхните пробирку. Нижний слой окрашивается в розовый цвет. Хлороформ хорошо растворяет иод; при встряхивании иод переходит из водного слоя в хлороформ, окрашивая его в розовый цвет.

Опыт 6.3. Гидролиз хлороформа

В пробирку налейте 1 мл хлороформа и 3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Осторожно при встряхивании нагрейте смесь до кипения, затем охладите. В условиях опыта хлороформ гидролизуеться с образованием ионов хлора и муравьиной кислоты (в щелочной среде получается формиат натрия). Для обнаружения ионов хлора отлейте в пробирку $\frac{1}{3}$ гидролизата, подкислите его 20%-

ным раствором азотной кислоты и добавьте несколько капель 1%-ного раствора нитрата серебра.

Напишите уравнения реакций гидролиза хлороформа в щелочной среде и взаимодействия хлора с нитратом серебра.

Муравьиная кислота легко окисляется, так как содержит в молекуле альдегидную группу. Это свойство лежит в основе обнаружения ее в растворе. Остаток щелочного гидролизата хлороформа разделите на две части. К одной прилейте свежеприготовленный аммиачный раствор гидроксида серебра, а к другой – несколько капель 1%-ного раствора перманганата калия. В первой пробирке выпадает металлическое серебро, во второй – раствор окрашивается в зеленый цвет. Напишите уравнения реакций и подберите коэффициенты.

Опыт 7. Получение и свойства иодоформа

При встряхивании растворите в пробирке 0,5 г иода в 1 мл спирта. К спиртовому раствору иода добавьте 5 мл воды (иод при этом выпадает в осадок), затем при встряхивании прилейте по каплям 10%-ный раствор гидроксида натрия до тех пор, пока не исчезнет бурый цвет иода и реакционная смесь не приобретет светло-желтую окраску. Избыток щелочи недопустим, так как щелочь гидролизует иодоформ. Для ускорения реакции пробирку осторожно нагрейте в водяной бане (температура в бане 70–80°C). При охлаждении выпадает обильный осадок иодоформа в виде светло-желтых кристаллов со специфическим запахом. Осадок иодоформа отфильтруйте, отожмите в фильтровальной бумаге и очистите перекристаллизацией из этилового спирта. Для этого кристаллы перенесите в пробирку, налейте около 1 мл спирта и нагрейте пробирку в водяной бане до полного растворения осадка. После охлаждения в ледяной воде выпавшие кристаллы иодоформа отфильтруйте и промойте небольшим количеством воды. Каплю водной взвеси кристаллов иодоформа перенесите на предметное стекло и рассмотрите кристаллы под микроскопом. Они имеют форму правильных шестиугольников или звездочек.

Напишите уравнение реакции получения иодоформа. Проведите гидролиз полученного иодоформа 10%-ным раствором гидроксида натрия и качественные реакции с гидролизатом, описанные в опыте 6. Напишите уравнений реакций. Какой из галоформов (хлороформ или иодоформ) наиболее легко гидролизуется в щелочной среде?

Опыт 8. Цветная реакция на галоформы

В две пробирки налейте по 1 мл 10%-ного раствора резорцина и по 5 капель 10%-ного раствора гидроксида натрия. В первую пробирку добавьте 5 капель хлороформа, во вторую – 2 капли иодоформа. Смеси нагрейте. Появляется окрашивание.

Опыт 9. Свойства четыреххлористого углерода

Четыреххлористый углерод широко используется как растворитель жиров, масел, смол, каучука. Ценным свойством, отличающим его от большинства органических растворителей, является негорючесть. На этом основано применение его в огнетушителях для тушения пожаров.

А) В пробирку налейте 1 мл CCl_4 и добавьте 1 каплю подсолнечного масла или другого жира. Смесь встряхните. Что наблюдается?

Б) В фарфоровую чашку налейте 2 мл этилового спирта, поставьте на асбестовую сетку и подожгите. Погасите «пожар» четыреххлористым углеродом.

В) В пробирку налейте несколько капель CCl_4 и 2–3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия, осторожно нагрейте смесь 1–2 мин до начинающегося кипения (при взбалтывании реакционной смеси). Затем смесь охладите, слейте щелочную жидкость в другую пробирку, подкислите ее 20%-ным раствором азотной кислоты и добавьте несколько капель 1%-ного раствора нитрата серебра.

Сравните результаты этого опыта с результатами, полученными при щелочном гидролизе галоформов. Сделайте вывод о подвижности хлора в молекуле четыреххлористого углерода.

Лабораторная работа №9

ОДНОАТОМНЫЕ СПИРТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах спиртов.

***Приборы, оборудование, химическая посуда:** пробирки, спиртовка, держатель для пробирок, лопаточка, пипетки, стаканы, фарфоровые чашки, газоотводные трубки, химические воронки, водяная баня, фильтры, кипятильники.*

***Реактивы:** спирты (этиловый, пропиловый, изопропиловый, бутиловый, амиловый, третичный бутиловый), этиловый спирт (ректификат), реактив Лукаса (100 г хлорида цинка растворить в 100 мл конц. соляной кислоты), натрий металлический, серная кислота (конц.), 10%-ный раствор серной кислоты, 10%-ный раствор дихромата калия, водный раствор перманганата калия, сульфат меди кристаллический, карбонат калия (или тиосульфат натрия), борная кислота, карбонат бария, ацетат натрия, 5%-ный раствор гидроксида натрия, 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина, 1%-ный раствор иода в иодиде калия, синяя и красная лакмусовая бумага, лед.*

Опыт 1. Растворимость спиртов и отношение их к индикаторам

В 4 пробирки налейте по 0,5 мл спиртов: этилового, пропилового, бутилового и амилового (изоамилового). Отметьте запах спиртов. Амиловый (изоамиловый) спирт раздражает дыхательные пути, вызывает кашель, поэтому нюхать спирты надо осторожно. В каждую пробирку добавьте по 1 мл воды и содержимое пробирок встряхните. Сделайте вывод о растворимости спиртов в воде.

Из каждой пробирки стеклянной палочкой нанесите по капле растворов на синюю и красную лакмусовую бумагу. В пробирки добавьте по 1 капле раствора фенолфталеина. Изменяется ли окраска индикаторов?

Опыт 2. Растворимость галогенов в спиртах

В четыре пробирки налейте по 1 мл спиртов и добавьте по 1 мл 1%-ного раствора иода в иодиде калия. Встряхните пробирки. Что наблюдается?

Опыт 3. Идентификация первичных, вторичных и третичных спиртов

Первичные, вторичные и третичные алифатические спирты, с числом атомов углерода меньше 6, взаимодействуют с концентрированной соляной кислотой в присутствии хлорида цинка (реактивом Лукаса) с получением соответствующих галогеноалканов. Галогеноалканы образуются с различными скоростями, что используется для идентификации исходных спиртов (проба Лукаса). Третичные спирты реагируют очень быстро с выделением несмешивающегося с водой слоя хлоралкана, вторичные – медленнее, с помутнением раствора и выделением капель хлоралкана. За исключением аллилового и бензилового спиртов растворы первичных спиртов в реактиве Лукаса остаются прозрачными.

В две сухие пробирки налейте по 0,5 мл этилового и изопропилового спиртов, в третью пробирку внесите примерно 0,5 г третичного бутилового спирта. Добавьте в каждую пробирку по 1,5 мл реактива Лукаса, встряхните и наблюдайте за изменениями, происходящими в пробирках при комнатной температуре в течение 5 мин.

Какой спирт вступает в реакцию с реактивом Лукаса? Напишите уравнение реакции. Какие свойства спиртов (основные или кислотные) проявляются в этой реакции?

Опыт 4. Абсолютирование этилового спирта

В фарфоровую чашку поместите примерно 1 г кристаллического сульфата меди и прокалите его в пламени спиртовки до исчезновения голубой окраски.

В сухую пробирку налейте 2–3 мл этилового спирта–ректификата и внесите в него полученный безводный сульфат меди (белого цвета). Слегка нагрейте пробирку в водяной бане и размешайте ее содержимое. Почему изменяется цвет сульфата меди? Полученный абсолютный этиловый спирт перелейте в сухую пробирку (его используют для дальнейших опытов).

Опыт 5. Высаливание этилового спирта из его водного раствора

В пробирку налейте 2,5 мл этилового спирта и при встряхивании добавьте 2,5 мл воды. Смесь разогревается. 1–2 мл полученного раствора отлейте в фарфоровую чашку и подожгите. Загорается ли разбавленный этиловый спирт?

К остатку в пробирке добавьте примерно 2 г порошкообразного карбоната калия (или тиосульфата натрия), энергично взболтайте содержимое пробирки и поставьте пробирку в штатив. Через некоторое время в пробирке образуются два слоя. Верхний слой (этиловый спирт) пипеткой перенесите в фарфоровую чашку и снова подожгите. Воспламеняется ли спирт? Затем испытайте на горючесть нижний слой. Объясните результаты опыта.

Опыт 6. Образование и гидролиз алкоголятов натрия

В три сухие пробирки налейте по 2 мл спиртов: в первую – абсолютный этиловый (из опыта 4), во вторую – пропиловый (изопропиловый), в третью – амиловый (изоамиловый). В каждую пробирку внесите по кусочку (размером с горошину) очищенного от оксидного слоя металлического натрия. Пробирки закройте пробками с газоотводными трубками.

Почему для этого опыта нельзя брать ректификат, а нужно брать абсолютный спирт? Отметьте, в какой пробирке реакция идет наиболее интенсивно и в какой – медленно.

Через 1–2 мин после начала реакции подожгите выделяющийся газ у отверстий газоотводных трубок. Если реакция спиртов с натрием сильно замедлится, можно слегка подогреть пробирку.

Напишите уравнение реакции спирта с металлическим натрием. Какие свойства спиртов (кислотные или основные) проявляются в реакции с металлическим натрием? Почему спирты реагируют с натрием спокойнее, чем вода?

Добавьте в пробирки по 1 капле раствора фенолфталеина. Изменяется ли окраска индикатора? Доведите реакцию спиртов с натрием до конца. Для этого пробирку осторожно подогрейте. На дне пробирки образуется белый твердый осадок (кусочков натрия в пробирке не должно быть!). Добавьте в пробирку 1–1,5 мл воды и растворите в ней осадок. Если окраска не появляется, добавьте 1 каплю раствора фенолфталеина.

Напишите уравнение реакции взаимодействия этилата натрия с водой. Объясните, почему появляется окраска с фенолфталеином?

Опыт 7. Окисление спиртов

Опыт 7.1. Окисление хромовой смесью

В две пробирки налейте по 0,5 мл этанола и изоамилового спирта. В каждую пробирку добавьте по 1 капле 10%-ного раствора серной кислоты и по 2 капли 10%-ного раствора дихромата калия. Цвет растворов меняется из оранжевого в зеленый. Для ускорения реакции пробирки можно слегка подогреть. В пробирке с этиловым спиртом ощущается характерный запах уксусного альдегида, напоминающий запах антоновских яблок, а в пробирке с изоамиловым спиртом – специфический запах изовалерианового альдегида.

Напишите уравнения реакций окисления спиртов хромовой смесью. Подберите коэффициенты.

Опыт 7.2. Окисление водным раствором перманганата калия

В пробирку поместите 2–3 мл этанола и 2 мл водного раствора перманганата калия. Пробирку нагрейте. Обратите внимание на изменение окраски раствора и появление запаха уксусного альдегида.

Напишите уравнение реакции окисления спирта и подберите коэффициенты.

Опыт 7.3. Горение спиртов

В фарфоровые чашки налейте по 2 мл спиртов, располагая их в порядке увеличения молекулярной массы. Подожгите спирты и сравните характер пламени.

Объясните опыт. Рассчитайте процентное содержание углерода в спиртах, использованных для опыта. Напишите уравнения реакций горения спиртов.

Опыт 8. Сложные эфиры минеральных кислот

Опыт 8.1. Получение и свойства этилсерной кислоты

В пробирку к 1 мл этилового спирта осторожно, по каплям при встряхивании добавьте 1 мл концентрированной серной кислоты. Разогревшуюся смесь

нагрейте в течение 2–3 мин в водяной бане, затем охладите. Полученный раствор вылейте в небольшой стакан с 25 мл воды и нейтрализуйте сухим карбонатом бария, который добавьте небольшими порциями при энергичном перемешивании смеси стеклянной палочкой (реакционная смесь вспенивается – выделяется углекислый газ). Когда выделение CO_2 прекратится, реакция должна быть нейтральной (по лакмусу).

Напишите уравнения реакций образования этилсерной кислоты и бариевой соли этилсерной кислоты.

Отфильтруйте часть жидкости через фильтр в две пробирки. В одну из них добавьте немного 10%-ного раствора серной кислоты, выпадает осадок. Напишите уравнение реакции его образования.

Опыт 8.2. Получение изоамилсульфата (изоамилсерной кислоты)

В сухую пробирку налейте 2 мл концентрированной серной кислоты и осторожно при встряхивании и охлаждении ледяной водой добавьте 1 мл изоамилового спирта. Через 2–4 мин несколько капель полученной однородной, почти не имеющей запаха жидкости осторожно при встряхивании влейте в пробирку с 4 мл холодной воды. Образуется прозрачный, без запаха раствор изоамилсерной кислоты. Если при смешивании спирта с кислотой смесь разогревалась, то водный раствор получается мутным и имеющим запах вследствие образования примеси диизоамилового эфира.

Напишите уравнение реакции образования изоамилсерной кислоты. Какие свойства спиртов проявляются в этой реакции?

Опыт 8.3. Получение этилового эфира борной кислоты

В сухой пробирке обезвожьте 1 г борной кислоты, прокаливая ее в пламени спиртовки. Пробирку держите в горизонтальном положении, для удаления капелек воды и прогревайте периодически всю пробирку. Кислота постепенно плавится. Когда исчезнут кристаллики, пробирку охладите. К прозрачному затвердевшему плаву – борному ангидриду добавьте 2–2,5 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. В пробирку внесите кипятыльники, закройте ее пробкой с газоотводной трубкой и нагрейте реакционную смесь. Подождите выделяющиеся пары у отверстия газоотводной трубки. Пламя этилового эфира борной кислоты имеет характерную зеленую кайму.

Напишите уравнения реакций дегидратации борной кислоты (образование борного ангидрида) и образование триэтилбората.

Опыт 9. Ацетилирование бутилового спирта

В сухую пробирку поместите 2 лопаточки безводного порошка ацетата натрия и 1 мл бутанола-1. После добавления 2 капель концентрированной серной кислоты нагрейте пробирку над пламенем спиртовки при непрерывном встряхивании. Через 1–2 мин жидкость буреет и появляется запах грушевой эссенции.

Напишите уравнение реакции ацетилирования бутилового спирта.

Лабораторная работа №10

МНОГОАТОМНЫЕ СПИРТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах многоатомных спиртов.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, спиртовка, держатель для пробирки, лопаточка, пипетки, стакан.

Реактивы: этиловый спирт, серная кислота (конц.), 10%-ный раствор гидроксида натрия, 2%-ный раствор сульфата меди, глицерин, этиленгликоль, гидросульфат калия.

Опыт 1. Горение глицерина

Нагрейте в фарфоровой чашке немного глицерина и подожгите его. Обратите внимание на характер пламени. Запишите уравнение реакции.

Опыт 2. Взаимодействие глицерина с натрием

В пробирку с 2 мл глицерина поместите небольшой кусочек натрия, пробирку нагрейте. Обнаружьте водород поджиганием. Что можно сказать о скорости реакции взаимодействия глицерина с натрием?

Опыт 3. Взаимодействие глицерина с гидроксидом меди (II)

Смешайте в стаканчике 10 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и 10 мл 2%-ного раствора сульфата меди, и не давая осадку отстояться, разделите жидкости на две пробирки. В первую добавьте 1 мл этанола, во вторую 1 мл глицерина. Отметьте растворение осадка гидроксида меди в пробирке с глицерином. Напишите уравнения реакции глицерина с гидроксидом меди.

Опыт 4. Взаимодействие этиленгликоля с гидроксидом меди (II)

Смешайте в пробирке 2 мл 2%-ного раствора сульфата меди (II) и 3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. К образовавшемуся голубому хлопьевидному осадку гидроксида меди (II) добавьте 1 мл этиленгликоля и встряхните пробирку. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции образования гликолята меди.

Опыт 5. Дегидратация глицерина (Тяга!)

В сухую пробирку насыпьте слоем в 1 см KHSO_4 и смочите его двумя каплями глицерина. Смесь сильно нагрейте – до образования тяжелых паров акролеина с едким запахом. (Нюхать осторожно!) Гидросульфат калия при сильном нагревании превращается в пиросульфат $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, который отнимает воду.

Напишите схему реакции дегидратации глицерина.

Лабораторная работа №11

ФЕНОЛЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах фенолов.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, спиртовка, держатель для пробирок, пипетки, стаканы на 50 мл и 200 мл, пробирка с газоотводной трубкой, кипятильники, водяная баня, термометр, воронка, шпатель.

Реактивы: 0,5%-ный раствор хлорид железа (III), 5%-ный раствор гидрохинона, 5%-ный раствор резорцина, 5%-ный раствор пирокатехина, 5%-ный раствор пирогаллола, 5%-ный раствор м-крезола, фенол кристаллический, 5%-ный раствор фенола, 10%-ный раствор гидроксида натрия, 10%-ный раствор соляной кислоты, бромная вода, 5%-ный раствор нитрита натрия, серная кислота (конц.) и 5%-ный раствор азотная кислота (конц.), глюкоза (крист.), 5%-ный раствор карбоната натрия, пикриновая кислота, 40%-ный раствор формалина, 1%-ный раствор перманганата калия, аммиачный раствор оксида серебра, бромат калия ($KBrO_3$), лакмусовая бумага, кусочки шерсти или шелка.

Опыт 1. Растворимость фенола

Примечание: при попадании на кожу фенол вызывает болезненные ожоги, поэтому при работе с ним необходима осторожность.

Поместите в пробирку несколько кристалликов фенола, добавьте 1–2 мл дистиллированной воды. Смесь хорошо взболтайте. Получается мутная жидкость – эмульсия фенола. При стоянии жидкость постепенно расслаивается, причем внизу будет раствор воды в феноле, а сверху раствор фенола в воде. Нагрейте эмульсию, при этом раствор станет однородным, так как при температуре выше 68°C вода и фенол смешиваются в любых отношениях. При охлаждении раствор мутнеет и расслаивается. Испытайте реакцию полученных растворов на лакмус, помещая в каплю каждого раствора полоску индикатора. Растворы оставьте для следующих опытов.

Опыт 2. Кислотные свойства фенола

К 4 каплям мутной эмульсии фенола из опыта 1 добавьте 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия. Смесь становится прозрачной, так как образуется фенолят натрия, хорошо растворимый в воде. К полученному прозрачному раствору добавьте 1 каплю 10%-ной соляной кислоты. Жидкость мутнеет вследствие выделения свободного фенола. Напишите уравнения реакций.

Опыт 3. Цветные реакции на фенолы

Возьмите 6 пробирок. В первую пробирку поместите 1 мл водного раствора фенола из опыта 1, во вторую – 1 мл 5%-ного раствора пирокатехина, в третью – 1 мл 5%-ного резорцина, в четвертую – 1 мл 5%-ного раствора гидрохинона, в пятую – 1 мл 5%-ного пирогаллола, в шестую – 1 мл 5%-ного м-крезола. В каждую из пробирок добавьте по 1 капле 0,5%-ного водного раствора хлорида железа (III). Наблюдается окрашивание: в первой пробирке – сине-фиолетовое, во второй – изумрудно-зеленое, в третьей – фиолетовое, в четвертой – зеленое, быстро переходящее в желтое, в пятой – красное, в шестой – красно-фиолетовое.

Опыт 4. Образование трибромфенола

Поместите в пробирку 1 мл прозрачного раствора фенола из первого опыта и при встряхивании по каплям прибавляйте бромную воду. Происходит обесцвечивание бромной воды и выделение белого осадка трибромфенола. При добавлении избытка бромной воды осадок превращается в желтый.

Напишите уравнение реакции. Какой продукт образуется при действии избытка бромной воды на трибромфенол?

Опыт 5. Взаимодействие фенола с азотистой кислотой

В пробирку поместите 0,5 мл концентрированной серной кислоты и при охлаждении добавьте 2–3 капли раствора фенола. К полученному бесцветному раствору при охлаждении прибавьте каплю раствора нитрита натрия. Образуется интенсивно окрашенная смесь. При растворении ее в разбавленной кислоте появляется розовая окраска, а при растворении в щелочи – зелено-синяя.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 6. Нитрование фенола

В пробирку с 1–1,5 г фенола прибавьте несколько капель воды до растворения фенола и образования однородной жидкости. В другой пробирке смешайте 2 мл концентрированной азотной кислоты с 2,5 мл воды. Полученную разбавленную азотную кислоту медленно (при встряхивании и охлаждении) по каплям прилейте к смеси фенола и воды, поддерживая температуру 20–25°C. Через 15 мин образовавшуюся темную жидкость вылейте в 15 мл воды. После отстаивания воду слейте, а выделившуюся полужидкую массу еще раз промойте 15 мл воды, затем масло перелейте в большую пробирку, добавив 5–7 мл воды. Опустите в пробирку кусочки пористого кирпича в качестве кипятыльника и закройте ее пробкой с газоотводной трубкой. Пробирку укрепите наклонно в лапке штатива. Конец газоотводной трубки погрузите в охлажденную пробирку – приемник. Осторожно прогревая содержимое пробирки, отгоните в приемник смесь воды с *орто*-нитрофенолом, застывающим в виде желтых кристаллов.

Смолистый осадок и водный слой, оставшиеся в пробирке после перегонки, содержат *п*-нитрофенол.

Напишите уравнение реакции нитрования фенола и рассмотрите ее механизм.

Опыт 7. Получение пикриновой кислоты

В пробирке осторожно смешайте 0,5 г фенола с 1,5 мл концентрированной серной кислоты (*тяга!*), затем смесь нагрейте до получения однородной жидкости. Охлажденную жидкость осторожно перелейте в пробирку, содержащую 2 мл воды, и постепенно прибавьте концентрированную азотную кислоту. Раствор окрашивается в темно-красный цвет. Затем смесь нагрейте в течение 15 мин на водяной бане и после охлаждения разбавьте равным объемом воды. Выделяются желтые кристаллы пикриновой кислоты. Кристаллы оставьте для следующих опытов.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 8. Свойства пикриновой кислоты

Опыт 8.1. Образование солей пикриновой кислоты

К насыщенному раствору пикриновой кислоты добавьте несколько капель раствора гидроксида натрия до щелочной реакции по лакмусу. При этом светло-желтая окраска переходит в темно-оранжевую. Почему?

Опыт 8.2. Восстановление пикриновой кислоты

В пробирку поместите несколько кристаллов пикриновой кислоты, 3 мл раствора карбоната натрия и 0,1 г глюкозы. Смесь нагрейте в течение нескольких минут. Окраска меняется до красной, а при подкислении становится оранжево-желтой.

Опыт 8.3. Крашение пикриновой кислотой

В насыщенный водный раствор пикриновой кислоты погрузите кусочек шерсти или шелка и нагрейте на кипящей водяной бане 15–20 мин. Затем жидкость слейте, материал промойте несколько раз в воде и отожмите. Ткань окрашивается в ярко-желтый цвет. Пикриновая кислота взаимодействует с аминок группами белков, давая нерастворимые продукты желтого цвета.

Опыт 9. Сульфирование фенола

К 3 мл концентрированной серной кислоты постепенно при встряхивании прибавьте 2 г фенола. (*Осторожно!*) Смесь разлейте по двум пробиркам. В одну пробирку постепенно добавьте 3–5 мл холодной воды. При этом фенол выделяется в виде мути, появляется запах. Другую пробирку с однородной смесью нагрейте на водяной бане 5 мин и после охлаждения вылейте в стакан с 10 мл воды. Полученная смесь остается однородной, запах фенола отсутствует.

Объясните происходящие изменения в смеси. Напишите уравнение реакции.

Опыт 10. Получение фенолформальдегидных смол

В пробирку поместите 1 г фенола и 1,5 мл 40%-ного раствора формалина. Смесь нагрейте до растворения фенола. Затем добавьте 2–3 капли раствора соляной кислоты и продолжайте нагревать 5–10 мин до появления мути и расслаивания. Верхний водный слой слейте, нижний слой – смолу нагрейте 1–2 мин с таким же объемом воды, после этого воду слейте и вылейте смолу на стекло. Она постепенно затвердевает. Получается новолачная смола.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 11. Окисление фенола

В пробирке растворите 0,1 г фенола в 2 мл раствора карбоната натрия. Затем при взбалтывании по каплям добавьте раствор перманганата калия. Раствор обесцвечивается, выпадает осадок бурого цвета. Напишите уравнение реакции.

Опыт 12. Окисление многоатомных фенолов оксидом серебра

В 4 пробирки налейте по 1 мл растворов пирокатехина, резорцина, гидрохинона, пирогаллола и в каждую их них добавьте по 0,5 мл аммиачного раствора оксида серебра. Нагрейте пробирки на водяной бане. Появляется черный осадок металлического серебра. Объясните происходящие изменения в пробирках.

Опыт 13. Окисление пирогаллола кислородом воздуха

В пробирку поместите 0,2–0,3 г пирогаллола и прилейте 2–3 мл гидроксида натрия. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку, содержащую 3–5 мл воды. При встряхивании пробирки с реакционной смесью масса чернеет, а из второй пробирки вода засасывается в газоотводную трубку.

Объясните причину почернения смеси и засасывания воды.

Опыт 14. Окисление гидрохинона

В пробирке смешайте 5 мл воды, 0,1 г бромата калия и 0,5 мл 5%-ной серной кислоты. К смеси прибавьте 0,2 г гидрохинона и нагрейте в стакане с водой до 50°C, опустив термометр. Через некоторое время образуется промежуточное соединение черного цвета – хингидрон. Без дополнительного нагревания смесь самопроизвольно разогревается до 75°C. Постепенно реакционная масса становится ярко-желтой. Охладите ее до 0°C и отфильтруйте выпавший бензохинон. Бензохинон раздражает дыхательные пути, вследствие большой летучести его следует держать под тягой.

Напишите уравнения реакций полного и неполного окисления гидрохинона.

Лабораторная работа №12

ПРОСТЫЕ ЭФИРЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах простых эфиров.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, спиртовка, держатель для пробирок, лопаточка, пипетки, стаканы на 50 мл и 100 мл, пробирка с газоотводной трубкой, часовые стекла, фильтровальная бумага.

Реактивы: этиловый спирт, диэтиловый эфир, натрий металлический, бромная вода, 1%-ный раствор перманганата калия, серная кислота (конц.) и 10%-ный раствор, соляная кислота (конц.), 10%-ный раствор гидроксида натрия, 1%-ный раствор иодида калия, 0,5%-ный раствор крахмального клейстера, свежеприготовленный 2%-ный раствор железосаммонийных квасцов (соль Мора), 1%-ный раствор роданида аммония (или калия), насыщенный на холоде раствор *n*-бензохинона, лед.

Опыт 1. Получение диэтилового эфира и его горение

В сухую пробирку налейте 3 мл смеси этанола и серной кислоты (1:1) и осторожно нагрейте ее до начинающегося кипения. После этого спиртовку уберите и к горячей смеси прилейте по стенке пробирки из пипетки 5–10 капель этилового спирта. Образующийся диэтиловый эфир обнаруживается по запаху.

Закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой и снова осторожной нагрейте. Подожгите выделяющийся эфир у конца газоотводной трубки. Вычислите процентное содержание углерода в этаноле и диэтиловом эфире. Напишите уравнение реакции получения диэтилового эфира.

Опыт 2. Экстракция эфиром

В пробирку налейте 3 мл водного раствора *n*-бензохинона и 1,5 мл диэтилового эфира. Пробирку закройте пробкой и смесь встряхните. Затем откройте пробку и поставьте пробирку в штатив. Жидкость расслаивается, желтая окраска *n*-бензохинона переходит в верхний (эфирный) слой. Перенесите несколько капель эфирного раствора хинона на часовое стекло; после испарения эфира на стекле остаются желтые игольчатые кристаллы *n*-бензохинона.

Опыт 3. Химические свойства простых эфиров

В три сухие пробирки налейте по 1 мл диэтилового эфира и добавьте в первую пробирку несколько капель бромной воды, во вторую – несколько капель 1%-ного раствора перманганата калия, в третью – кусочек металлического натрия. Встряхните содержимое всех пробирок. Запишите наблюдения.

Опыт 4. Взаимодействие диэтилового эфира с минеральными кислотами (образование солей оксония)

В одну сухую пробирку налейте 2 мл концентрированной серной кислоты, в другую – 2 мл концентрированной соляной кислоты. Охладите пробирки в стакане с ледяной водой, затем осторожно добавьте в каждую пробирку по 1 мл охлажденного эфира (по каплям при встряхивании и охлаждении). Полученные гомогенные растворы, не имеющие запаха диэтилового эфира, осторожно перелейте в пробирки, содержащие по 5 мл воды со льдом (также при встряхивании и охлаждении). Всплывает слой эфира, увеличивающийся при добавлении в пробирку нескольких капель 10%-ного раствора гидроксида натрия.

Напишите уравнения реакций образования солей оксония и гидролиза их в щелочной среде. Какие свойства простых эфиров проявляются в этих реакциях?

Опыт 5. Обнаружение пероксидов в диэтиловом эфире

А) Для опытов используют два образца – чистый и загрязненный пероксидами. В две пробирки налейте по 1 мл 1%-ного раствора иодида калия и по 0,5 мл 10%-ного раствора серной кислоты. Затем в одну пробирку добавьте 1 мл чистого диэтилового эфира, в другую – 1 мл загрязненного пероксидами. Сильно встряхните пробирки и дайте смесям отстояться. Если окраска иода различима, в пробирки добавьте по 2–3 капли 0,5%-ного крахмального клейстера.

Опишите результаты опыта и напишите уравнение реакции взаимодействия иодида калия с гидропероксидом диэтилового эфира в кислой среде.

Б) Для открытия пероксидов в эфире используют также следующий опыт. В две пробирки налейте по 1 мл 2%-ного раствора железоммонийных квасцов (соль Мора), добавьте по несколько капель 1%-ного раствора роданида аммония, затем в каждую пробирку прилейте по 1 мл исследуемого эфира. Сильно встряхните содержимое пробирок и через несколько минут сравните окраску водных слоев. Пероксиды окисляют ионы двухвалентного железа в ионы трехвалентного железа, а ионы Fe^{+3} дают окрашенные соединения с ионами роданида. Напишите уравнения реакций.

Лабораторная работа №13

КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах альдегидов и кетонОВ.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, фарфоровая чашка, пипетки, стакан, газоотводная трубка, водяная баня, держатель для пробирок, лопаточка, предметное стекло, стеклянные палочки, микроскоп, спиртовка, деревянные или стеклянные пластинки.

Реактивы: этиловый спирт, бихромат калия (крист.) и 10%-ный раствор, глицерин, 1%-ный раствор нитрата серебра, 10%-ный раствор гидроксида натрия, концентрированный и 10%-ный раствор аммиака, 1%-ный, 10%-ный и 40%-ный раствор формальдегида, 2%-ный раствор сульфата меди (II), ацетон, 0,5%-ный раствор резорцина, 10%-ный раствор серной кислоты, раствор йода в иодиде калия, гидрохлорид гидроксиламина, карбонат натрия (крист.), 5%-ный раствор нитропруссиды натрия, уксусная кислота, 2,4-динитрофенилгидразин, фуксинсернистая кислота, соляная кислота (конц.), гидросульфит натрия (крист.), солянокислый семикарбазид (крист.), ацетат калия (крист.), 3%-ный раствор брома в четыреххлористом углероде, метиловый оранжевый, метиловый красный, медная проволока, фото- или киноплёнка, ацетатный шелк (ткань), лакмусовая бумага.

Опыт 1. Получение уксусного альдегида окислением этилового спирта оксидом меди (II)

Смочите этиловым спиртом стенки сухой пробирки. Нагрейте медную проволоку в пламени спиртовки до образования на ее поверхности черного налета оксида меди (II). Раскаленную докрасна проволоку опустите в подготовленную пробирку. Эту операцию повторите несколько раз. Уксусный альдегид в небольшой концентрации пахнет яблоками. Обнаруживается с помощью цветной реакции с фуксинсернистой кислотой (опыт 4).

Напишите уравнение реакции окисления этилового спирта в уксусный альдегид оксидом меди (II).

Опыт 2. Получение уксусного альдегида окислением этилового спирта дихроматом калия

В пробирку насыпьте 0,5 г $K_2Cr_2O_7$, прилейте 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты и постепенно при встряхивании – 2 мл этилового спирта. Происходит разогревание смеси и изменение ее окраски. Пробирку закройте пробкой с газоотводной изогнутой трубкой, конец которой опустите в пробирку-приемник с 2 мл воды. Приемник должен находиться в стакане с ледяной водой. Осторожно нагрейте пробирку с реакционной смесью и отгоните летучие продукты в течение 2–3 мин. Часть полученного водного раствора, содержащего уксусный альдегид, используйте для реакции с серебряного зеркала, вторую – для реакции с фуксинсернистой кислотой, третью – для реакции с гидроксидом меди (II).

Напишите уравнение реакции окисления этилового спирта в уксусный альдегид действием дихромата калия.

Опыт 3. Получение глицеринового альдегида окислением глицерина дихроматом калия

В пробирку налейте 1 мл 10%-ного раствора $K_2Cr_2O_7$, 1 мл 10-ного раствора серной кислоты и 1 мл глицерина. Смесь встряхните, пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и осторожно нагрейте. Пары образующегося глицеринового альдегида пропустите в 1 мл фуксинсернистой кислоты, налитой в пробирку-приемник. Появляется красно-фиолетовое окрашивание.

Напишите уравнение реакции окисления глицерина в глицериновый альдегид хромовой смесью.

Опыт 4. Окисление формальдегида гидроксидом диамминсеребра

Реакция носит название *реакции «серебряного зеркала»* и служит для качественного обнаружения альдегидной группы.

Для получения «серебряного зеркала» необходимо сначала хорошо вымыть пробирку. Для этого в пробирке прокипятите (осторожно!) в течение 1–2 мин около 5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия, а затем сполосните ее дистиллированной водой.

В чисто вымытую пробирку налейте по 1 мл 1%-ного раствора нитрата серебра и 10%-ного раствора гидроксида натрия. К полученному бурому осадку гидроксида серебра $AgOH$ добавьте по каплям 10%-ный водный раствор аммиака до полного растворения осадка. Избыток аммиака в растворе снижает чувствительность реакции. В растворе аммиака гидроксид серебра образует комплексное соединение, называемое гидроксидом диамминсеребра и известное как *реактив Толленса*. Затем прибавьте 2 капли 40%-ного раствора формальдегида. Пробирку опустите на несколько минут в водяную баню с температурой воды 60–70°C. Образующееся серебро либо выпадает в виде черного осадка, либо при осторожном нагревании выделяется на стенках пробирки в виде блестящего зеркального налета.

Напишите уравнения реакций: образования аммиачного раствора гидроксида серебра и окисления им формальдегида до муравьиной кислоты. Можно ли с помощью реакции «серебряного зеркала» обнаружить ацетон?

Опыт 5. Окисление карбонильных соединений гидроксидом меди (II)

Возьмите две пробирки и в каждую из них налейте по 2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и воды, добавьте по 1 капле 2%-ного раствора сульфата меди (II). К выпавшему голубому осадку гидроксида меди (II) прибавьте в первую пробирку 1 мл 40%-ного раствора формальдегида, а во вторую – 1 мл ацетона.

Пробирки осторожно нагрейте до кипения. В первой пробирке осадок приобретает сначала желтую окраску, затем красную, и, если пробирка очень чистая, на ее стенках может выделиться металлическая медь («медное зеркало»). Наблюдаемое изменение окраски осадка объясняется различной степенью окисления меди.

Напишите уравнение реакции окисления формальдегида гидроксидом меди (II) в муравьиную кислоту. В какой последовательности изменяется степень

окисления меди в процессе реакции? Меняется ли окраска осадка во второй пробирке? Чем это объясняется?

Опыт 6. Окислительно-восстановительная реакция формальдегида

Налейте в пробирку 1–2 мл 40%-ного раствора формальдегида. Добавьте 1 каплю индикатора метилового красного, диапазон изменения окраски которого лежит в интервале рН 4,8–6,0. Что при этом наблюдается?

Опыт 7. Цветная реакция альдегидов с фуксинсернистой кислотой

Реакция с фуксинсернистой кислотой характерна только для альдегидов. При взаимодействии альдегидов с бесцветным раствором фуксинсернистой кислоты наблюдается появление красного окрашивания. Это происходит вследствие изменения хромофорной структуры трифенилметанового красителя – фуксина.

Налейте в пробирку 1 мл раствора фуксинсернистой кислоты и добавьте несколько капель 10%-ного раствора формальдегида. Пробирку поставьте в штатив. Во вторую пробирку к фуксинсернистой кислоте добавьте такое же количество уксусного альдегида и тоже оставьте ее. Через несколько минут в пробирке с формальдегидом появляется фиолетовая окраска, а в пробирке с уксусным альдегидом – розово-фиолетовая.

При добавлении к окрашенным растворам по 0,5 мл концентрированной соляной кислоты происходят следующие изменения: окраска в пробирке с формальдегидом переходит в фиолетово-синюю, а в пробирке с уксусным альдегидом через несколько минут она исчезает.

Объясните результаты опыта. Что собой представляет фуксинсернистая кислота? Почему при добавлении альдегидов к бесцветной фуксинсернистой кислоте появляется окраска?

Опыт 8. Цветная реакция на формальдегид с резорцином

В пробирку налейте 3 мл 0,5%-ного раствора резорцина и 1 мл 10%-ного раствора формальдегида. Пипеткой осторожно по стенке добавьте 1–2 мл концентрированной серной кислоты. Что при этом наблюдается? Объясните происходящие явления.

Опыт 9. Получение гексаметилентетрамина (уротропина) и его гидролиз

В фарфоровую чашку налейте 4–6 мл 1%-ного раствора формальдегида и при помешивании стеклянной палочкой добавьте 8–10 мл раствора концентрированного аммиака до появления запаха. Упарьте полученную смесь сначала на асбестовой сетке, затем досуха на водяной бане. В процессе выпаривания смесь помешивайте палочкой. Наблюдается образование кристаллов уротропина.

Напишите уравнение реакции получения уротропина (гексаметилентетрамина), составьте его структурную формулу.

Внесите по 0,1–0,2 г уротропина в две пробирки. В одну пробирку добавьте 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты, в другую – 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Нагрейте пробирки до кипения и по запаху (осторожно!) определите вещества, выделяющиеся из реакционной смеси.

Напишите уравнение реакции гидролиза уротропина в кислой среде.

Опыт 10. Получение 2,4-динитрофенилгидразона формальдегида

Налейте в пробирку 3 мл 3%-ного раствора 2,4-динитрофенилгидразина и добавьте 1–2 мл 40%-ного раствора формальдегида до появления желтого осадка.

Напишите уравнение реакции образования 2,4-динитрофенилгидразона формальдегида.

Опыт 11. Иодоформная проба на ацетон

Реакция в клинических лабораториях называется *пробой Либена* и применяется для открытия ацетона в моче. Она позволяет обнаружить ацетон в водных растворах при концентрациях его около 0,04%.

В пробирку налейте 1 мл раствора йода в иодиде калия и прибавьте почти до обесцвечивания по каплям 10%-ный раствор гидроксида натрия. К обесцвеченному раствору добавьте 1 каплю ацетона. При слабом нагревании от теплоты рук выпадает осадок йодоформа с характерным запахом. Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции образования йодоформа из ацетона.

Опыт 12. Получение оксима ацетона

В пробирку поместите по 1 г гидрохлорида гидроксиламина и карбоната натрия и растворите в 3–5 мл воды. После выделения основной массы диоксида углерода раствор хорошо охладите (лучше в ледяной воде) и при встряхивании добавьте к нему 1 мл ацетона. Смесь разогревается, и выпадают белые кристаллы оксима ацетона.

Смесь охладите в стакане с ледяной водой и оставьте стоять на некоторое время. В холодном растворе растворимость оксима ацетона понижается, и он лучше выпадает в осадок. Оксим ацетона имеет слабый запах.

Напишите уравнение реакции образования оксима ацетона.

Опыт 13. Присоединение гидросульфита натрия к ацетону

На предметное стекло поместите 1 каплю насыщенного раствора гидросульфита натрия и добавьте 1 каплю ацетона. Размешайте стеклянной палочкой и наблюдайте появление кристаллов продукта присоединения гидросульфита натрия к ацетону.

Поместите предметное стекло под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов при увеличении в 120 раз. Они имеют вид неправильных четырехугольных табличек.

Напишите уравнение реакции взаимодействия ацетона с гидросульфитом натрия.

Опыт 14. Цветная реакция ацетона с нитропруссидом натрия

Реакция носит название *пробы Легала* и применяется наряду с йодоформной пробой для открытия ацетона в моче. Цветная реакция с нитропруссидом натрия часто используется для обнаружения альдегидов и кетонов.

В пробирку налейте 1–2 мл ацетона, 1 мл свежеприготовленного 5%-ного раствора нитропрussaида натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ и 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Появляется темно-красное окрашивание, переходящее в оранже-

вое. Затем прибавьте по каплям ледяной уксусной кислоты. Отметьте окраску содержимого пробирки.

Опыт 15. Реакция с солянокислым гидроксиламином

К 5 мл 5%-ного раствора солянокислого гидроксиламина прибавьте 0,5 мл ацетальдегида или ацетона. Смесь нагрейте на водяной бане и добавьте 1 каплю метилового оранжевого. Объясните изменение цвета индикатора.

Опыт 16. Получение семикарбазона ацетона

Растворите 0,5 г солянокислого семикарбазида в 2 мл воды, затем добавьте 0,5 мл ацетона и 0,4 г ацетата калия. Пробирку закройте пробкой и смесь энергично встряхните. Через 2 мин пробирку охладите холодной водой. Выпадает осадок семикарбазида с ацетоном.

Напишите уравнение реакции взаимодействия семикарбазида с ацетоном.

Опыт 17. Свойства ацетона как растворителя

В пробирки положите по небольшому кусочку фото- или киноплёнки, ацетатного шелка и добавьте по 3–4 мл ацетона. Помешивая стеклянной палочкой, растворите образцы. Вязким раствором, полученным при растворении плёнки, смазывают стеклянную или деревянную пластинку. После испарения ацетона образуется слой лака. Смочите ацетоном концы двух кусочков киноплёнки, через 1–2 мин накладывают их друг на друга и сдавливают. После высыхания ацетона кусочки киноплёнки склеиваются.

Опыт 18. Реакция ацетона с бромом (Тяга!)

В сухую пробирку налейте 1 мл 3%-ного брома в четыреххлористом углероде и добавьте несколько капель ацетона. Пробирку слегка нагрейте, выделяющийся бромоводород обнаруживается по покраснению влажной лакмусовой бумаги, поднесенной к отверстию пробирки. Когда жидкость обесцветится, смочите ею полоску фильтровальной бумаги и после испарения растворителя (четырёххлористого углерода) осторожно нюхают: бромацетон имеет специфический запах и обладает слезоточивым действием. Остатки бромацетона гидролизуйте 10%-ным раствором гидроксида натрия.

Напишите уравнение реакции получения бромацетона. Почему водород в α -положении к карбонильной группе обладает повышенной подвижностью?

Лабораторная работа №14

КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ АРОМАТИЧЕСКОГО РЯДА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических альдегидов и кетонов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, стакан на 25-50 мл, воронки, водяная баня, держатель для пробирок, лопаточка, часовые стекла, стеклянная палочка, спиртовка, газоотводная трубка, баня со льдом и солью.

Реактивы: бензойный альдегид, ацетофенон, аммиачный раствор оксида серебра, раствор гидроксида калия (конц. – 0,8 г в 1 мл воды), этиловый спирт, раствор гидросульфита натрия, 20%-ный раствор соляной кислоты, солянокислый семикарбазид (крист.), ацетат натрия (крист.), 2,4-динитрофенилгидразин, серная кислота (конц.), 3%-ный раствор гидрохлорида гидроксиламина, 15%-ный и 40%-ные растворы гидроксида натрия, гидроксид натрия (крист.), анилин, гидрохлорид фенилгидразина (крист.), нитрометан.

Опыт 1. Окисление альдегидов

А) На одно часовое стекло поместите 1–2 капли бензойного альдегида, а на другую – 1–2 капли ацетофенона и оставьте стоять на воздухе. Через 1–2 часа на одном из стекол появляются кристаллы бензойной кислоты. Изменяется ли вещество на втором стекле?

Б) В две тщательно вымытые пробирки поместите по 1 мл аммиачного раствора оксида серебра и добавьте 1–2 капли бензальдегида в первую пробирку, а во вторую – 1–2 капли ацетофенона. Содержимое пробирок нагрейте на водяной бане. Сравните изменения, происходящие в каждой пробирке.

Какие процессы происходят с карбонильными соединениями в описанных выше опытах? Чем объяснить различное поведение бензальдегида и ацетофенона в проведенных опытах? Напишите уравнения реакций.

Опыт 2. Взаимодействие ароматических альдегидов со щелочами (реакция Канницаро)

Смешайте 1 мл концентрированного раствора едкого кали с 4 мл этилового спирта и при встряхивании добавьте 1 мл бензальдегида. Смесь разогревается, после охлаждения выделяется осадок. Отфильтруйте осадок. Фильтрат перелейте в пробирку и нагрейте ее на кипящей водяной бане для испарения спирта. Капли оставшейся жидкости имеют неприятный запах, раздражающий слизистые оболочки, характерный для бензилового спирта.

Объясните, что происходит с бензальдегидом в процессе реакции. В результате каких реакций образуется бензойная кислота и бензиловый спирт?

Опыт 3. Конденсация бензальдегида с кетонами

В стакане растворите 0,4 г гидроксида натрия в 4 мл воды и 3 мл этилового спирта. В полученный раствор прибавьте 1 г ацетофенона. Смесь охладите во льду до 5°C и при перемешивании прибавьте 1 г бензальдегида. Смесь оставьте стоять на 1 час, часто перемешивая и поддерживая температуру в стакане до 20–30°C. Затем смесь охладите солью со льдом. Полученный осадок отфильтруйте (бензальацетофенон плавится при 53–55°C). Напишите уравнение реакции. Объясните механизм данной реакции. Какова роль гидроксида натрия в процессе?

Опыт 4. Конденсация бензальдегида с нитрометаном

К раствору 1 г нитрометана в 1 мл спирта прибавьте 2 г бензальдегида в 3 мл спирта. К полученной смеси добавьте 1 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия. Через 20 мин смесь вылейте в 20 мл 20%-ного раствора соляной кислоты. Выпавший осадок γ -нитростирола отфильтруйте. Напишите уравнение реакции.

Опыт 5. Конденсация бензальдегида с анилином

В пробирке смешайте по 1 мл анилина и бензальдегида. Пробирку закройте пробкой и сильно встряхните в течение нескольких минут. После чего оставьте стоять на 10 мин, а затем добавьте 1 мл спирта. При охлаждении пробирки из смеси выделяются кристаллы основания Шиффа (азометин).

Напишите уравнение реакции.

Опыт 6. Взаимодействие альдегидов с гидросульфитом натрия

В пробирке смешайте 2 мл раствора гидросульфита натрия с 0,5 мл бензальдегида. Пробирку закройте пробкой и интенсивно встряхните. Выделяется белый осадок. Отфильтруйте его. В две пробирки поместите полученный осадок. В одну из них прибавьте соляную кислоту, а в другую – раствор щелочи. Пробирки слегка нагрейте.

Какое соединение выпадает в осадок? Объясните, что происходит с этим соединением. Отметьте запах выделяющихся веществ в каждой пробирке. Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Взаимодействие альдегидов кетонов с семикарбазидом

В пробирке растворите 0,5 г солянокислого семикарбазида и 1 г ацетата натрия. К получившемуся раствору прибавьте 0,5 г ацетофенона в 15 мл спирта. Затем смесь закройте пробкой с длинной стеклянной трубкой и нагрейте на кипящей водяной бане 15 мин. После охлаждения в ледяной бане и потирания стеклянной палочкой (по стенкам пробирки) выпадает осадок семикарбазона ацетофенона.

Повторите опыт с бензальдегидом. Напишите уравнения реакций.

Опыт 8. Взаимодействие с 2,4-динитрофенилгидразином

Растворите 0,5 мл бензальдегида в 5 мл этилового спирта и прилейте 3 мл раствора 2,4-динитрофенилгидразина (ДНФГ) в серной кислоте (0,4 г ДНФГ + 2 мл серной кислоты + 3 мл воды). Смесь прокипятите 3–5 мин. Выпадает осадок 2,4-динитрофенилгидразона ($t_{\text{плавл.}} = 235^{\circ}\text{C}$).

Повторите опыт с ацетофеноном (температура плавления 2,4-динитрофенилгидразона ацетофенона 250°C). Напишите уравнения реакций.

Опыт 9. Взаимодействие альдегидов и кетонов с гидроксиламином

А) В пробирку налейте 2 мл 3%-ного раствора гидрохлорида гидроксиламина (отметьте цвет универсального индикатора при нанесении на него капли раствора) и прибавьте приблизительно 0,3 г карбонильного соединения в 1 мл спирта. Смесь нагрейте на водяной бане, затем каплю смеси нанесите на универсальную индикаторную бумагу. Сравните окраски индикатора в первом и во втором случаях. Объясните причину изменения окраски индикатора (если карбонильные соединения загрязнены карбоновыми кислотами, то опыт может не получиться). Напишите уравнение реакции.

Б) К раствору 0,5 г гидрохлорида гидроксиламина в 3 мл воды добавьте 2 мл 15%-ного раствора гидроксида натрия и 0,5 мл ацетофенона в 2 мл спирта. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и нагрейте на водяной бане 10–

15 мин. Затем смесь охладите во льду и потрите стеклянной палочкой по стенкам пробирки для лучшего выделения оксима ($t_{\text{плавл.}} = 60^{\circ}\text{C}$).

Опыт 10. Взаимодействие с фенилгидразином

В пробирке растворите 0,2 г ацетата натрия и 0,1 г гидрохлорида фенилгидрозиона в 3 мл воды и добавьте 2–3 капли бензальдегида. Пробирку закройте пробкой и встряхните. Какое вещество образуется? Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции.

Лабораторная работа №15

ПРЕДЕЛЬНЫЕ ОДНООСНОВНЫЕ КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах предельных одноосновных карбоновых кислот

***Приборы, оборудование, химическая посуда:** пробирки, пипетки, водяная баня, обратный холодильник, газоотводная трубка, предметное стекло, воронки, спиртовка, держатель для пробирки, лопаточка, стеклянная палочка, стаканы, рН-метр.*

***Реактивы:** уксусная кислота, универсальная лакмусовая бумага, метиловый оранжевый (рН= 3,1–4,4), 1%-ный раствор фенолфталеина (рН=8,2–10,0) или универсальная лакмусовая бумага, муравьиная кислота, масляная (олеиновая), кислота, стеариновая (пальмитиновая) кислота, диэтиловый эфир (бензол), 10%-ный раствор соляной кислоты, хлороформ, 10%-ный раствор гидроксида натрия, 1%-ный раствор нитрата серебра, 5%-ный раствор аммиака, 10%-ный раствор и концентрированная серная кислота, известковая вода, оксид хрома (VI), 2%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный и безводный ацетат натрия, 3%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор карбоната натрия, натрий метал., магний метал.*

Опыт 1. Кислотные свойства карбоновых кислот

В три пробирки поместите по 1 капле уксусной кислоты и воды. В первую пробирку опустите универсальную лакмусовую бумагу (интервал рН перехода окраски 5–8), во вторую – метилового оранжевого (интервал рН 3,1–4,4), в третью – 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина (интервал рН 8,2–10,0). Отметьте, в каких пробирках происходит изменение окраски индикатора, и определите приблизительное значение рН раствора уксусной кислоты.

Опыт 2. Растворимость предельных карбоновых кислот в воде и в органических растворителях

В 4 пробирки налейте по 1 мл муравьиной, уксусной, масляной, стеариновой кислот и добавьте в каждую пробирку по 2 мл воды. Содержимое пробирок взболтайте. Если кислота не растворяется, то пробирку нагрейте. После охлаждения отметьте растворимость в воде взятых для опыта кислот.

Опыт повторите, но в качестве растворителя используйте диэтиловый эфир (или бензол). Отметьте полученные результаты.

Опыт 3. Сравнение силы карбоновых и минеральных кислот

На полоску индикаторной бумаги нанесите по капле растворов органических кислот (муравьиной, уксусной, масляной, стеариновой) и соляной кислоты. С помощью шкалы определите рН этих растворов. Далее определите рН данных кислот с помощью прибора. Что можно сказать о силе этих кислот?

Опыт 4. Получение и свойства муравьиной кислоты

В пробирку налейте 5–6 капель хлороформа, добавьте 2–3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия, закройте пробирку пробкой с обратным холодильником и при встряхивании осторожно нагрейте в течение 3–4 мин. Смесь не должна кипеть, так как хлороформ может испариться.

Напишите уравнение реакции получения муравьиной кислоты гидролизом хлороформа (в щелочной среде образуется формиат натрия).

Опыт 5. Взаимодействие муравьиной кислоты с аммиачным раствором гидроксида серебра

В пробирку налейте 1 мл 1%-ного раствора нитрата серебра и 1 каплю 10%-ного раствора гидроксида натрия. Образовавшийся осадок оксида серебра растворите, прилив по каплям 5%-ный раствор аммиака. К полученному прозрачному раствору добавьте 1 мл муравьиной кислоты и осторожно нагрейте пробирку на водяной бане (температура 60–70°C). Металлическое серебро выделяется в виде зеркального налета на стенках пробирки или в виде темного осадка. Напишите уравнение реакции окисления муравьиной кислоты.

Опыт 6. Окисление муравьиной кислоты перманганатом калия

Поместите в первую пробирку 2 мл муравьиной кислоты, 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 3 мл 2%-ного раствора перманганата калия. Плотно закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите во вторую пробирку с 2 мл известковой воды. Осторожно нагрейте первую пробирку до появления осадка во второй пробирке.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Окисление муравьиной кислоты оксидом хрома (VI) (Тяга!)

В пробирку поместите около 1 г оксида хрома (VI) и 2,5 мл муравьиной кислоты. Через несколько минут начинается энергичная реакция, смесь закипает. Отметьте изменение окраски реакционной смеси.

Напишите уравнение реакции окисления муравьиной кислоты.

Опыт 8. Разложение муравьиной кислоты при нагревании (Тяга!)

В сухую пробирку налейте 1 мл муравьиной кислоты и 1 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте газоотводной трубкой и осторожно нагрейте. Что наблюдается? Образующийся газ подожгите у отверстия газоотводной трубки. Обратите внимание на характер пламени.

После окончания работы пробирку с реакционной смесью необходимо охладить, чтобы прекратить выделение ядовитого газа. Напишите уравнение реакции разложения муравьиной кислоты в условиях описанного опыта.

Опыт 9. Получение уксусной кислоты (Тяга!)

В пробирку поместите 1 г ацетата натрия и добавьте 2–3 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте газоотводной трубкой и осторожно нагрейте реакционную смесь. Выделяющуюся уксусную кислоту определяют по запаху (*осторожно!*) и по изменению цвета влажной синей лакмусовой бумаги, поднесенной к отверстию газоотводной трубки.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 10. Кристаллизация уксусной кислоты

Уксусная кислота имеет температуру плавления $+16,6^{\circ}\text{C}$. При охлаждении она кристаллизуется, причем кристаллы ее похожи на лед, поэтому безводную уксусную кислоту принято называть ледяной.

Пробирку с 1–2 мл ледяной уксусной кислоты поставьте на несколько минут в стакан со льдом. Отметьте вид кристаллов.

Опыт 11. Взаимодействие уксусной кислоты с карбонатом натрия

К 3–4 мл 10%-ного раствора карбоната натрия прилейте 2–3 мл ледяной уксусной кислоты. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции. Какой вывод можно сделать о кислотных свойствах уксусной и угольной кислот? Будет ли уксусная кислота реагировать с растворами сульфата натрия и хлорида натрия?

Опыт 12. Взаимодействие уксусной кислоты с натрием

В пробирку налейте 2–3 мл уксусной кислоты, добавьте небольшой кусочек металлического натрия. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

Опыт 13. Взаимодействие уксусной кислоты с магнием

В пробирку налейте 2–3 мл уксусной кислоты, добавьте небольшой кусочек металлического магния. Закройте пробирку газоотводной трубкой. Через некоторое время подожгите выделяющийся газ. Напишите уравнение реакции.

Опыт 14. Образование и гидролиз ацетата железа (III)

В пробирку налейте по 3 капли уксусной кислоты и воды. Прибавьте к раствору 2–3 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия до полной нейтрализации раствора по синему лакмусу. После этого добавьте 2–3 капли 3%-ного раствора хлорида железа (III). Что при этом наблюдается? Подогрейте раствор до кипения. Выделяется красно-бурый осадок нерастворимого в воде вещества. Что это за вещество? При отстаивании раствор над осадком становится бесцветным. Напишите уравнения реакций.

Опыт 15. Отношение уксусной кислоты к действию окислителей

В пробирку налейте 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 3 мл 2%-ного раствора перманганата калия. Реакционную смесь перемешайте. Происходит ли изменение окраски раствора? Сделайте вывод об отношении уксусной кислоты к окислителям.

Лабораторная работа №16

ДВУХОСНОВНЫЕ КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах двухосновных карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, рН-метр, спиртовка, держатель для пробирок, пробка с газоотводной трубкой, предметное стекло, микроскоп, стеклянная палочка, лопаточка, скальпель, пинцет.

Реактивы: 0,1 н растворы кислот (в капельницах) щавелевой, малоновой, янтарной, глутаровой, адипиновой, уксусной, соляной, 1 н раствор щавелевой кислоты, малоновая кислота (крист.), формиат натрия (муравьинокислый натрий), щавелевая кислота (крист.), 10%-ный раствор хлорида кальция, 1 н раствор гидроксида калия, 10%-ный раствор ацетата свинца, 10%-ный раствор сульфата меди (II), 10%-ный раствор оксалата аммония (можно получить, добавляя по каплям раствор аммиака к 10%-ному раствору щавелевой кислоты до нейтральной реакции по лакмусу), серная кислота (конц.), 10%-ный раствор серной кислоты, известковая вода (насыщ. раствор), 5%-ный раствор перманганата калия, натрий (метал.), малоновый эфир, универсальная индикаторная бумага,

Опыт 1. Сравнение силы органических и минеральных кислот

На полоску индикаторной бумаги нанесите по капле 0,1 н растворов кислот: уксусной, щавелевой, малоновой, янтарной, глутаровой, адипиновой и соляной. С помощью шкалы определите рН растворов кислот. Далее определите рН данных кислот более точно рН-метром. Сравните силу кислот.

Опыт 2. Получение щавелевой кислоты

В сухую пробирку поместите 1–1,5 г формиата натрия и нагрейте ее пламенем спиртовки. Кристаллы соли плавятся, после удаления кристаллизационной воды формиат натрия становится твердым. В этот момент пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и продолжите нагревание. Соль разлагается с выделением газообразного продукта. Подожгите выделяющийся газ у отверстия газоотводной трубки. Нагревание продолжайте до прекращения выделения газа. Какой газ образуется в результате этой реакции?

Напишите уравнение реакции термического разложения формиата натрия.

Опыт 3. Обнаружение щавелевой кислоты

В пробирку поместите лопаточку щавелевой кислоты и прибавьте 3–4 мл воды до полного растворения. Пипеткой возьмите 1 каплю полученного раствора и нанесите на предметное стекло. Добавьте к ней 1 каплю 10%-ного раствора хлорида кальция, при этом выпадают кристаллы соли щавелевой кислоты. Предметное стекло поместите под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов.

Напишите уравнение реакции образования соли щавелевой кислоты.

С помощью стеклянной палочки разделите кристаллы на предметном стекле на две части. К одной части прибавьте 1 каплю раствора уксусной кислоты, к другой – 1 каплю 10%-ной соляной кислоты. В каком случае наблюдается растворение кристаллов? Чем это объясняется?

Опыт 4. Получение калиевых солей щавелевой кислоты

В пробирку налейте 2 мл (точно) 1 н раствора щавелевой кислоты и добавьте 1 мл 1 н раствора гидроксида калия. Выпадает осадок кислой калиевой соли щавелевой кислоты. Что происходит при дальнейшем прибавлении раствора гидроксида калия?

Напишите уравнения реакций образования калиевых солей (кислой и средней) щавелевой кислоты.

Опыт 5. Получение солей щавелевой кислоты

В три пробирки налейте по 1 мл 10%-ных растворов хлорида кальция, ацетата свинца, сульфата меди (II) и в каждую из них добавьте 10%-ный раствор оксалата аммония. Отметьте изменения, происходящие в пробирках.

Напишите уравнения реакций.

Опыт 6. Разложение щавелевой кислоты (Тяга!)

В пробирку с газоотводной трубкой поместите 1–1,5 г кристаллов щавелевой кислоты и 1–2 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку, содержащую известковую воду. Реакционную смесь осторожно нагрейте, щавелевая кислота разлагается, известковая вода мутнеет. После этого выньте газоотводную трубку из пробирки с известковой водой и у отверстия ее подожгите другое газообразное вещество, которое горит характерным пламенем – голубоватыми вспышками. Какой это газ?

Напишите уравнения всех протекающих реакций.

Опыт 7. Окисление щавелевой кислоты

Поместите в первую пробирку 1 г щавелевой кислоты, добавьте 2 мл 5%-ного раствора перманганата калия и 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты. Отверстие пробирки закройте пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите во вторую пробирку с известковой водой. Осторожно нагрейте реакционную смесь в первой пробирке. Отметьте изменения, происходящие в обеих пробирках.

Напишите уравнение реакции окисления щавелевой кислоты перманганатом калия в кислой среде.

Опыт 8. Декарбоксилирование малоновой кислоты

В сухую пробирку поместите около 0,5 г малоновой кислоты. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку с известковой водой. Нагрейте пробирку. При нагревании малоновая кислота декарбоксилируется, образующийся при этом газ обнаруживается реакцией с известковой водой. Какой это газ? Напишите уравнение реакции термического разложения малоновой кислоты.

Опыт 9. Получение натриймалонового эфира

В сухую пробирку налейте 1 мл малонового эфира и внесите небольшой кусочек металлического натрия, хорошо отжатого от керосина фильтровальной бумагой. Пробирку осторожно подогрейте. Начинается энергичная реакция с

выделением газа. В конце реакции натриймалоновый эфир выпадает в виде белого осадка.

Напишите уравнение реакции образования натриймалонового эфира. Какой газ при этом образуется? Как объясняют высокую подвижность водорода в CH_2 -группе малонового эфира?

Лабораторная работа №17

АРОМАТИЧЕСКИЕ КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, воронка, водяная баня, спиртовка, держатель для пробирок, фильтровальная бумага, колба или стакан на 100 мл, лопаточка, пробки с газоотводной трубкой, рН-метр.

Реактивы: бензальдегид, 5%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор гидроксида натрия, серная кислота (разб. и конц.), 10%-ный раствор соляной кислоты, этиловый спирт, загрязненная и чистая бензойная кислота, коричневая кислота, салициловая кислота, 10%-ный раствор карбоната натрия, бромная вода, раствор хлорида железа (III), раствор известковой воды, 5%-ный раствор уксусной кислоты, раствор йода в иодиде калия, универсальная лакмусовая бумага.

Опыт 1. Сравнение силы органических кислот

На полоску индикаторной бумаги нанесите по капле 0,1 н растворов кислот: бензойной, салициловой, фталевой, уксусной. С помощью шкалы определите рН растворов кислот. Далее определите рН данных кислот более точно рН-метром. Сравните силу кислот.

Опыт 2. Получение бензойной кислоты окислением бензальдегида

В пробирку налейте 2–3 мл раствора перманганата калия и 1 мл бензальдегида. При встряхивании нагрейте пробирку на водяной бане до исчезновения запаха бензальдегида. После этого добавьте несколько капель этилового спирта. Как при этом меняется окраска раствора? Затем горячий раствор отфильтруйте от бурого осадка через складчатый фильтр. При подкислении бесцветного фильтрата разбавленной серной кислотой выделяются кристаллы бензойной кислоты. Определите как растворяется бензойная кислота в горячей и холодной воде, щелочах.

Напишите уравнение реакции получения бензойной кислоты.

Опыт 3. Очистка бензойной кислоты

Небольшое количество (около 1 г) загрязненной бензойной кислоты растворите в 30–50 мл кипящей воды в открытой колбе или химическом стакане. Полу-

ченный горячий раствор быстро отфильтруйте через складчатый фильтр, помещенный в стеклянную воронку. Собранный в стакан или коническую колбу фильтрат охладите ледяной водой при перемешивании. Выделяются кристаллы бензойной кислоты. Через 30 мин осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера с использованием водоструйного насоса и сушите при 60°C. (Т. пл. чистой бензойной кислоты 122°C). Отметьте, какого цвета кристаллы.

Опыт 4. Получение бензоата натрия

В пробирку поместите 0,5 г бензойной кислоты и 1 мл воды. Затем при встряхивании прибавьте 1–2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия до полного растворения кристаллов.

К полученному прозрачному раствору прибавьте 1–2 мл 10%-ной соляной кислоты. Какие изменения наблюдаются в пробирке?

Напишите уравнения реакций.

Опыт 5. Взаимодействие бензойной и салициловой кислот с перманганатом калия

В одну пробирку поместите 0,1 г бензойной кислоты, а в другую – 0,1 г салициловой кислоты и растворите их в минимальном количестве воды. Затем в каждую пробирку добавьте равный объем раствора карбоната натрия и по каплям при встряхивании прибавьте раствор перманганата калия. Опишите, что происходит в каждой пробирке при добавлении первых капель перманганата калия, что происходит при дальнейшем его добавлении? Объясните различие в поведении кислот по отношению к перманганату калия.

Напишите уравнения реакций.

Опыт 6. Взаимодействие коричной кислоты с перманганатом калия

Несколько кристаллов коричной кислоты растворите в минимальном количестве 10%-ного раствора карбоната натрия. Затем по каплям прибавьте раствор перманганата калия. Опишите, что при этом происходит. Объясните происходящие изменения. Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Взаимодействие ароматических карбоновых кислот с бромом

В трех пробирках приготовьте насыщенные растворы бензойной, салициловой и коричной кислот в 3 мл воды. В каждую из пробирок добавьте несколько капель бромной воды и наблюдайте за происходящими изменениями. К каждой пробирке поднесите влажную лакмусовую бумагу. Что при этом наблюдается?

Напишите уравнения реакций. Все ли кислоты реагируют с бромной водой? По какому механизму идет взаимодействие?

Опыт 8. Взаимодействие ароматических карбоновых кислот с йодом

Опыт сделайте аналогично опыту 7, но вместо бромной воды используйте раствор йода в иодиде калия. Что наблюдается в каждой из пробирок?

Напишите уравнения реакций. Все ли кислоты реагируют с йодом и почему?

Опыт 9. Взаимодействие ароматических карбоновых кислот с хлоридом железа (III)

В одну пробирку поместите несколько кристаллов бензойной кислоты, в другую – салициловой, затем прилейте несколько капель воды и пробирки нагрейте для растворения кислот. К полученным растворам кислот добавьте по каплям раствор хлорида железа (III). Что при этом наблюдается? Объясните результаты опытов. Напишите уравнения реакций.

Опыт 10. Отношение бензойной и салициловой кислот к нагреванию

В одну пробирку поместите несколько кристаллов бензойной кислоты, в другую – салициловой. Закройте пробирки пробками с газоотводными трубками и почти вертикально закрепите лапке штатива. Концы газоотводных трубок опустите в пробирки с 1 мл раствора известковой воды. Пробирки с кислотами осторожно нагрейте пламенем спиртовки. Наблюдается расплавление кислот и возгонка их с образованием белого налета на стенках пробирок. Усиьте нагрев всей пробирки, при этом в одной из пробирок с известковой водой раствор мутнеет, а в пробирке с реакционной массой после открывания пробки ощущается характерный запах.

Сравните и объясните происходящие процессы при нагревании кислот. Напишите уравнения реакций.

Опыт 11. Получение эфира бензойной кислоты

В сухой пробирке смешайте 0,5 г бензойной кислоты, 3 мл этилового спирта и 2 мл концентрированной серной кислоты. Осторожно нагрейте пробирку на кипящей водяной бане до кипения. Полученную бесцветную жидкость вылейте в стакан с 15 мл холодной воды. Часть бензойной кислоты, не вступившая в реакцию выпадает в осадок. А на поверхности появляется слой вещества с сильным характерным запахом. Что это за вещество?

Напишите уравнение реакции этерификации бензойной кислоты. Рассмотрите механизм реакции.

Опыт 12. Получение эфира салициловой кислоты

В сухой пробирке смешайте 0,5 г салициловой кислоты, 3 мл этилового спирта и 2 мл концентрированной серной кислоты. Осторожно нагрейте пробирку на кипящей водяной бане до кипения. Полученную бесцветную жидкость вылейте в стакан с 15 мл холодной воды. На поверхности появляется слой сложного эфира с сильным характерным запахом.

Напишите уравнение реакции этерификации бензойной кислоты. Рассмотрите механизм реакции.

Лабораторная работа №18

АМИНЫ АЛИФАТИЧЕСКОГО РЯДА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах алифатических аминов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, рН-метр, пипетки, воронка, водяная баня, спиртовка, держатель для пробирок, пробка с газоотводной трубкой, колба Вюрца, кипяильники, водяной холодильник, асбестовая сетка, фарфоровые чашки, воронки, стаканы (100 мл), фильтровальная бумага, лед.

Реактивы: ацетамид, этиловый спирт, бром, натрий металл., цинк гранулированный, нитрометан, 0,2 н растворы (в капельницах): аммиака, первичного, вторичного и третичного аминов, иодид тетраметиламмония, иодид тетраэтиламмония, хлорид метиламмония, 10%-ный и конц. растворы гидроксида натрия, 5%-ный раствор нитрата серебра, 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина (в капельнице), натронная известь, конц. соляная кислота, ледяная уксусная кислота, 15%-ный спиртовой раствор гидроксида калия, 3%-ный раствор хлорида железа (III), 5%-ный раствор сульфата меди, хлороформ, 10%-ный раствор нитрита натрия, пикриновая кислота (насыщ. раствор), красная лакмусовая бумага, универсальная индикаторная бумажка со шкалой рН.

Опыт 1. Получение метиламина из ацетамида (Тяга!)

В колбу Вюрца емкостью 50–100 мл внесите 1 г ацетамида, 4 мл воды и 1 мл брома. (*Осторожно!*) При встряхивании в смесь прилейте по каплям концентрированный раствор гидроксида натрия до исчезновения окраски брома, а затем еще такой же объем NaOH. При этом колбу охладите в бане со льдом. Через 10–15 мин в реакционную смесь опустите кипяильники, присоедините водяной холодильник с алонжем и отгоните метиламин в пробирку, содержащую 1–2 мл воды. Пробирку-приемник погрузите в стакан с ледяной водой, конец алонжа должен быть опущен в воду примерно на 0,5 см. Колбу Вюрца насухо вытрите и затем нагрейте на асбестовой сетке (рис. 13). Перегонку прекращают, когда объем жидкости и пробирке-приемнике увеличивается в 3–4 раза. Обратите внимание на резкий запах метиламина.

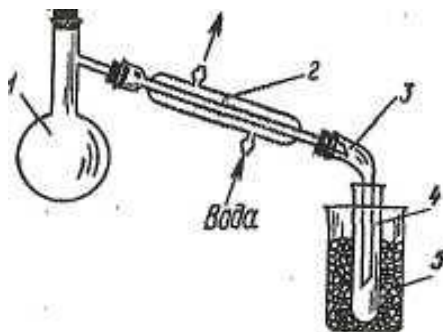


рис. 13. Прибор для получения метиламина из ацетамида

1. – колба Вюрца; 2. – водяной холодильник; 3. – алонж; 4. – пробирка-приемник; 5. – стакан с ледяной водой.

Напишите уравнение реакции получения метиламина из ацетамида.

Опыт 2. Получение этиламина из ацетамида

В пробирке растворите примерно 0,5 г ацетамида в 5 мл этилового спирта. Затем внесите в раствор 2 кусочка металлического натрия размером с горошину и быстро закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой, конец которой опустите в пробирку-приемник, содержащую 2 мл этилового спирта. Пробирку с реакционной смесью периодически встряхивайте. Реакцию ведут до полного исчезновения металлического натрия. Отметьте запах раствора в пробирке-приемнике. Полученный спиртовой раствор этиламина можно использовать в последующих опытах.

Напишите уравнение реакции восстановления ацетамида.

Опыт 3. Восстановление нитрометана

Растворите в пробирке (при встряхивании) несколько капель нитрометана в 1–2 мл концентрированного раствора гидроксида натрия. Затем внесите в раствор немного цинковой пыли и нагрейте реакционную смесь пламенем спиртовки. К отверстию пробирки поднесите влажную красную лакмусовую бумагу. Что с ней происходит? Осторожно понюхайте пары, выделяющиеся из пробирки.

Напишите уравнение реакции восстановления нитрометана металлическим цинком в щелочной среде.

Опыт 4. Горение аминов и взаимодействие их с водой

В сухую пробирку поместите примерно 0,5 г хлорида метиламмония и 1 г натронной извести. Смесью тщательно перемешайте стеклянной палочкой. Пробирку закройте пробкой с прямой газоотводной трубкой, и нагрейте реакционную смесь пламенем спиртовки. Выделяющийся метиламин подожгите у конца газоотводной трубки. В отличие от аммиака амины горят на воздухе. Затем поднесите к отверстию газоотводной трубки влажную красную лакмусовую бумагу. Что при этом происходит?

Напишите уравнения реакций: образования метиламина из хлорида метиламмония и гидроксида натрия, горения метиламина, взаимодействия метиламина с водой.

Опыт 5. Сравнение основных свойств первичных, вторичных, третичных аминов и аммиака

.На полоску универсальной индикаторной бумаги нанесите по капле растворов аммиака и первичного, вторичного, третичного аминов. Сравните окраску пятен со шкалой рН, определите значение рН исследуемых аминов и аммиака. Далее определите рН данных аминов и аммиака более точно рН-метром. Сравните основность данных соединений.

Опыт 6. Образование гидроксидов четырехзамещенных производных аммония

Сначала получите влажный оксид серебра. Для этого к 2–3 мл 5%-ного раствора нитрата серебра добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия до щелочной реакции. Выпадает осадок темно-бурого цвета. Отфильтруйте его и

промойте на фильтре дистиллированной водой до тех пор, пока фильтрат, вначале прозрачный, не станет мутным вследствие пептизации оксида серебра.

В две пробирки налейте по 2 мл воды и внесите небольшие количества солей: в одну пробирку – иодида тетраметиламмония, в другую – иодида тетраэтиламмония. При встряхивании соли растворяются. В каждую пробирку добавьте по 2 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина, а затем внесите полученный влажный осадок оксида серебра (его снимают с фильтра). Содержимое пробирок сильно встряхните, разбавьте водой до объема 5–7 мл и оставьте в штативе на несколько минут. Отметьте цвет образовавшегося осадка и цвет раствора.

Напишите уравнение реакции иодида тетраметиламмония с влажным оксидом серебра (AgOH), а также схему диссоциации полученного основания. Какое вещество выпадает в осадок?

Опыт 7. Образование солей аминов

Метиламин получают нагреванием хлорида метиламмония с натронной известью (см. опыт 4). К отверстию пробирки, из которой выделяется газообразный метиламин, поднесите стеклянную палочку, смоченную концентрированной соляной кислотой. Что при этом наблюдается?

Объясните опыт и напишите уравнение реакции.

В две пробирки налейте по 1–2 мл: в одну – 3%-ный раствор хлорида железа (III), в другую – 5%-ный раствор сульфата меди. В каждую пробирку пропустите газообразный метиламин. Что при этом наблюдается в пробирке с раствором хлорида железа (III) и в пробирке с раствором сульфата меди. Напишите уравнения реакций (с FeCl_3 в ионном виде).

Опыт 8. Изонитрильная реакция (Тяга!)

Эта реакция специфична для первичных аминов.

В пробирку внесите несколько кристаллов хлорида метиламмония, добавьте 2–3 капли хлороформа и 1 мл 15%-ного спиртового раствора гидроксида калия. Смесь осторожно нагрейте. Появляется характерный очень неприятный запах изонитрила. (*Нюхать осторожно!*) Изонитрил ядовит, поэтому после окончания опыта его гидролизуют. Для этого в охлажденную пробирку, содержащую изонитрил, прилейте 3–4 мл концентрированной соляной кислоты или 10%-ного раствора серной кислоты.

Напишите уравнения реакций: образования изонитрила при взаимодействии метиламина, хлороформа и гидроксида калия; гидролиза изонитрила в присутствии соляной кислоты.

Опыт 9. Реакция первичных аминов с азотистой кислотой

Эту реакцию используют как качественную реакцию на первичные амины алифатического ряда.

В пробирке растворите в 1 мл воды 0,2 г хлорида метиламмония, затем прилейте 1 мл 10%-ного раствора нитрита натрия. При добавлении к реак-

ционной смеси нескольких капель ледяной уксусной кислоты наблюдается выделение газа в виде мелких пузырьков. Какой это газ?

Напишите уравнение реакции.

Опыт 10. Реакция аминов с пикриновой кислотой

Большинство аминов дает с пикриновой кислотой хорошо кристаллизующиеся соединения (темп. пл. 150–220°C). Аммиак и соли аммония подобных соединений не образуют.

В пробирку налейте 1,5 мл насыщенного водного раствора пикриновой кислоты и пропустите в раствор метиламин (см. опыт 3). Смесь перемешайте, затем пробирку поместите в стакан с ледяной водой. Через некоторое время выделяются кристаллы пикрата метиламмония.

Лабораторная работа №19

АРОМАТИЧЕСКИЕ АМИНЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических аминов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, воронка, водяная баня, спиртовка, держатель для пробирок, газетная и фильтровальная бумага, предметное стекло, стаканы на 50 мл, 200 мл и 250 мл, термометр, стеклянные палочки.

Реактивы: нитробензол, соляная кислота (конц.) и 2 н раствор, металлический цинк, железные опилки, 10%-ный раствор дихромата калия, 10%-ный раствор серной кислоты, насыщ. раствор хлорной извести, анилин, дифениламин, диметиланилин, этиловый спирт, хлороформ, гидроксид натрия (конц.) и 10%-ный раствор, бромная вода, нитрит натрия (крист.) и 30%-ный раствор, м-нитроанилин, п-нитроанилин, п-толуидин, бензальдегид, бензидин, насыщенный раствор карбоната натрия, ацетат натрия (крист.), сульфаниловая кислота (крист.), β -нафтол, нафтионат натрия, лакмусовая бумага, йодкрахмальная бумага, лед.

Опыт 1. Получение анилина

А). В пробирку налейте 0,5 мл нитробензола, прибавьте 1 мл концентрированной соляной кислоты и маленькую гранулу металлического цинка. Пробирку энергично встряхните. Если реакция начнет замедляться, то слегка подогрейте пробирку над пламенем спиртовки. Реакцию продолжайте до полного растворения цинка (для этого может быть придется еще прибавить 1–2 капли соляной кислоты). После окончания реакции образуется жидкость, содержащая растворимую соль анилина и не имеющая специфического запаха. Полученный раствор сохраните для опыта 2.

Б) Анилин можно получить также при восстановлении нитробензола железными опилками в кислой среде. Для этого возьмите 0,5 мл нитробензола, 1 г железных опилок и 5 мл концентрированной соляной кислоты. При постоянном встряхивании реакционную массу слегка нагрейте над пламенем спиртовки до исчезновения слоя (и запаха) нитробензола.

Напишите уравнение реакции восстановления нитробензола до анилина. Какие металлы можно применять в качестве восстановителей?

Опыт 2. Обнаружение анилина (проба с лигнином)

В основе *лигниновой пробы* лежит реакция соединений, содержащих аминогруппу, с ароматическими альдегидами, выделяющимися при кислотном гидролизе лигнина, например сиреневым альдегидом (4-гидрокси-3,5-диметоксибензальдегидом).

По 1 капле раствора анилинхлорида, полученного в опыте 1, с помощью пипетки нанесите на кусочки газетной и фильтровальной бумаги. Что происходит с газетной и фильтровальной бумагой? С чем это связано?

Опыт 3. Образование изонитрила (Тяга!)

В пробирку поместите 1 мл анилина, 1 мл хлороформа, 1 мл концентрированного раствора гидроксида натрия и 2 мл этилового спирта. Смесь осторожно нагрейте до начала реакции. Появляется характерный, неприятный запах изонитрила. После окончания опыта пробирку с содержимым поместите в соляную или разбавленную серную кислоту для разложения изонитрила.

Напишите уравнение соответствующей реакции.

Опыт 4. Образование и разложение солей анилина

К 2 мл анилина добавьте 2–3 мл воды и смесь сильно встряхните. В полученную эмульсию опустите универсальную лакмусовую бумагу. Как меняется окраска индикатора?

Эмульсию анилина разделите на две части. К одной прибавьте по каплям при встряхивании концентрированную соляную кислоту. Что при этом наблюдается? Прибавьте к жидкости раствор гидроксида натрия. Что происходит?

К другой части эмульсии анилина прибавьте по каплям при встряхивании разбавленную серную кислоту. Выпадает осадок. Отметьте его цвет. Добавьте 1 мл раствора гидроксида натрия. Что происходит? Объясните все происходящие процессы. Напишите уравнения реакций получения солей анилина.

Опыт 5. Образование и разложение солей дифениламина

В пробирке растворите 0,1 г дифениламина в 2 мл этилового спирта. К раствору добавьте воду до появления белой мути от выделения дифениламина. Прибавьте по каплям концентрированную соляную кислоту. Что при этом наблюдается? Затем разбавьте раствор водой. Что при этом происходит?

Объясните все происходящие процессы. Сравните основные свойства ароматических аминов (оп.4 и оп.5).

Напишите уравнение реакции.

Опыт 6. Бромирование анилина

В пробирку поместите 1 каплю анилина и 2 мл воды. Взболтайте содержимое пробирки и прибавьте несколько капель бромной воды до исчезновения желтого окрашивания раствора и появления осадка. Отметьте цвет осадка.

Объясните легкость образования трибромзамещенного анилина и место вступления электрофильного агента в молекулу. Напишите уравнение реакции бромирования анилина. Рассмотрите механизм бромирования.

Опыт 7. Окисление анилина

В пробирку поместите 0,5 мл анилина с 5 мл воды и хорошо встряхните. В две чистые пробирки отберите по 1 мл полученной эмульсии. К эмульсии в первой пробирке прибавьте 1 мл 10%-ного раствора дихромата калия и 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты. К эмульсии во второй пробирке добавьте 1 мл насыщенного раствора хлорной извести.

При окислении хромовой смесью образуется нерастворимый в воде краситель – черный анилин. Что происходит во 2-ой пробирке?

Напишите уравнения реакций.

Опыт 8. Конденсация анилина с ароматическими альдегидами

В пробирке смешайте при встряхивании 2 мл анилина с 2 мл бензальдегида. Сразу же начинается реакция с выделением теплоты. По окончании разогревания смесь оставьте на 15 мин, затем прилейте 2,5 мл этилового спирта и сильно охладите. Выпадает осадок бензальанилин (темп. плавл. 52°C).

Напишите уравнение реакции образования бензальанилина.

Опыт 9. Нитрозирование дифениламина

В пробирке растворите 1 г дифениламина в 5–8 мл этилового спирта и охладите до 0°C в стакане со льдом. Добавьте 1 мл концентрированной соляной кислоты и 0,6 г нитрита натрия, растворенного в минимальном количестве воды. Смесь постепенно окрашивается в зеленый цвет, а затем выделяется масло, которое постепенно закристаллизовывается. Дифенил-N-нитрозамин плавится при температуре 66°C.

Напишите уравнение реакции нитрозирования дифениламина.

Опыт 10. Нитрозирование диметиланилина

В стакане на 50 мл растворите 0,5 г диметиланилина в 15 мл концентрированной соляной кислоты. Смесь охладите во льду и добавьте 5 г толченого льда. Медленно при перемешивании добавьте раствор 0,6 г нитрита натрия в 2 мл воды. Температура не должна повышаться выше 5°C и не должны выделяться оксиды азота. Смесь оставьте во льду на 10–15 мин, а затем отфильтруйте желто-коричневые кристаллы солянокислой соли *para*-нитрозодиметиланили-на.

Часть полученной солянокислой соли *para*-нитрозодиметиланилина поместите в пробирку и по каплям прибавьте 3–4 мл насыщенного раствора карбоната натрия. Что при этом наблюдается?

Напишите уравнение реакции нитрозирования диметиланилина.

Опыт 11. Диазотирование анилина

В пробирку налейте 1 мл анилина, 0,5 мл концентрированной соляной кислоты и добавьте кусочек льда. Реакционную массу охладите. В полученный раствор при встряхивании по каплям добавьте 0,5 мл охлажденного раствора нитрита натрия. Температура смеси не должна быть выше 5°C. Полноту диазотирования анилина проверяют йодкрахмальной бумажкой, если анилин продиазотирован полностью, то на бумаге появляется голубое или синее окрашивание, указывающее на присутствие в растворе свободной азотистой кислоты. Пробу производят через 2–3 минуты после прибавления нитрита натрия. Если йодкрахмальная бумажка не синее, добавьте еще 1–2 капли раствора нитрита натрия и вновь повторите пробу.

Напишите уравнения соответствующих реакций.

Опыт 12. Диазотирование м-нитроанилина

В стакане на 25 мл растворите 2 г м-нитроанилина в смеси 3 мл концентрированной серной кислоты и 5 мл воды при нагревании. Затем полученный раствор охладите во льду до 3–5°C. К выпавшему сульфату анилина прибавьте кусочек льда и прилейте постепенно при перемешивании в течение 4–5 мин 3,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия, проверяя при этом по конго кислотность среды. Смесь оставьте на 10 мин, а затем пробой с йодкрахмальной бумагой проверьте присутствие свободной азотистой кислоты. Для этого каплю раствора поместите на йодкрахмальную бумагу. Если она синее, то диазотирование закончите.

Напишите уравнение реакции диазотирования м-нитроанилина.

Опыт 13. Диазотирование п-толуидина

В стакане смешайте 3 мл концентрированной соляной кислоты с 7 мл воды. К полученному раствору добавьте 1,5 г п-толуидина и нагрейте до полного растворения. Затем смесь охладите во льду, в стакан добавьте кусочек льда и при перемешивании по каплям прибавьте 2,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия. После приливания $\frac{1}{2}$ объема раствора нитрита натрия проверьте кислотность раствора по конго. Для этого стеклянной палочкой возьмите пробу из реакционной смеси и нанесите ее на йодкрахмальную бумагу. Если на бумаге не появляется сразу синее пятно, то продолжите прикапывать раствор нитрита натрия. Затем смесь оставьте при охлаждении на 10 мин, после чего проверьте конец диазотирования по йодкрахмальной бумаге. Посинение бумаги свидетельствует об окончании диазотирования.

Раствор соли п-толилдиазония оставьте стоять во льду и используйте в дальнейших опытах. Напишите уравнение реакции диазотирования п-толуидина.

Опыт 14. Получение красителя п-нитроанилинового красного

В начале необходимо приготовить раствор п-нитрофенилдиазоний хлорида (один на группу). Для этого в стакане на 250 мл растворите при нагревании 7 г п-нитроанилина в 12,5 мл концентрированной соляной кислоты и 150 мл воды. Раствор охладите до 0°C в воде со льдом и затем быстро, при энергичном пере-

мешивании прилейте к нему охлажденный раствор 3,5 г нитрита натрия в 20 мл воды. Реакционную смесь оставьте в ледяной воде на 30–40 мин. Раствор диазотированного пара-нитроанилина (желтого цвета) должен быть прозрачным.

Затем в стакан поместите 12 мл охлажденного раствора п-нитрофенилдiazоний хлорида и добавьте 1 г ацетата натрия в 4 мл воды. Во втором стакане растворите 0,5 г β -нафтола в минимальном объеме 10%-ного раствора гидроксида натрия. К раствору соли диазония прибавьте приготовленный щелочной раствор β -нафтола. Выпавший краситель отфильтруйте.

Напишите уравнение реакции диазотирования п-нитроанилина и реакции азосочетания с β -нафтолом.

Опыт 15. Получение красителя метилового оранжевого (гелиантин)

В пробирке растворите 0,4 мл диметиланилина в смеси, состоящей из их 1,5 мл 2 н соляной кислоты и 1 мл воды. А в другой пробирке растворите 0,5 г сульфаниловой кислоты в 1,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и добавьте туда раствор 0,2 г нитрита натрия в 2,5 мл воды. Содержимое второй пробирки постепенно влейте в стакан с 2 мл охлажденного раствора 2 н соляной кислоты и кусочком льда. В полученный в стакане раствор соли диазония при охлаждении прилейте при перемешивании содержимое первой пробирки (соль диметиланилина). В полученную смесь при перемешивании добавьте раствор гидроксида натрия до щелочной реакции. Что при этом наблюдается?

Несколько капель смеси отлейте в чистую пробирку и по каплям добавьте 2 н раствор соляной кислоты. Что при этом наблюдается? Часть этого раствора налейте в пробирку и добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия. Опишите, что происходит в пробирке. Какие выводы можно сделать из наблюдаемых явлений?

Опыт 16. Получение красителя нафтолового оранжевого

В одном стакане растворите 0,7 г β -нафтола в 10 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия при нагревании. В другом стакане растворите при нагревании 1 г сульфаниловой кислоты в 2,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. К этому раствору прибавьте раствор 0,4 г нитрита натрия в 5 мл воды. Полученный раствор охладите и прилейте его при перемешивании в третий стакан, содержащий 10 мл охлажденной 2 н соляной кислоты. К получившейся при этом соли диазония добавьте щелочной раствор β -нафтола, находящийся в первом стакане. Что при этом наблюдается?

Напишите уравнение реакции азосочетания соли диазония с β -нафтолом.

Опыт 17. Получение красителя Конго красного

В стакане растворите при нагревании 0,5 г бензидина в 1 мл концентрированной соляной кислоты, разбавленной 10 мл воды. Затем раствор охладите до 2–3°C, добавьте 10 мл воды и при перемешивании и охлаждении прилейте по каплям раствор 0,4 г нитрита натрия в 2 мл воды. Полученный раствор соли диазония оставьте стоять при охлаждении во льду в течение нескольких минут, после чего сделайте иодкрахмальную пробу на присутствие свободной азотистой кислоты. Затем раствор постепенно прибавьте при перемешивании в другой ста-

кан, содержащий охлажденный раствор 1,6 г нафтионата натрия и 2 г ацетата натрия в 15 мл воды. Выпадает темно-синий осадок красителя. Смесь оставьте стоять в течение 5 мин, а затем к ней добавьте при нагревании 2 н раствор карбоната натрия. К красному раствору натриевой соли красителя добавьте кристаллы хлорида натрия (высаливание), выпадает красный осадок натриевой соли красителя.

Напишите уравнения всех протекающих реакций. Какое строение имеет краситель в кислой и щелочной средах?

Лабораторная работа №20

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах функциональных производных карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, стакан (100 мл), делительная воронка,

Реактивы: этиловый спирт, ледяная уксусная кислота, серная кислота (конц.), насыщенный раствор хлорида натрия, изоамиловый спирт, амиловый спирт, бутиловый спирт, пропиловый спирт, изопропиловый спирт, третбутиловый спирт, октанол-1, бензиловый спирт, муравьиная кислота, масляная кислота (бутановая), $K_2Cr_2O_7$ (крист.), 10%-ный раствор соды, бензойная кислота, салициловая кислота.

Опыт 1. Получение этилацетата

Катализаторами реакции этерификации служат минеральные кислоты (серная, соляная). Для выяснения роли минеральной кислоты реакцию этерификации проводят в двух вариантах: с катализатором и без него.

В первой пробирке (сухой) смешайте 2 мл этилового спирта, 2 мл ледяной уксусной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты. Во вторую пробирку (сухую) к аналогичной смеси этилового спирта и уксусной кислоты катализатор (серную кислоту) не добавляйте. Смеси в обеих пробирках перемешайте встряхиванием и нагрейте пробирки в течение 5–8 минут в водяной бане при температуре воды 65–70°C. (реакционная смесь не должна кипеть). Затем обе пробирки охладите. Для выделения из раствора этилацетата добавьте по 3–4 мл насыщенного раствора хлорида натрия (высаливание). Этилацетат всплывает в виде бесцветной жидкости с приятным запахом. Каким запахом он обладает?

В одинаковых ли количествах образуется этилацетат в двух пробирках? Напишите уравнение протекающей реакции и рассмотрите ее механизм.

Опыт 2. Получение изоамилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл изоамилового спирта, 2 мл ледяной уксусной кислоты и 1 каплю концентрированной серной кислоты. Смесь перемешайте

встряхиванием. Реакционную смесь нагрейте в кипящей водяной бане 8–10 мин, после чего охладите и вылейте в пробирку с холодной водой. Изоамилацетат всплывает. Обратите внимание на его запах. Пары изоамилацетата вызывают раздражение дыхательных путей, они могут вызвать кашель, поэтому нюхать изоамилацетат нужно осторожно. Отметьте запах.

Напишите уравнение реакции образования изоамилацетата.

Опыт 3. Получение муравьиноамилового эфира

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл амилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Каким запахом обладает продукт реакции? (нюхать осторожно!).

Напишите уравнение реакции образования муравьиноамилового эфира.

Опыт 4. Получение масляноэтилового эфира

В сухой пробирке смешайте 2 мл масляной кислоты, 2 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Каким запахом обладает продукт реакции? (нюхать осторожно!).

Напишите уравнение реакции образования масляноэтилового эфира.

Опыт 5. Получение маслянобутилового эфира

В сухой пробирке смешайте 2 мл масляной кислоты, 2 мл бутилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Каким запахом обладает продукт реакции? (нюхать осторожно!).

Напишите уравнение реакции образования бутилбутаноата.

Опыт 6. Получение бутилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксусноэтилового эфира.

Опыт 7. Получение пропилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл пропилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксуснопропилового эфира.

Опыт 8. Получение изопропилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл изопропилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5

мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксусноизопропилового эфира.

Опыт 9. Получение третбутилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл третбутилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования третбутилового эфира.

Опыт 10. Получение октилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл октанола-1 и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксусноактилового эфира.

Опыт 11. Получение изоамилформиата

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл изоамилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 12. Получение амилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл амилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах. Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 13. Получение этилформиата

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 14. Получение изовалерианового эфира

К 2 мл воды добавьте 2 мл концентрированной серной кислоты, раствор охладите. Затем прилейте 2 мл изоамилового спирта и постепенно в течение 10–15 мин добавьте 4 г кристаллического $K_2Cr_2O_7$, осторожно взбалтывая. Объем раствора доведите до 50 мл водой и дайте постоять 15–20 мин. Образовавшийся

эфир отделите делительной воронкой, промойте водой, 10%-ным раствором соды и снова водой. Отметьте его запах.

Напишите уравнение протекающей реакции.

Опыт 15. Получение бензилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл бензилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 16. Получение бензоэтилового эфира

К 2 мл этилового спирта добавьте 1 г кристаллической бензойной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Полученный раствор вылейте в пробирку с 5 мл воды. Отделите эфир делительной воронкой. Отметьте его запах.

Напишите уравнение протекающей реакции.

Опыт 17. Получение изоамилбензоата

К 2 мл изоамилового спирта добавьте 1 г кристаллической бензойной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 18. Получение пропилформиата

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл пропилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах. Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 19. Получение изоамилсалицилата

К 2 мл изоамилового спирта добавьте 1 г кристаллической салициловой кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 20. Получение бензилового эфира бензойной кислоты

К 2 мл бензилового спирта добавьте 1 г кристаллической бензойной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах. Напишите уравнение реакции образования эфира.

Лабораторная работа №21

МОЧЕВИНА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах мочевины

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, спиртовка, держатель для пробирок, предметные стекла, микроскоп, пробка с газоотводной трубкой, стаканы на 100 мл.

Реактивы: мочевина (крист.), азотная кислота (конц.), серная кислота (конц.), щавелевая кислота, известковая вода, 10%-ный раствор нитрита натрия, конц. и 10%-ный растворы гидроксида натрия, 2%-ный раствор сульфата меди, бром, универсальная лакмусовая бумага.

Опыт 1. Растворимость мочевины в воде

В пробирку поместите 0,5 г кристаллической мочевины и постепенно добавляйте воду до полного растворения мочевины. По капле полученного раствора нанесите на красную и синюю лакмусовую бумагу. Какую реакцию (кислую, нейтральную или щелочную) имеет водный раствор мочевины?

В водном растворе мочевина находится в виде двух таутомерных форм. Напишите схему таутомерных превращений мочевины.

Опыт 2. Основные свойства мочевины

В две пробирки поместите по 1 лопаточке мочевины и добавьте по 1–2 мл воды. В первую пробирку добавьте 2 капли концентрированной азотной кислоты, во вторую – 2 капли насыщенного раствора щавелевой кислоты, приготовленного в отдельной пробирке путем растворения 1 лопаточки щавелевой кислоты в 1–2 мл воды. Через несколько секунд начинается выделение кристаллов нитрата мочевины и оксалата мочевины, которые труднее растворяются в воде по сравнению с мочевиной. Форму кристаллов нитрата мочевины и оксалата мочевины рассмотрите в микроскоп при увеличении в 120 раз.

Способность мочевины давать труднорастворимую соль с азотной кислотой используют для обнаружения мочевины в моче. В сутки с мочой человека выделяется около 30 г мочевины.

Напишите уравнения реакций образования нитрата и оксалата мочевины.

Опыт 3. Гидролиз мочевины

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины и добавьте 2–3 мл известковой воды так, чтобы не смочить верхнюю часть пробирки. Смесь нагрейте до кипения и, продолжая нагревание, к верхнему краю пробирки поднесите полоску красной лакмусовой бумаги, смоченную водой. Происходит изменение окраски лакмусовой бумаги. Что происходит с реакционной смесью?

Напишите уравнение реакции гидролиза мочевины.

Опыт 4. Взаимодействие мочевины с азотистой кислотой

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины, добавьте 1–2 мл воды. К полученному раствору прилейте 1–2 мл 10%-ного раствора нитрита натрия и 1–2

капли концентрированной серной кислоты. Закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите в пробирку с 2 мл известковой воды. Содержимое пробирки встряхните, начинается бурное выделение пузырьков газа. Какие газы выделяются? Один из них обнаруживается по выпадению осадка в пробирке. Эта реакция подобна реакции с азотистой кислотой первичных аминов алифатического ряда. Напишите уравнение реакции взаимодействия мочевины с азотистой кислотой.

Опыт 5. Реакция мочевины с гипобромитом натрия (Тяга!)

Раствор гипобромита натрия готовится непосредственно перед проведением опыта. Для этого налейте в пробирку 1–2 мл концентрированного раствора гидроксида натрия и при охлаждении в стакане с холодной водой осторожно добавьте 3–4 капли брома. Смесь встряхните до растворения брома и исчезновения его окраски.

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины, добавьте 1–2 мл воды. В полученный раствор по каплям добавьте раствор гипобромита натрия. Происходит энергичная реакция, сопровождающаяся выделением газов. Какие газы выделяются?

Реакция с гипобромитами характерна для амидов кислот. При расщеплении мочевины в данных условиях на промежуточной стадии реакции образуется гидразин, который окисляется избытком гипобромита натрия.

Напишите соответствующие уравнения реакций. Эта реакция лежит в основе одного из методов количественного определения мочевины.

Опыт 6. Образование биурета

В сухую пробирку поместите 1 лопаточку мочевины и осторожно нагрейте. Сначала мочевина плавится, а затем при дальнейшем нагревании разлагается с выделением аммиака. Аммиак обнаруживают по запаху (осторожно!) и по универсальной лакмусовой бумаге. Для этого поднесите к отверстию пробирки полоску лакмусовой бумаги, смоченную водой. Отметьте изменение окраски лакмуса. Пробирку нагревайте до тех пор, пока плав не затвердеет. После остывания добавьте в пробирку 5–6 капель воды и прокипятите в течение 2–3 мин. Дайте содержимому пробирки отстояться, раствор осторожно декантируйте в другую пробирку и добавьте к нему 1–2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и 1 мл 2%-ного раствора сульфата меди (II). Отметьте окраску комплексной соли биурета с ионами меди (II).

Напишите уравнения реакций образования биурета из мочевины и схему таутомерных превращений биурета, затем составьте уравнение реакции биурета с гидроксидом меди (II).

Лабораторная работа №22

ЛИПИДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах липидов

Приборы, оборудование, химическая посуда: фильтровальная бумага, пробирки, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирки, стакан, водяная баня, стеклянная палочка, фарфоровая ступка с пестиком, коническая колба на 50-100мл.

Реактивы: растительное масло, 5%-ный раствор карбоната натрия, животный жир (масло), маргарин, 2%-ный раствор перманганата калия, этанол, диэтиловый эфир, хлороформ, тетрахлорметан, 5%-ный и 40%-ный растворы гидроксида натрия, насыщ. раствор хлорида натрия, 1%-ный водный раствор мыла, раствор белка, 10%-ный раствор серной кислоты, 1%-ный раствор фенолфталеина, 5%-ный раствор брома в тетрахлорметане, семена подсолнечника, 2%-ный раствор крахмала, 0,05%-ный спиртовой раствор иода, бензол, 0,1 н раствор гидроксида калия.

Опыт 1. Растворимость жиров и масел в органических растворителях

В четыре пробирки налейте по 2 капли подсолнечного масла и добавьте по 2 мл органических растворителей: в первую пробирку – этиловый спирт, во вторую пробирку – диэтиловый эфир, в третью – хлороформ, в четвертую – четыреххлористый углерод. Содержимое всех пробирок энергично встряхните.

В каких растворителях масло растворяется?

Пробирку, в которой образовалась эмульсия нагрейте на водяной бане до начинающегося кипения и встряхните. Увеличивается ли растворимость масла при нагревании?

Опыт повторите, но вместо подсолнечного масла в пробирки с органическими растворителями внесите небольшое количество животного жира. Что наблюдается?

Опыт 2. Экстрагирование жира из масличных семян

Смешайте 2 г семян подсолнечника с песком и тщательно разотрите в ступке. Измельченные семена перенесите в пробирку, прилейте 5 мл хлороформа (или тетрахлорметана) и перемешайте содержимое пробирки стеклянной палочкой. Пробирку нагрейте в водяной бане при 75–80°C в течение 10–15 мин. После охлаждения отфильтруйте немного раствора и нанесите несколько капель его на фильтровальную бумагу. Что происходит после испарения растворителя?

Опыт 3. Эмульгирование жиров и масел

В пять пробирок внесите по 2–3 капли подсолнечного масла, затем добавьте в первую пробирку 3 мл воды, во вторую – 3 мл 5%-ного раствора гидроксида натрия, в третью – 3 мл 5%-ного раствора карбоната натрия, в четвертую – 3 мл раствора мыла, в пятую – 3 мл раствора белка. Содержимое всех пробирок энергично встряхните, происходит образование эмульсий. Пробирки поставьте в штатив на 3–5 мин, после чего отметьте, в каких пробирках образовалась устойчивая эмульсия и в каких – неустойчивая (произошло расслоение).

Опыт 4. Доказательство ненасыщенности олеиновой кислоты

В пробирку поместите 3 капли олеиновой кислоты и растворите ее в 1 мл тетрахлорметана. Добавьте в пробирку 4–5 капель 5%-ного раствора брома в тетрахлорметане. Что происходит с бромной водой.

Напишите уравнение реакции бромирования триолеина. Какие высшие жирные кислоты можно обнаружить с помощью реакции бромирования?

Опыт 5. Взаимодействие растительного масла с водным раствором перманганата калия (реакция Вагнера)

В пробирку поместите по 2 капли растительного масла, 5%-ного раствора карбоната натрия и 2%-ного раствора перманганата калия. Энергично встряхните пробирку и отметьте изменение первоначальной окраски раствора. Напишите уравнение реакции диолеоила с перманганатом калия в водной среде.

Опыт 6. Сравнение ненасыщенности различных триацилглицеринов

Возьмите 2 сухие пробирки. В первую поместите 1 каплю подсолнечного масла, во вторую – 1 каплю предварительно расплавленного маргарина (можно использовать также животный жир или сливочное масло). Растворите содержимое пробирок в 1 мл тетрахлорметана. В каждую из пробирок добавьте из бюретки или градуированной пипетки 5%-ный раствор брома в тетрахлорметане до прекращения исчезновения окрашивания. Отметьте в каждом случае объемы раствора брома, необходимые для достижения одинакового светло-желтого окрашивания. Сделайте вывод о степени непредельности исследуемых жиров.

Напишите уравнение реакции бромирования олеодилинолеата. Рассчитайте, сколько мл 5%-ного раствора брома ($\rho=1,6$ г/мл) будет израсходовано для бромирования 100 г данного масла.

Опыт 7. Определение кислотного числа масла

В конической колбе емкостью 50 мл растворите 2 г растительного масла в смеси спирта с бензолом (1:1) и прибавьте 2 капли спиртового раствора фенолфталеина. К раствору масла по каплям при встряхивании добавьте из бюретки 0,1 н раствор гидроксида калия до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей после взбалтывания. Определите, сколько мл 0,1 н раствора гидроксида калия израсходовано на нейтрализацию свободных жирных кислот, содержащихся в 2 г масла.

Рассчитайте кислотное число исследуемого жира. Для чего его определяют? Какие реакции протекают в процессе титрования масла гидроксидом калия?

Опыт 8. Определение степени непредельности жира иодным числом

Иодное число – это количество граммов иода, присоединяющегося к 100 г жира. Чем больше величина иодного числа, тем больше двойных связей находится в остатках высших кислот, входящих в состав жира.

В коническую колбу емкостью 50–100 мл налейте 10 мл 10%-ного раствора растительного масла в хлороформе, добавьте 2 капли 2%-ного раствора крахмала и по каплям при энергичном встряхивании прилейте из бюретки 0,05%-ный спиртовой раствор иода до появления синего окрашивания (на поверхности сме-

си появляется синее кольцо). Рассчитайте иодное число взятого для опыта растительного масла.

Напишите уравнение реакции присоединения иода к стеароилдиолеину.

Опыт 9. Омыление жира

В пробирку поместите кусочек маргарина величиной с горошину, 1 мл этанола и 1 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия. Нагрейте пробирку при встряхивании или перемешивании палочкой на кипящей водяной бане. Через 5–10 мин смесь становится однородной. Перенесите 2–3 капли раствора в другую пробирку, добавьте 1 мл воды и нагрейте на бане. Если проба полностью растворяется, омыление можно считать законченным.

К густой однородной массе добавьте при перемешивании горячий насыщенный раствор хлорида натрия, чтобы выделившийся слой мыла поднялся до верха пробирки. Дайте смеси отстояться, погрузите пробирку почти целиком в стакан с холодной водой и извлеките мыло палочкой или шпателем. Отожмите его между листами фильтровальной бумаги и сохраните для опыта 10.

Напишите схему реакции щелочного гидролиза на примере 2-О-олеоил-1-О-пальмитоил-3-О-стеароилглицерина. На чем основана проба, с помощью которой устанавливается полнота омыления? С какой целью к реакционной смеси добавляется насыщенный раствор хлорида натрия?

Опыт 10. Получение жирных кислот из мыла

В пробирку к 25 мл 1%-ного водного раствора мыла добавьте 5 мл 10%-ного раствора серной кислоты по каплям. Смесь нагрейте до кипения. На поверхности выделяются свободные жирные кислоты (образуется жирная плёнка). Раствор охладите.

Напишите уравнение гидролиза мыла на примере пальмитата натрия.

Опыт 11. Гидролиз мыла

В пробирку поместите кусочек мыла (0,1–0,2 г), добавьте 1–2 мл воды и нагрейте до растворения. Высаливание и извлечение мыла проведите, как описано в опыте 9.

В пробирку поместите крупинку полученного очищенного мыла и добавьте 1–2 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Что при этом наблюдается? Добавьте в пробирку 5 капель воды и отметьте изменения.

О чем свидетельствует первоначальное отсутствие окрашивания индикатора и появление окрашивания после добавления воды?

Лабораторная работа №23

ГИДРОКСИКИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах гидроксикислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: штатив с пробирками, пипетки, изогнутые газоотводные трубки, стаканы химические (50-100 мл), кипяильники, бюретки, спиртовка, держатель для пробирок, стеклянная палочка, штатив.

Реактивы: 0,1 н растворы кислот: серной, муравьиной, уксусной, щавелевой, винной, лимонной, 0,5 % раствор индикатора метилового оранжевого, цинк гранулированный, молочная кислота, 10%-ный и конц. (1 часть кислоты + 2 части воды) растворы серной кислоты, фуксинсернистая кислота, салициловая кислота, ацетилсалициловая кислота, 1%-ный раствор $FeCl_3$, 1%-ный раствор фенола, 5% раствор перманганата калия, молочная сыворотка (от простокваши или творога), 5%-ный и 10%-ный растворы винной кислоты, 1 н раствор гидроксида калия, 5%-ный раствор сульфата меди, 10%-ный раствор гидроксида натрия, 35%-ный раствор сегнетовой соли (смешанной натриево-калиевой соли винной кислоты) или двузамещенной (средней) соли винной кислоты, 5%-ный раствор хлорида кальция, 10%-ный раствор аммиака, лакмусовая бумага (красная), лимонная кислота (крист.), известковая вода, раствор йода в йодиде калия, бромная вода, 10%-ный раствор иодида калия, бензол.

Опыт 1. Реакция кислот с металлическим цинком

В 6 пробирок налейте по 2 мл 0,1 н растворов кислот: серной, муравьиной, уксусной, щавелевой, винной и лимонной. Внесите в каждую пробирку по кусочку цинка одинаковой величины. Расположите пробирки с кислотами (в штативе) в порядке уменьшения интенсивности реакции с цинком.

Сопоставьте интенсивность взаимодействия растворов кислот с цинком.

Опыт 2. Реакция растворов кислот с метиловым оранжевым.

В 6 пробирок налейте по 2 мл 0,1 н растворов кислот: серной, муравьиной, уксусной, щавелевой, винной и лимонной. Внесите в каждую пробирку по 2 капли индикатора метилового оранжевого. Сравните окраску растворов. Совпадает ли ряд по окраске с рядом по интенсивности взаимодействия с цинком?

Опыт 3. Реакция молочной кислоты с хлоридом железа (III)

К 3–4 мл 1%-ного раствора фенола добавьте несколько капель 1% го раствора хлорида железа (III). Отметьте окраску раствора. Разделите его на 3 части. К одной части прилейте 0,5мл молочной кислоты, к другой – 0,5 мл уксусной кислоты и к третьей – 0,5 мл молочной сыворотки. Какие изменения происходят? Почему?

Напишите уравнение реакции образования лактата железа (III) (молочнокислого железа).

Опыт 4. Разложение молочной кислоты при нагревании с концентрированной серной кислотой. (Тяга!)

В пробирке, закрытой пробкой с газоотводной трубкой нагрейте до кипения смесь из 0,5 мл молочной кислоты и 1 мл концентрированной серной кислоты.

Для равномерного кипения в реакционную смесь положите кипятильники (2-3 кусочка битого фарфора). Выделяющийся газ подожгите у отверстия газоотводной трубки.

Напишите уравнение реакции разложения молочной кислоты концентрированной серной кислотой. Какие вещества должны получиться при нагревании с серной кислотой α -оксимасляной кислоты?

Опыт 5. Разложение молочной кислоты при нагревании с разбавленной серной кислотой (1:2)

В пробирку поместите кипятильники и налейте 1 мл молочной кислоты, 1 мл разбавленной серной кислоты (1:2). Закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой. Конец газоотводной трубки опустите в другую пробирку с 2 мл фуксинсернистой кислоты, погруженную в стакан с холодной водой. Реакционную смесь нагрейте до кипения. Через 2–3 минуты отметьте окраску раствора фуксинсернистой кислоты.

Напишите уравнение реакции и объясните, почему появляется окраска в пробирке с фуксинсернистой кислотой.

Опыт 6. Окисление молочной кислоты перманганатом калия в кислой среде

В пробирку налейте 0,5 мл молочной кислоты, 0,5 мл разбавленной (1:2) серной кислоты и 1 мл 5 %-ного раствора перманганата калия. Смесь осторожно нагрейте. Что происходит с реакционной смесью? (*Нюхайте осторожно содержимое пробирки*). Напишите уравнение реакции разложения молочной кислоты при нагревании с разбавленной серной кислотой и уравнение реакции окисления муравьиной кислоты перманганатом калия в кислой среде.

Опыт 7. Образование калиевых солей винной кислоты

Налейте в пробирку из бюретки 2 мл 1 н раствора винной кислоты и из другой бюретки добавьте 1 мл 1 н раствора гидроксида калия. Встряхните пробирку. Что происходит? Если изменений не происходит, то стенки пробирки потрите стеклянной палочкой. Затем продолжите добавлять из бюретки 1 н раствор гидроксида калия до полного растворения осадка (при встряхивании). Напишите уравнения реакций и объясните опыт.

Половину полученного раствора отлейте в пробирку и добавьте к нему по каплям 10%-ный раствор серной кислоты. Что происходит? Отметьте изменения, происходящие при добавлении избытка серной кислоты. Напишите уравнение реакции.

Опыт 8. Получение кальциевой соли винной кислоты

В пробирку налейте 1 мл 5%-ного раствора винной кислоты и добавьте по каплям 10%-ный раствор аммиака до нейтральной реакции по лакмусу. Затем прилейте небольшое количество 5%-ного раствора хлорида кальция. Появляется осадок труднорастворимой кальциевой соли винной кислоты. Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции образования средней соли винной кислоты.

Опыт 9. Взаимодействие соли винной кислоты с гидроксидом меди (II)

К 1 мл 35%-ного раствора сегнетовой соли добавьте 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и при встряхивании по каплям добавьте 5%-ный раствор сульфата меди (II). От каждой капли вначале получается осадок голубого цвета – гидроксид меди (II), при встряхивании он растворяется. Как изменяется окраска раствора?

Винная кислота содержит две гидроксильные группы и способна в щелочном растворе образовывать комплексные соединения типа алкоголятов с гидроксидом меди (II) подобно многоатомным спиртам. Щелочной раствор комплексного соединения двухвалентной меди с солью винной кислоты называют фелинговой жидкостью. Она легко окисляет многие альдегиды. Фелингову жидкость широко используют для качественного и количественного анализа восстанавливающих сахаров.

Напишите уравнения реакций: образования гидроксида меди (II) и взаимодействия сегнетовой соли с гидроксидом меди (II).

Опыт 10. Получение цитрата кальция

Налейте в пробирку 1 мл 5%-ного раствора лимонной кислоты и добавьте по каплям 10%-ный раствор аммиака до нейтральной реакции по лакмусу. После этого прилейте 1 мл 5%-ного раствора хлорида кальция и осторожно нагрейте реакционную смесь до кипения. Выпадает осадок цитрата кальция. проверьте растворимость данной соли в горячей и холодной воде.

Напишите уравнение реакции образования цитрата кальция (средней соли).

Опыт 11. Разложение лимонной кислоты при нагревании с концентрированной серной кислотой (Тяга!)

В сухую пробирку с изогнутой газоотводной трубкой поместите около 1 г кристаллической лимонной кислоты, прилейте 2 мл концентрированной серной кислоты, затем укрепите пробирку в лапке штатива. Осторожно нагрейте реакционную смесь. Подожгите у отверстия газоотводной трубки выделяющийся газ, он горит характерным голубоватым пламенем. Какой это газ? Затем опустите конец газоотводной трубки в пробирку с известковой водой. Происходит ли ее помутнение? После этого опустите конец газоотводной трубки в пробирку, где находится заранее подготовленный щелочной раствор йода (к 2 мл раствора йода в йодиде калия по каплям добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия до почти полного обесцвечивания раствора йода). Образуется осадок со специфическим запахом. Что это за осадок?

Напишите уравнение реакции разложения лимонной кислоты при нагревании ее с концентрированной серной кислотой. Какие продукты при этом получают? Напишите, какие продукты образуются при декарбонизации ацетондикарбоновой кислоты. Напишите также уравнение реакции образования йодоформа из ацетона.

Опыт 12. Декарбоксилирование салициловой кислоты

В сухую пробирку поместите несколько кристаллов салициловой кислоты. Закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку, содержащую 3 мл насыщенного раствора гидроксида кальция. Нагрейте первую пробирку. Происходят ли изменения во второй пробирке? Напишите уравнение реакции.

Опыт 13. Гидролиз ацетилсалициловой кислоты

В пробирку поместите несколько кристаллов ацетилсалициловой кислоты и добавьте 10 капель воды при встряхивании до полного их растворения. Разделите раствор на две пробирки. В первую пробирку прибавьте 1 мл 1%-ного раствора хлорида железа (III). Раствор во второй пробирке прокипятите в течение 30 сек на небольшом пламени спиртовки, охладите и прибавьте 1 мл 1%-ного раствора хлорида железа (III). Что происходит?

Напишите уравнение реакции гидролиза ацетилсалициловой кислоты. Как экспериментально доказать наличие одного из продуктов реакции гидролиза?

Опыт 14. Бромирование салициловой кислоты

В фармацевтической практике эта реакция лежит в основе броматометрического метода определения салициловой кислоты.

В пробирку поместите 2 лопаточки салициловой кислоты и 1 мл воды. К полученному раствору медленно по каплям прибавляйте бромную воду. Уже после прибавления первой капли выпадает белый осадок малорастворимой и неокрашенной 3,5-дибромосалициловой кислоты. Что происходит при добавлении еще 12–13 капель бромной воды? С чем это связано?

Реакционную смесь осторожно прокипятите в течение 1 мин для удаления избытка брома. Осадок при этом растворяется. После охлаждения раствора он выпадает вновь. Добавьте к реакционной смеси 5 капель 10%-ного раствора иодида калия и 10 капель бензола. Как изменяется окраска при встряхивании бензольного слоя? Почему?

Напишите уравнение реакции образования 3,5-дибромосалициловой кислоты. По какому механизму протекает эта реакция? Напишите уравнение реакции образования трибромофенола из 3,5-дибромосалициловой кислоты. Напишите уравнение окислительно-восстановительной реакции, протекающей при прибавлении иодида калия.

Лабораторная работа №24

КЕТОКИСЛОТЫ. АЦЕТОУКСУСНЫЙ ЭФИР

Цель: Закрепить представление о химических свойствах оксокислот и ацетоуксусного эфира

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, фильтровальная бумага, химические воронки, пинцеты, скальпель, стаканы химические (50-100 мл), лёд, изогнутые газоотводные трубки, предметные стекла, микроскоп, стеклянные палочки.

Реактивы: 5%-ный раствор молочной кислоты, 1%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор карбоната натрия, 2%-ный и 10%-ный растворы гидроксида натрия, уксусная кислота, гидросульфит натрия (насыщ. раствор), 10%-ный раствор нитропруссиды натрия, ацетоуксусный эфир (свежеперегнанный), 2%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор серной кислоты, известковая вода (насыщ. раствор), 10%-ный раствор соляной кислоты, натрия (метал.), бромная вода, бумага Конго, лакмусовая бумага (красная).

Опыт 1. Получение пировиноградной кислоты окислением молочной кислоты

В пробирку налейте 3 мл 5%-ного раствора молочной кислоты и добавьте по каплям при встряхивании 10%-ный раствор карбоната натрия до нейтральной реакции по лакмусу. Затем прилейте 2 мл 1%-ного раствора перманганата калия и смесь нагрейте до кипения. В условиях опыта молочная кислота окисляется до пировиноградной кислоты. Напишите уравнение реакции.

Содержимое пробирки отфильтруйте. Пировиноградную кислоту обнаруживают в фильтрате качественными реакциями на карбонильную группу (с гидросульфитом натрия и нитропруссидом натрия). Фильтрат оставьте для дальнейших опытов.

Опыт 2. Взаимодействие пировиноградной кислоты с нитропруссидом натрия

В пробирку налейте 1 мл фильтрата из опыта 1, 1 каплю 10%-ного раствора нитропруссиды натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ и 1 каплю 10%-ного раствора гидроксида натрия. Проследите за последовательными изменениями окраски раствора в пробирке. Затем прибавьте 1 каплю ледяной уксусной кислоты. Отметьте окраску содержимого пробирки.

Опыт 3. Взаимодействие пировиноградной кислоты с гидросульфитом натрия

На предметное стекло поместите 1 каплю насыщенного раствора гидросульфита натрия и добавьте 1 каплю фильтрата. Размешайте стеклянной палочкой и наблюдайте появление кристаллов продукта присоединения гидросульфита натрия к пировиноградной кислоте. Поместите предметное стекло под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов при увеличении в 120 раз.

Напишите уравнение реакции с гидросульфитом натрия.

Опыт 4. Свойства ацетоуксусного эфира

Опыт 4.1. Реакция ацетоуксусного эфира с раствором гидроксида натрия

В пробирку налейте 1 мл ацетоуксусного эфира и по каплям при встряхивании добавьте 2%-ный раствор гидроксида натрия до полного растворения ацетоуксусного эфира. Напишите схему таутомерных превращений ацетоуксусного эфира и уравнение реакции его с гидроксидом натрия. Какая форма ацетоуксусного эфира – кетонная или енольная – вступает в реакцию с гидроксидом натрия?

К полученному прозрачному раствору прилейте 10%-ный раствор соляной кислоты до кислой реакции по Конго. Ацетоуксусный эфир выделяется в виде маслянистого слоя. Напишите уравнение реакции.

Опыт 4.2. Получение натрийацетоуксусного эфира

В пробирку налейте 1 мл свежепрепегнанного ацетоуксусного эфира и бросьте в него небольшой кусочек (с четверть горошины) металлического натрия, очищенного от оксидной пленки и отжатого в фильтровальной бумаге. Когда весь натрий прореагирует, пробирку охладите в стакане с ледяной водой. В каком виде получается натрийацетоуксусный эфир?

Напишите уравнение реакции образования натрийацетоуксусного эфира.

Опыт 4.3. Реакция ацетоуксусного эфира с хлоридом железа (III) и бромом (кетто-енольная таутомерия ацетоуксусного эфира)

Растворите 1–2 капли ацетоуксусного эфира в 2 мл воды и прибавьте 1 каплю 2%-ного раствора хлорида железа (III). Какое окрашивание постепенно появляется? Чем это обусловлено? Добавьте несколько капель бромной воды. Что происходит? Добавьте повторно несколько капель бромной воды. Отметьте происходящие изменения. Объясните опыт. Напишите уравнение реакции ацетоуксусного эфира с бромом.

Опыт 4.4. Кетонное расщепление ацетоуксусного эфира

В пробирку налейте 1 мл ацетоуксусного эфира и 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты. Пробирку закройте пробкой с изогнутой газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку, содержащую 3 мл известковой воды. Реакционную смесь перемешайте встряхиванием и осторожно нагрейте до кипения. Что происходит? Выделяющийся газ пропустите через известковую воду? Происходит ли ее помутнение?

Затем отгоните несколько капель жидкости в пустую пробирку, охлаждаемую снаружи ледяной водой. Разделите содержимое на 2 пробирки.

К 1-ой пробирке добавьте 1 мл нитропруссид натрия. По образующейся окраске сделайте вывод о полученном веществе.

Во 2-ой пробирке проведите иодоформную пробу. Для чего добавьте в пробирку немного растертого в порошок иода и по каплям при встряхивании добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия до обесцвечивания иода. Происходит ли выпадение осадка?

Напишите уравнения реакций кетонного расщепления ацетоуксусного эфира и образования йодоформа из ацетона.

Лабораторная работа № 25

АМИНОКИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах аминокислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, штатив, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, пинцет, скальпель, фильтровальная бумага, стеклянные палочки, асбестовая сетка.

Реактивы: 0,1%-ный и конц. растворы соляной кислоты, индикаторы: Конго, метиловый красный, метиловый оранжевый, лакмус, фенолфталеин, 0,1%-ный и 10%-ный раствор гидроксида натрия, формалин, сульфат меди (крист.), 0,1%-ный раствор нингидрина в ацетоне, 5%-ный раствор нитрита натрия, азотная кислота (конц.), раствор аммиака (конц.), 10%-ный раствор ацетата свинца, 1%-ный раствор аланина, 1%-ный раствор тирозина, 1%-ный раствор глицина, 1%-ный раствор цистеина, (вместо аминокислот берем раствор белка: 1 часть белка + 9 частей воды), натрий (метал.), ϵ -капролактан, 25%-ный раствор серной кислоты, ацетон, кусочки ткани: шерсть, капрон, лавсан, нитрон.

Опыт 1. Амфотерные свойства α -аминокислот

В две пробирки поместите по 1 мл 1%-ного раствора аланина. В первую пробирку добавьте по каплям 0,1%-ную соляную кислоту, подкрашенную индикатором Конго в синий цвет, а во вторую пробирку добавьте по каплям 0,1%-ный раствор гидроксида натрия, подкрашенный фенолфталеином, до изменения окраски. Напишите уравнения реакций аланина с соляной кислотой и с гидроксидом натрия. О чем свидетельствует изменение окраски индикатора в каждой из пробирок?

Опыт 2. Отношение α -аминокислот к индикаторам

В три пробирки налейте по 1 мл 1%-ного раствора глицина и добавьте по 2 капли растворов индикаторов: в одну пробирку – метилового оранжевого, в другую метилового красного, в третью – лакмуса.

Меняется ли окраска индикаторов? Объясните результаты опыта.

Опыт 3. Реакция α -аминокислот с формальдегидом

Эта реакция носит название формольного титрования (метод Серенсена) и используется в количественном анализе аминокислот.

В пробирку поместите 2–3 мл 1%-ного раствора глицина и добавьте 1 мл индикатора метилового красного. Какую окраску приобретает раствор? Этот индикатор применяют для обнаружения в растворах кислот: в кислой среде в интервале рН 4,2–6,2 желтая окраска индикатора меняется на красную. Водный раствор глицина имеет нейтральную реакцию.

Добавьте к раствору глицина равный объем формалина. Что происходит с окраской раствора? Сделайте вывод о рН среды.

Напишите уравнения реакций глицина с 1 моль формальдегида (образование N-монооксиметиламиноуксусной кислоты) и с 2 моль формальдегида (образование N, N-диоксидиметиламиноуксусной кислоты).

Опыт 4. Образование комплексных солей меди (II)

В пробирку поместите около 2 мл 1%-ного раствора глицина. Добавьте на кончике лопаточки сульфата меди (II) и смесь нагрейте при встряхивании. Через 2–3 мин пробирку поставьте в штатив. После отстаивания раствора отметьте его окраску.

Отлейте примерно 1 мл раствора и добавьте к нему 1–2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия. Выпадает ли осадок гидроксида меди (II)?

Напишите уравнение реакции образования комплексной соли меди с глицином. Для каких классов соединений характерна реакция с солями меди (II)?

Опыт 5. Реакция α -аминокислот с нингидрином

Реакция с нингидрином очень чувствительна. Ее применяют для качественного и количественного анализа α -аминокислот.

В пробирку поместите 2 мл 1%-ного раствора глицина и 2 капли 0,1%-ного раствора нингидрина. Содержимое пробирки нагрейте до появления окрашивания. Укажите цвет раствора. Напишите уравнение реакции.

Опыт 6. Взаимодействие с азотистой кислотой

Аминокислоты, как и первичные амины, реагируют с азотистой кислотой с выделением азота. Эту реакцию используют для количественного определения аминокислот.

В пробирку поместите по 2 мл 1%-ного раствора глицина и 5%-ного раствора нитрита натрия. Добавьте 2 капли концентрированной соляной кислоты и осторожно взболтайте. Наблюдается выделение пузырьков газа.

Напишите уравнение реакции взаимодействия глицина с азотистой кислотой. Органические соединения каких классов будут мешать определению аминокислот этим методом?

Опыт 7. Ксантопротеиновая реакция

В пробирку поместите 2–3 мл 1%-ного раствора тирозина и 2 мл концентрированной азотной кислоты. Смесь нагрейте до изменения окраски. Пробирку охладите и добавьте концентрированный раствор аммиака или 10%-ный раствор гидроксида натрия до появления окрашивания. Отметьте цвет.

Напишите уравнение реакции взаимодействия тирозина с азотной кислотой. Какая аминокислота – тирозин или фенилаланин – легче вступает в данную реакцию? Почему при добавлении аммиака или щелочи происходит изменение окраски?

Опыт 8. Качественная реакция обнаружения цистеина

В пробирку поместите 2 мл 1%-ного раствора цистеина и 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия. Нагрейте смесь до кипения и добавьте 2 капли 10%-ного раствора ацетата свинца (II). Наблюдается выпадение осадка сульфида свинца (II). Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции взаимодействия цистеина с ацетатом свинца (II).

Опыт 9. Полимеризация ϵ -капролактама (Тяга!)

В сухую пробирку поместите небольшой кусочек (размером с рисовое зернышко) металлического натрия, отжатого от керосина в фильтровальной бумаге и 2 г ϵ -капролактама. Пробирку с реакционной смесью нагрейте над пламенем спиртовки в течение 10–15 мин до образования вязкой расплавленной массы. В процессе нагревания реакционную смесь не перемешивайте, так как в противном случае продукт может окислиться. После остывания в пробирке образуется прозрачная твердая смола – поликапролактама.

Напишите схему полимеризации ϵ -капролактама.

Опыт 10. Свойства шерсти и синтетических волокон

В 4 пробирки налейте по 2 мл: концентрированной азотной кислоты, 25%-ного раствора серной кислоты, 10%-ного раствора гидроксида натрия, ацетона. В каждую пробирку поместите небольшой кусочек шерстяной ткани. Размешайте содержимое пробирок стеклянными палочками и оставьте в штативе. Через 2–3 мин отметьте изменения, которые произошли с образцами шерсти.

Опыт повторите, но вместо шерсти в пробирки внесите ткань из а) капрона, б) лавсана, в) нитрона.

Образцы ткани поместите на асбестовую сетку и осторожно нагрейте. Отметьте происходящие изменения, запах продуктов горения, характер пепла. Результаты опытов запишите в таблицу:

Ткань	Отношение к				
	HNO_3	H_2SO_4	NaOH	ацетону	нагреванию
Шерсть					
Капрон					
Нитрон					
Лавсан					

Лабораторная работа №26

ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах биологически важных гетероциклических соединений

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, стеклянная палочка, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, фарфоровая ступка, фарфоровая чашка, колба Вюрца, предметные стекла, микроскоп, песчаная баня.

Реактивы: антипирин, амидопирин, пиридин, 1%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор серной кислоты, 5%-ный раствор нитрита натрия, 10%-ный раствор аммиака, 1%-ный раствор нитрата серебра, пикриновая кислота, 1%-ный раствор сульфата меди, 5%-ный раствор танина, 2%-ный раствор перманганата калия, 5%-ный раствор карбоната натрия, мочевиная кислота (крист.), 10%-ный раствор гидроксида натрия, насыщ. раствор хлорида аммония, кофеин, теобромин, теофиллин, 5%-ный раствор хлорида кобальта (II), табак (махорка), 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина, 1%-ный раствор гидрохлорида хинина, раствор йода в иодиде калия, бромная вода, известь, соляная кислота (конц.), хинолин, иодистый метил, красная лакмусовая бумага.

Опыт 1. Качественные реакции обнаружения антипирина

В каждой из двух пробирок растворите несколько кристаллов антипирина в 1–2 мл воды. В первую пробирку добавьте 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III), во вторую – 1 каплю 10%-ного раствора серной кислоты и 1 каплю 5%-ного раствора нитрита натрия. В пробирках наблюдается характерное окрашивание. Отметьте цвет.

Напишите уравнение реакции взаимодействия антипирина с азотистой кислотой.

Опыт 2. Качественные реакции обнаружения амидопирина

В каждой из трех пробирок растворите несколько кристаллов амидопирина в 2–3 мл воды. В первую пробирку добавьте 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III), во вторую – 1 каплю 10%-ного раствора серной кислоты и 1 каплю 5%-го раствора нитрита натрия, в третью – реактив, состоящий из 1 капли 1%-ного раствора нитрата серебра и 3 капель 10%-ного раствора аммиака (реактив предварительно приготовьте в отдельной пробирке). В первой и во второй пробирках появляется характерное окрашивание. Что происходит в 3-ей пробирке?

С помощью каких реагентов можно окислить амидопирин? Объясните, можно ли по результатам реакций с хлоридом железа (III) и азотистой кислотой отличить антипирин от амидопирина?

Опыт 3. Основные свойства пиридина

В пробирку налейте 1 мл пиридина и 5 мл воды. Пиридин хорошо растворяется в воде. Каплю полученного водного раствора пиридина нанесите на полоску красной лакмусовой бумаги. Что происходит? По окраске лакмусовой бумаги сделайте вывод о характере основных свойств пиридина.

К капле пиридина осторожно прибавьте концентрированную соляную кислоту. Что наблюдается? Добавьте в пробирку воду. Что происходит?

Напишите уравнение реакции пиридина с соляной кислотой.

Опыт 4. Цветная реакция с гидроксидом железа (III)

В пробирку налейте 1 мл водного раствора пиридина и добавьте 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III). Как окрашен выпавший осадок? Напишите уравнение реакции пиридина с хлоридом железа (III).

Опыт 5. Образование пикрата пиридина

В пробирку налейте 1 мл водного раствора пиридина и добавьте 2–3 мл насыщенного раствора пикриновой кислоты. Встряхивайте пробирку в течение 5–10 мин. Отметьте форму, образующихся кристаллов. Часть кристаллов поместите на предметное стекло и рассмотрите их форму под микроскопом.

Опыт 6. Образование комплексных солей

К 1 мл водного раствора пиридина осторожно по стенкам пробирки добавьте 1 каплю 1%-ного раствора сульфата меди. Сначала получается голубой осадок гидроксида меди (II), быстро растворяющийся с образованием комплексного соединения меди с пиридином. Отметьте цвет образующегося соединения. Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Образование четвертичных аммониевых солей пиридина

К нескольким каплям пиридина добавьте равный объем иодистого метила. Слегка нагрейте пробирку на водяной бане. Что происходит?

Напишите уравнение реакции взаимодействия пиридина с метилиодидом.

Опыт 8. Осаждение раствором танина

В пробирку поместите 2 мл водного раствора пиридина и добавьте 4–5 капель 5%-ного раствора танина. Отметьте окраску выпавшего осадка.

Опыт 9. Отношение пиридина к окислению

В пробирку поместите по 1 мл водного раствора пиридина, 2%-ного раствора перманганата калия и 5%-ного раствора карбоната натрия. Содержимое пробирки тщательно встряхните и нагрейте до кипения. Происходит ли обесцвечивание раствора перманганата калия?

Объясните устойчивость пиридина к окислению. Каким критериям ароматичности удовлетворяет молекула пиридина.

Опыт 10. Кислотные свойства мочевой кислоты

Трудно растворимые в воде моновалентная и аммониевые соли мочевой кислоты являются компонентами мочевых камней.

В пробирку поместите на кончике лопаточки мочевую кислоту и при встряхивании добавьте 5–6 капель воды. Мочевая кислота плохо растворяется в воде. К полученной взвеси добавьте 1 каплю 10%-ного раствора гидроксида натрия. Что происходит? Какое вещество образуется? К этому раствору добавьте 1 каплю насыщенного раствора хлорида аммония. Отметьте изменения.

Напишите уравнение реакции взаимодействия мочевой кислоты с гидроксидом натрия. Приведите строение образующегося при добавлении хлорида аммония нерастворимого вещества. Какая таутомерная форма мочевой кислоты принимает участие в образовании солей?

Опыт 11. Мурексидная проба

Небольшое количество мочевой кислоты (на кончике лопаточки) поместите в фарфоровую чашку и добавьте 2–3 капли концентрированной азотной кислоты (Тяга!). Осторожно упарьте полученную смесь досуха на песчаной бане или на

сетке, нагревая пламенем спиртовки. После остывания образовавшегося желтовато-розового остатка прибавьте к одной части остатка каплю аммиака, а к другой – каплю гидроксида натрия. Отметьте окрашивание в обоих случаях.

Опыт 12. Качественная реакция обнаружения метилированных ксантинов

С помощью реакций с хлоридом кобальта (II) можно отличить кофеин, теобромин и теофиллин друг от друга. Эта качественная реакция внесена в ГФ и используется для анализа алкалоидов пуринового ряда.

Возьмите три пробирки. В первую поместите несколько кристалликов кофеина, во вторую – теобромину, в третью – теофиллина. В каждую пробирку добавьте 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия и встряхивайте в течение 2 мин, а затем внесите по 2 капли 5%-ного раствора хлорида кобальта (II). Отметьте окраску осадков, выпавших во второй и третьей пробирках.

Опыт 13. Получение раствора никотина из табака

Содержание в листьях табака никотина в виде соли с лимонной кислотой достигает 8%. Никотин применяют в сельском хозяйстве как инсектицид, в ветеринарии – при лечении чесотки. В медицине никотин из-за высокой токсичности (отравление при курении может наступить от 1–4 мг никотина) не используют, но он имеет практическое значение как исходное вещество для получения никотиновой кислоты и ее производных.

В фарфоровой ступке тщательно разотрите 5 г табака (махорки) с 1 г извести и 2 мл воды. Полученную кашицу перенесите в колбу Вюрца, добавьте 35–40 мл воды и отгоните 15–20 мл жидкости. Отметьте характерный запах отгона (запах никотина). Полученный отгон используйте для проведения опытов 14 и 15.

Опыт 14. Основные свойства никотина

В пробирку к 2–3 каплям раствора никотина, полученного в опыте 12, добавьте 1 каплю 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Происходит изменение окраски индикатора.

Напишите уравнение реакции, доказывающей наличие у никотина основных свойств.

Опыт 15. Общие реакции на алкалоиды

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора гидрохлорида хинина и 5 капель воды. Возьмите два предметных стекла. На одно из них с помощью пипетки нанесите из пробирки трижды по 1 капле раствора гидрохлорида хинина, расположив их на некотором расстоянии друг от друга. На другое стекло таким же образом нанесите 1–2 капли водного раствора никотина, полученного в опыте 12. На каждом стекле рядом с первой каплей поместите 1 каплю раствора йода в иодиде калия, со второй – 1 каплю 5%-ного раствора танина, с третьей – 1 каплю насыщенного раствора пикриновой кислоты. В местах соприкосновения капель появляются кристаллы, имеющие характерную окраску. Какую? Часть кристаллов пикрата никотина перенесите на предметное стекло и рассмотрите их форму под микроскопом.

Опыт 16. Реакция обнаружения хинина

В результате окисления хинина бромной водой и последующей конденсации продукта окисления с аммиаком образуется талейохин, имеющий зеленую окраску. Эта реакция используется как качественная для обнаружения хинина и называется *талейохинной пробой*.

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора гидрохлорида хинина, добавьте 5 капель воды, 2 капли насыщенного раствора брома в воде, а затем 1 каплю 10%-ного раствора аммиака. Появляется интенсивное зеленое окрашивание.

Напишите уравнения протекающих реакций при добавлении к раствору гидрохлорида хинина бромной воды, а затем раствора гидроксида аммония. Чем обусловлено появление интенсивной окраски раствора?

Опыт 17. Основные свойства хинолина

При встряхивании налейте в пробирку 1 мл хинолина и 6 мл воды. Полного растворения не наблюдается. Прибавьте соляную кислоту, хинолин растворяется полностью. Затем прибавьте несколько капель раствора гидроксида натрия, при этом выделяется хинолин. Какие можно сделать выводы об основных свойствах хинолина?

Опыт 18. Образование пикрата хинолина

К 2 мл насыщенного раствора пикриновой кислоты прибавьте 0,5 мл раствора хинолина. Что наблюдается?

Опыт 19. Окисление хинолина

К 1 мл водного раствора хинолина прибавьте по 1 мл 2%-ного раствора перманганата калия и 5%-ного раствора карбоната натрия. Содержимое пробирки тщательно встряхните. Происходит ли обесцвечивание раствора и выпадение бурого осадка?

Опыт 20. Образование четвертичных аммониевых солей хинолина

В пробирку налейте несколько капель хинолина и осторожно при встряхивании добавьте равный объем иодистого метила. Что происходит? Если реакция долго не начинается, следует слегка нагреть пробирку на водяной бане.

Напишите уравнение реакции взаимодействия хинолина с метилиодидом.

Лабораторная работа №27

МОНОСАХАРИДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах углеводов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, вата, предметное стекло, аппарат Киппа, кипятильники.

Реактивы: 1%-ный, 3%-ный, 5%-ный и 20%-ный растворы D-глюкозы, 10%-ный и 30%-ный растворы гидроксида натрия, 2%-ный и 10%-ный растворы сульфата меди (II), 10%-ный раствор хлорида кальция, известковая вода, 5%-ный раствор нитрата серебра, 10%-ный раствор аммиака, 1%-ный раствор D-фруктозы, 10%-ный раствор серной кислоты, 1%-ный раствор резорцина, медно-аммиачный раствор, 2 н и конц. растворы соляной кислоты, реактив Фелинга, бромная вода, 10%-ный раствор формальдегида, фуксинсернистая кислота, раствор уксуснокислого фенолгидразина, 5%-ный раствор меда, этиловый спирт, 5%-ный раствор α -нафтола, анилинфталатный реактив, 1%-ный раствор и крист. арабиноза (или другая пентоза), анилин, уксусная кислота, орциновый реактив, амиловый спирт.

Опыт 1. Доказательство наличия диольного фрагмента в глюкозе

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора D-глюкозы, 6 капель 10%-ного раствора гидроксида натрия и добавьте 1 каплю 2%-ного раствора сульфата меди (II). Что происходит? Какое вещество образуется? Сохраните его для следующего опыта.

Эта реакция доказывает присутствие в молекуле глюкозы нескольких гидроксильных групп; она характерна для многоатомных спиртов. Опыт повторите, но вместо раствора глюкозы используйте 1%-ный раствор фруктозы.

Напишите уравнение реакции глюкозы с гидроксидом меди (II).

Опыт 2. Окисление глюкозы щелочным раствором гидроксида меди (II)

К 4–5 мл 3%-ного раствора глюкозы прилейте 2–3 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия и 0,5 мл 2%-ного раствора сульфата меди (II). Пробирку нагрейте. Опишите происходящие явления. Напишите уравнение реакции.

Опыт 3. Реакция моносахаридов с гидроксидом кальция

К 2 мл 20%-ного раствора глюкозы добавьте по каплям при встряхивании известковое молоко. Что происходит? Прибавьте избыток взмученного известкового молока: в пробирке должен быть осадок, не исчезающий при встряхивании. Через 5 мин отфильтруйте 1 мл раствора и через прозрачный фильтрат пропустите медленный ток оксида углерода (IV) из аппарата Киппа. Что образуется? Что происходит при длительном пропускании оксида углерода (IV)? С чем это связано?

Напишите уравнения следующих реакций: образования глюкозата кальция и взаимодействия его с оксидом углерода (IV).

Опыт 4. Окисление моносахаридов гидроксидом меди (II) в щелочной среде

Эта реакция называется *пробой Троммера* и используется для открытия и количественного определения моносахаридов в растворах, в том числе и в биологических жидкостях.

В пробирке смешайте 4 мл 1%-ного раствора глюкозы и 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Затем по каплям при встряхивании добавьте 5%-ный раствор сульфата меди до появления не исчезающей при встряхивании мути. Избыток гидроксида меди (II) мешает реакции, так как при нагревании он теряет воду и превращается в оксид меди CuO черного цвета. Если же гидроксида меди (II) слишком мало, то не связанная им глюкоза при нагревании осмоляется, продукты осмоления темного цвета также маскируют реакцию.

Содержимое пробирки нагрейте до начинающегося кипения, так чтобы нагревалась лишь верхняя часть раствора, а нижняя оставалась для контроля. Что наблюдается в нагретой части раствора?

Опыт повторите, но вместо раствора глюкозы возьмите 1%-ный раствор фруктозы.

В условиях опыта одинаково легко окисляются гидроксидом меди (II) и альдозы (глюкоза), и кетозы (фруктоза). Чем это можно объяснить?

Напишите уравнение реакции окисления глюкозы в глюконовую кислоту гидроксидом меди (II).

Опыт 5. Окисление моносахаридов реактивом Фелинга

Налейте в две пробирки по 1,5–2 мл растворов моносахаридов: в одну пробирку – 1%-ный раствор глюкозы, в другую – 1%-ный раствор фруктозы. Затем в каждую пробирку добавьте равный объем реактива Фелинга, содержимое пробирок перемешайте и нагрейте верхнюю часть раствора до начинающегося кипения. Что наблюдается в верхней части жидкости в обеих пробирках? Что происходит с нижней частью раствора?

Реактивом Фелинга пользоваться удобнее, чем гидроксидом меди (II), так как при нагревании смеси его с раствором моносахарида не происходит образования черного осадка оксида меди (II), маскирующего красный цвет осадка оксида меди (I). Реакция с фелинговой жидкостью протекает быстрее и более четко. Этой реакцией широко пользуются для качественного и количественного анализа моносахаридов и для отличия восстанавливающих дисахаридов от невосстанавливающихся.

Что такое реактив Фелинга? Какое строение имеет этот реактив и как его готовят? Напишите уравнение реакции окисления глюкозы в глюконовую кислоту реактивом Фелинга.

Опыт 6. Окисление моносахаридов аммиачным раствором оксида серебра (реакция серебряного зеркала)

Сначала приготовьте аммиачный раствор гидроксида серебра. Для этого возьмите две пробирки и в каждую из них поместите 1 каплю 5%-ного раствора нитрата серебра, 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия и 3–4 капли 10%-

ного раствора аммиака до растворения образовавшегося осадка гидроксида серебра. Полученный раствор называется реактивом Толленса.

В первую пробирку добавьте 1 каплю 1%-ного раствора D-глюкозы, во вторую – 1 каплю 1%-ного раствора D-фруктозы. Обе пробирки нагрейте 5–10 мин в водяной бане нагретой до 70–80°C. Отметьте изменения, происходящие в пробирках. Сделайте вывод о протекании реакции. Во время нагревания пробирки нельзя встряхивать, иначе металлическое серебро выделится не на стенках пробирок, а в виде темного осадка. Чтобы получить хорошее зеркало, в пробирках предварительно кипятят 10%-ный раствор гидроксида натрия, затем их споласкивают дистиллированной водой.

При окислении моносахаридов в щелочной среде получается смесь продуктов, образующихся при глубоком расщеплении их молекул. Среди продуктов окисления глюкозы найдена и альдоновая (одноосновная) глюконовая кислота.

Напишите уравнения реакций: образования аммиачного раствора гидроксида серебра и окисления D-глюкозы до D-глюконовой кислоты аммиачным раствором гидроксида серебра.

Опыт 7. Окисление моносахаридов бромной водой. (Тяга!)

В две пробирки налейте по 3 мл бромной воды и добавьте по 0,5 мл 3%-ных растворов моносахаридов: в одну – глюкозу, в другую – фруктозу. Пробирки нагрейте в кипящей водяной бане в течение 15 мин. Если бурая окраска брома за это время не исчезнет, реакционные смеси кипятите до обесцвечивания на пламени спиртовки. После охлаждения к растворам добавьте по несколько капель 1%-ного раствора хлорида железа (III), окрашенного фенолом в фиолетовый цвет. Сравните окраску растворов в обеих пробирках.

Напишите уравнение реакции окисления глюкозы бромом в глюконовую кислоту. Какой моносахарид – глюкоза или фруктоза – легче окисляется в условиях опыта?

Опыт 8. Реакции фуксинсернистой кислоты с формальдегидом и глюкозой

В две пробирки налейте по 1,5 мл раствора фуксинсернистой кислоты. В одну пробирку прилейте 1,5 мл 10%-ного раствора формальдегида, в другую — 1,5 мл 10%-ного раствора глюкозы. Содержимое пробирок перемешайте. Отметьте изменения, происходящие в пробирках.

Почему глюкоза (и другие моносахариды) не дает некоторых реакций на карбонильные группы? Например, она не реагирует с фуксинсернистой кислотой и с гидросульфитом натрия.

Опыт 9. Получение озаонов

Смешайте в пробирке 2,5 мл 5%-ного раствора глюкозы и 2,5 мл раствора уксуснокислого фенолгидразина. Пробирку с реакционной смесью поместите на 20–30 мин в кипящую водяную баню. Выпадает осадок глюкозона, при встряхивании и охлаждении реакционной смеси количество осадка увеличивается. Каплю жидкости с осадком перенесите пипеткой на предметное стекло и рас-



Рис. 54. Кристаллы озаона глюкозы.

смотрите форму кристаллов глюкозаона под микроскопом. Кристаллы имеют форму иголок, соединенных в снопы (рис 2). Уксуснокислый фенилгидразин легко гидролизуется так, что реакцию в глюкозой вступает свободный фенилгидразин.

Напишите уравнения следующих реакций: гидролиз уксуснокислого фенилгидразина, взаимодействие глюкозы с избытком фенилгидразина (три стадии). Какие гексозы дают такой же фенилозаон, как и глюкоза?

Опыт 10. Осмоление моносахаридов

В пробирке смешайте 1мл 5% раствора глюкозы и 1 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия, внесите в смесь кипятыльники и кипятите ее в течение 2–3 мин. При выполнении опыта необходимо соблюдать осторожность: реакционная смесь кипит толчками, ее может выбросить из пробирки. Какой цвет приобретает жидкость в процессе кипячения? После охлаждения подкислите реакционную смесь 10%-ным раствором серной кислоты. Что происходит? Отметьте запах.

При нагревании с концентрированным раствором щелочи моносахариды осмоляются и окисляются, образуется сложная смесь веществ. В ней содержатся продукты полимеризации и конденсации соединений, получающихся при распаде моноз, а также найдены молочная и муравьиная кислоты. Продукты осмоления содержат свободные гидроксильные группы, этим объясняется их растворимость в воде.

Опыт 11. Реакция Селиванова на кетогексозы

В две пробирки налейте по 1 мл 1%-ного раствора резорцина и концентрированной соляной кислоты, затем в одну пробирку прибавьте 2 капли 1%-ного раствора фруктозы, а в другую – 2 капли 1%-ного раствора глюкозы. Обе пробирки одновременно поместите в водяную баню с температурой воды 80°C и выдержите при этой температуре в течение 8 мин. Сравните окраску растворов в пробирках с глюкозой и с фруктозой. Объясните опыт.

Опыт 12. Обнаружение фруктозы в меде

Повторите опыт 11, но вместо раствора фруктозы возьмите 5%-ный раствор меда. Что происходит?

Опыт 13. Реакция Панова на фруктозу

Опыт проводят параллельно с растворами фруктозы и глюкозы.

В две пробирки налейте по 0,5 мл 3%-ных растворов моноз и по 5 мл смеси этилового спирта с концентрированной серной кислотой. Затем в пробирки налейте по 2–3 капли 5%-ного спиртового раствора α -нафтола. Жидкости перемешайте и нагрейте в кипящей водяной бане в течении 5–8 мин. В какой пробирке появляется окрашивание?

Опыт 14. Цветная реакция с анилинфталатом

В пробирку налейте 1мл 1%-ного раствора глюкозы и добавьте 2 капли анилинфталатного реактива. Смесь встряхните и нагрейте на кипящей водяной бане. Через 3–5 мин отметьте окраску раствора. Реакцию повторите с 1%-ным раствором арабинозы (или другой пентозы). Отметьте, какую окраску дают альдопентозы.

Опыт 15. Реакция на пентозы с уксуснокислым анилином

В пробирку поместите несколько крупинок арабинозы (или другой пентозы) и прилейте 2 мл раствора соляной кислоты. На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли анилина и 1–2 капли уксусной кислоты. Затем эту бумажку поднесите к отверстию пробирки со смесью арабинозы с соляной кислотой и прогрейте реакцию смесь. Что происходит с бумажкой?

При нагревании пентоз с соляной кислотой происходит их дегидратация и образование фурфурола. Фурфурол конденсируется с анилином, образуя окрашенные соединения.

Напишите уравнение реакции дегидратации (образование фурфурола) L-арабинозы.

Опыт 16. Открытие пентоз орциновым реактивом (реакция Биаля)

Смешайте в пробирке 1 мл 0,1%-ного раствора арабинозы с 2 мл орцинового реактива. Смесь прокипятите 1–2 мин. Что наблюдается? После охлаждения в пробирку добавьте 0,5 мл амилового спирта и энергично встряхните содержимое пробирки. Окрашенные вещества экстрагируются амиловым спиртом.

При нагревании в кислой среде пентозы дегидратируются и превращаются в фурфурол, который конденсируется с орцином (5-метилрезорцином) в присутствии следов хлорида железа (III). Продукты конденсации окрашены. Гексозы (глюкоза, фруктоза и др.) с орциновым реактивом дают коричневое окрашивание.

Опыт 17. Реакция на пентозы с уксуснокислым анилином

В пробирку поместите несколько крупинок арабинозы (или другой пентозы) и прилейте 2 мл раствора соляной кислоты (1:1). На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли анилина и 1–2 капли уксусной кислоты. Затем эту бумажку поднесите к отверстию пробирки со смесью арабинозы с соляной кислотой и прокипятите реакцию смесь. Отметьте окрашивание, которое появляется через 1–2 мин.

При нагревании пентоз с соляной кислотой происходит их дегидратация и образование фурфурола. Фурфурол конденсируется с анилином, образуя окрашенные соединения.

Лабораторная работа №28

ДИ- и ПОЛИСАХАРИДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах углеводов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, штатив для пробирок, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, вата, стаканы или колбы (25, 50 мл), мерные цилиндры, химические воронки, стеклянные палочки, фильтровальная бумага, предметные стекла, микроскоп, фарфоровые чашки.

Реактивы: 1%-ный, 10%-ный и 20%-ный растворы сахарозы, 1%-ный и 5%-ный растворы лактозы (или мальтозы), известковое молоко (свежеприготовленное), 5%-ный, 10%-ный и 40%-ный растворы гидроксида натрия, 5%-ный раствор сульфата меди, лактоза (безводная), ацетат натрия (безводный), реактив Фелинга, уксусная кислота, молоко разбавленное водой в объемном соотношении 1:1, раствор уксуснокислого фенолгидразина, 5%-ный раствор сульфата никеля, 5%-ный раствор сульфата кобальта, крахмал (или целлюлоза), сахароза (или глюкоза), 15%-ный спиртовой раствор α -нафтола, 10%-ный, 25%-ный, 80%-ный и конц. растворы серной кислоты, конц. азотная кислота, 1%-ный крахмальный клейстер, 1%-ный раствор гликогена, разбавленный раствор иода в иодиде калия (светло-желтого цвета), медно-аммиачный раствор (реактив Швейцера), анилин, ацетон, 5%-ный раствор аммиака, фенолфталеиновая индикаторная бумага, древесные опилки, волокна: вязкое, ацетатное, хлопковое (вата).

Опыт 1. Получение сахара кальция

В небольшой стакан (25–50 мл) налейте 5–7 мл 20%-ного раствора сахарозы и по каплям при перемешивании добавьте свежеприготовленное известковое молоко. Гидроксид кальция растворяется в растворе сахарозы. Затем прилейте избыток известкового молока (3–4 мл), перемешайте реакцию смесь стеклянной палочкой и оставьте ее на 5–7 мин. Затем отфильтруйте в пробирку раствор, в котором содержатся растворимые на холоде сахара кальция. Нагрейте фильтр до кипения. Что при этом происходит?

Охладите реакцию смесь в стакане с ледяной водой. Что происходит? Способность сахарозы давать растворимые сахара кальция используется в промышленности для очистки сахара при выделении его из сахарной свеклы.

Опыт 2. Реакция дисахаридов с гидроксидом меди (II) в щелочном растворе

В пробирке смешайте 1,5 мл 1%-ного раствора сахарозы и 1,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. В другой пробирке смешайте такие же количества 1%-ного раствора лактозы (или мальтозы) и 10%-ного раствора щелочи. Затем в каждую пробирку по каплям добавьте 5%-ный раствор сульфата меди. Образующийся вначале бледно-голубой осадок гидроксида меди (II) при встряхивании растворяется. Какую окраску приобретают растворы? С чем это связано?

Напишите уравнение реакции образования моносахарата меди (II), получившегося при взаимодействии сахарозы с гидроксидом меди (II). Какой вывод можно сделать из этого опыта?

Опыт 3. Реакция дисахаридов с реактивом Фелинга

В три пробирки налейте по 1,5–2 мл 1%-ных растворов сахарозы, мальтозы и лактозы. Затем в каждую пробирку добавьте равный объем реактива Фелинга. Жидкости перемешайте и нагрейте в пламени спиртовки верхнюю часть растворов до начинающегося кипения. Нижняя часть растворов не должна нагреваться.

Во всех ли пробирках появляется красный осадок оксида меди (I)? Объясните результаты опыта. Напишите уравнения реакций с гидроксидом меди (II) для тех дисахаридов, которые дают положительную реакцию с реактивом Фелинга.

Опыт 4. Обнаружение лактозы в молоке

В небольшой химический стакан емкостью 25 мл налейте 5–7 мл молока, разбавленного водой (1:1), и добавьте к нему несколько капель уксусной кислоты при перемешивании смеси стеклянной палочкой. В кислой среде белок свертывается и выпадает в виде хлопьев.

Осадок отфильтруйте и отбросьте. Фильтрат нейтрализуйте 10%-ным раствором гидроксида натрия до слабощелочной реакции по индикаторной фенолфталеиновой бумажке. Раствор щелочи добавляйте по каплям при перемешивании жидкости стеклянной палочкой. Отлейте 2 мл полученного щелочного раствора и добавьте к нему 2 мл реактива Фелинга. Смесь перемешайте и нагрейте верхнюю часть раствора до начинающегося кипения.

Меняется ли окраска раствора? Объясните опыт и напишите уравнение реакции.

Опыт 5. Получение озазонов мальтозы и лактозы

В две пробирки налейте по 2,5 мл 1%-ных растворов мальтозы и лактозы. В каждую пробирку добавьте по 2,5 мл раствора уксуснокислого фенилгидразина. Пробирки с реакционной смесью поместите на 20–30 мин в кипящую водяную баню. Выпадают осадки озазонов. Кристаллы озазонов мальтозы и лактозы рассмотрите в микроскоп. Какую форму имеют кристаллы озазона мальтозы и озазона лактозы? Форму кристаллов зарисуйте.

Напишите уравнения реакций образования озазонов мальтозы и лактозы.

Опыт 6. Осмоление восстанавливающих дисахаридов

В три пробирки налейте по 1,5 мл 1%-ных растворов мальтозы, лактозы, сахарозы. В каждую пробирку добавьте равный объем 40%-ного раствора гидроксида натрия, внесите кипятыльники и затем прокипятите полученные растворы в течение нескольких минут. (*Осторожно, щелочные жидкости кипят толчками!*). Отметьте, как меняется окраска в пробирках с восстанавливающими дисахаридами (мальтозой и лактозой) и с невосстанавливающим дисахаридом (сахарозой). При нагревании восстанавливающих дисахаридов с концентрированным раствором щелочи образуется сложная смесь продуктов – происходит осмоление.

Опыт 7. Отсутствие восстановительной способности у сахарозы

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора сахарозы и 6 капель 10%-ного раствора гидроксида натрия. Смесь разбавьте 5–6 каплями воды и добавьте

1 каплю 2%-ного раствора сульфата меди (II). Образуется прозрачный раствор комплексной соли меди (II) с сахарозой. Какую окраску имеет раствор?

Разделите раствор по двум пробиркам. Одну из них нагрейте до кипения, но не кипятите. Происходит ли изменение окраски раствора (сравните с пробиркой, которую не нагревали)?

Опыт 8. Реакции сахарозы с сульфатами никеля и кобальта

В две пробирки налейте по 3 мл 10%-ного раствора сахарозы и по 1 мл 5%-ного раствора гидроксида натрия. Затем в одну пробирку добавьте несколько капель 5%-ного раствора сульфата кобальта, в другую – несколько капель 5%-ного раствора сульфата никеля. Отметьте изменение окраски в обеих пробирках.

Опыт 9. Реакция углеводов с α -нафтолом (реакция Молиша)

В две пробирки налейте по 1 мл воды и внесите небольшое количество углеводов: в одну пробирку – сахарозу (или глюкозу), в другую – крахмал (или целлюлозу). Затем в каждую пробирку добавьте по 1–2 капли 15%-ного спиртового раствора α -нафтола и, наклонив пробирку, по стенкам из пипетки осторожно прилейте по 1 мл концентрированной серной кислоты. Образуются два слоя: внизу – серная кислота, сверху – водный слой. Что наблюдается через некоторое время на границе двух слоев? Отметьте происходящие изменения.

Реакция с α -нафтолом – качественная реакция на углеводы. При взаимодействии с концентрированной серной кислотой углеводы разлагаются, наряду с другими продуктами разложения образуется фурфурол и его производные; они конденсируются с α -нафтолом с образованием окрашенных продуктов.

Напишите уравнение реакции дегидратации D-глюкозы (образование оксиметилфурфуола).

Опыт 10. Реакция высших полисахаридов с реактивом Фелинга

В две пробирки налейте по 1–1,5 мл 1%-ного крахмального клейстера и 1%-ного раствора гликогена. В каждую пробирку добавьте равный объем реактива Фелинга. Жидкости перемешайте и нагрейте верхнюю часть растворов до начинающегося кипения.

Изменяется ли окраска растворов? Объясните опыт.

Опыт 11. Реакция на пентозаны (Тяга!)

В пробирку внесите сухие древесные опилки (высота слоя 1 см) и добавьте соляную кислоту (1:1) в таком количестве, чтобы она покрыла опилки. На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли анилина и 1–2 капли ледяной уксусной кислоты (в то же пятно). Смоченную уксуснокислым анилином фильтровальную бумагу поднесите к отверстию пробирки и прокипятите смесь опилок с соляной кислотой. Как окрашивает фильтровальную бумагу фурфурол, содержащийся в выделяющихся парах?

Опыт 12. Реакция с иодом

В две пробирки налейте по 1 мл 1%-ного крахмального клейстера и 1%-ного раствора гликогена. Затем в каждую пробирку добавьте по несколько капель

сильно разбавленного водой раствора иода в иодиде калия. Что наблюдается в пробирке с крахмалом? Нагрейте пробирку и отметьте изменение окраски. Охладите пробирку и опять проследите за изменением окраски. Какую окраску имеет пробирка с гликогеном?

Иодкрахмальная реакция применяется в аналитической химии для открытия как крахмала, так и иода. Крахмал широко применяется в качестве индикатора в иодометрии.

Опыт 13. Кислотный гидролиз крахмала

В коническую колбу емкостью 50 мл налейте 20–25 мл 1%-ного крахмального клейстера и 3–5 мл 15%-ного раствора серной кислоты. В 7–8 пробирок налейте по 1 мл сильно разбавленного водой раствора иода в иодиде калия (светло-желтого цвета). Пробирки поставьте в штатив. В первую пробирку внесите 1–3 капли подготовленного для опыта раствора крахмала. Отметьте образовавшуюся окраску. Затем колбу нагрейте на асбестовой сетке небольшим пламенем спиртовки. Через 30 сек после начала кипения отберите пипеткой вторую пробу раствора, которую внесите во вторую пробирку с раствором иода. После встряхивания отметьте цвет раствора. В дальнейшем отбирайте пробы раствора через каждые 30 сек и вносите их в последующие пробирки с раствором иода. Отметьте постепенное изменение окраски растворов при реакции с иодом.

После того как реакционная смесь перестанет давать окраску с иодом, смесь прокипятите еще 2–3 мин, после чего ее охладите и нейтрализуйте 10%-ным раствором гидроксида натрия, добавляя его по каплям до щелочной реакции среды (появления розовой окраски на фенол-фталеиновой бумаге).

Часть щелочного раствора перелейте в пробирку, смешайте с равным объемом реактива Фелинга и нагрейте верхнюю часть жидкости до начинающегося кипения.

Выпадает ли красный осадок оксида меди (I)? Напишите уравнение реакции гидролиза крахмала, укажите промежуточные и конечные продукты. Объясните, почему в процессе гидролиза изменяется окраска гидролизата с иодом.

Опыт 14. Растворение целлюлозы в реактиве Швейцера

В пробирку налейте 5 мл медно-аммиачного раствора (реактива Швейцера), опустите в него очень маленький кусочек ваты (целлюлозы) и тщательно перемешайте содержимое пробирки стеклянной палочкой до полного растворения ваты. Получается вязкая прозрачная жидкость. Отметьте ее цвет. Вылейте ее тонкой струей в стакан, содержащий около 100 мл теплой воды, подкисленной 2–3 мл концентрированной серной кислоты. В виде чего выделяется целлюлоза из раствора?

Способностью целлюлозы растворяться в реактиве Швейцера пользуются при производстве медно-аммиачного искусственного шелка.

Опыт 15. Получение растительного пергамента (амилоида)

В три фарфоровые чашки налейте: в первую – 80%-ный раствор серной кислоты, во вторую – дистиллированную воду, в третью – 5%-ный раствор аммиа-

ка. В раствор серной кислоты опустите на 8–10 сек среднюю часть полоски фильтровальной бумаги (10×3 см), сухие концы бумаги держите в руках. Избыток кислоты быстро слейте в ту же фарфоровую чашку, промойте участок бумаги, обработанный кислотой, в воде, налитой во вторую чашку. Затем нейтрализуйте остатки кислоты разбавленным аммиаком. Просушите полученный пергамент между листами фильтровальной бумаги и сравните вид и прочность обработанного кислотой участка бумаги с необработанным. Нанесите каплю разбавленного раствора иода на обработанный кислотой участок бумаги. Какая получается окраска?

Опыт 16. Реакция целлюлозы со щелочью

В небольшой стакан налейте 40%-ный раствор гидроксида натрия и опустите в него полоску фильтровальной бумаги. Вторую полоску такого же размера опустите в стакан с водой (контрольный образец). Через 5–7 мин полоски бумаги выньте. Образец, который был в воде, отожмите в фильтровальной бумаге. Второй образец – из стакана с раствором гидроксида натрия – промойте водой (в стакане или фарфоровой чашке), затем 10%-ным раствором соляной кислоты и снова водой. Промытую полоску отожмите в фильтровальной бумаге. Когда обе бумажки высохнут, сравните их длину и плотность.

При обработке целлюлозы концентрированными растворами щелочей образуется «щелочная целлюлоза». В растворе щелочи целлюлоза сильно набухает, ее волокна становятся толще и короче. Что произошло с обработанной щелочью целлюлозой по сравнению с контрольной?

Опыт 17. Некоторые свойства хлопкового и искусственных волокон

Налейте в 4 пробирки по 1,5–2 мл: концентрированной азотной кислоты, 25%-ного раствора серной кислоты, 10%-ного раствора гидроксида натрия, ацетона. В каждую пробирку опустите небольшой кусочек вязкого волокна (или ткани). Размешайте содержимое пробирки стеклянной палочкой в течение 2–3 мин. Результаты опыта запишите в таблицу.

Опыт повторите с образцами ацетатного и хлопкового волокна.

Для определения отношения волокон к нагреванию поместите образцы исследуемых волокон на асбестовую сетку и подожгите их лучинкой. Результаты исследований запишите в таблицу:

Волокно	Отношение к действию				Характер горения
	HNO ₃ конц.	25% H ₂ SO ₄	10% NaOH	Ацетона	
Хлопковое					
Вискозное					
Ацетатное					

Лабораторная работа № 29

ДИАЗО- и АЗОСОЕДИНЕНИЯ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах диазо- и азосоединений

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, плоскодонные колбы (50 мл), стаканы (50 мл), мерные цилиндры, лед, термометр, фарфоровая чашка, кусочки белой ткани – шерстяной, шелковой, хлопчатобумажной.

Реактивы: анилин, *p*-толуидин, *m*-нитроанилин, 30%-ный раствор и кристалл. нитрит натрия, 5 н раствор и конц. серная кислота, 2 н раствор и конц. соляная кислота, иодкрахмальная бумага, 2%-ный раствор β -нафтола, 1 н раствор гидроксида натрия, метиловый оранжевый, 2 н раствор ацетата натрия, этиловый спирт.

Опыт 1. Диазотирование анилина

В небольшой конической колбе к 10 мл воды постепенно прилейте 3 мл концентрированной серной кислоты. К полученному раствору добавьте 2 мл анилина, при этом анилин должен раствориться, превращаясь в соль. Реакционную массу охладите, к выпавшей соли анилина добавьте кусочек льда и при перемешивании по каплям добавьте 5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия. Температура смеси не должна быть выше 5°C. Постепенно происходит растворение соли анилина и образование прозрачного раствора. После прибавления $\frac{2}{3}$ объема раствора нитрита натрия смесь при охлаждении оставьте на 1–2 мин и затем стеклянной палочкой отберите пробу реакционной массы и поместите ее на иодкрахмальную бумагу. Если бумага при этом не синееет, то добавьте еще раствор нитрита натрия, после чего опять сделайте иодкрахмальную пробу. Диазотирование прекратите, если иодкрахмальная проба показывает присутствие в реакционной смеси азотистой кислоты (посинение бумаги), не исчезающей после стояния смеси при перемешивании в течение нескольких минут.

Напишите уравнения реакции диазотирования анилина.

Опыт 2. Диазотирование *m*-нитроанилина

В стакане на 25 мл растворите 2 г *m*-нитроанилина в смеси 3 мл концентрированной серной кислоты и 5 мл воды при нагревании. Затем полученный раствор охладите во льду до 3–5°C. К выпавшему сульфату анилина прибавьте кусочек льда и прилейте постепенно при перемешивании в течение 4–5 мин 3,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия, проверяя при этом по конго кислотность среды. Смесь оставьте на 10 мин, а затем пробой с иодкрахмальной бумагой проверьте присутствие свободной азотистой кислоты. Для этого каплю раствора поместите на иодкрахмальную бумагу. Если она синееет, то диазотирование заканчивайте.

Напишите уравнения реакции диазотирования *m*-нитроанилина.

Опыт 3. Диазотирование *p*-толуидина

В стакане смешайте 3 мл концентрированной соляной кислоты с 7 мл воды. К полученному раствору добавьте 1,5 г *p*-толуидина и нагрейте до полного рас-

творения. Затем смесь охладите во льду, в стакан добавьте кусочек льда и при перемешивании по каплям прибавьте 2,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия. После приливания $\frac{1}{2}$ объема раствора нитрита натрия проверьте кислотность раствора по конго. Для этого стеклянной палочкой возьмите пробу из реакционной смеси и нанесите ее на иодкрахмальную бумагу. Если на бумаге не появляется сразу синее пятно, то продолжите прикапывать раствор нитрита натрия. Затем смесь оставьте при охлаждении на 10 мин, после чего проверьте конец диазотирования по иодкрахмальной бумаге. Посинение бумаги свидетельствует об окончании диазотирования.

Напишите уравнения реакции диазотирования *p*-толуидина.

Опыт 4. Получение красителя анилинового желтого

В одном стакане растворите 2 г нитрита натрия в 10 мл воды, в другом – 0,5 мл анилина в 5 мл спирта. Оба стакана охладите в бане со льдом.

В колбе смешайте 0,5 мл анилина с 2 мл концентрированной соляной кислоты. Образуется кристаллический белый гидрохлорид анилина. Добавьте к нему воду до полного растворения (приблизительно 10 мл). При непрерывном охлаждении и перемешивании медленно прилейте в колбу водный раствор нитрита натрия, через 2-3 мин добавьте приготовленный спиртовый раствор анилина. Образуется осадок – при тщательном охлаждении реакционной массы – желтого цвета.

Опыт 5. Получение красителя *p*-нитроанилинового красного

В начале необходимо приготовить раствор *p*-нитрофенилдиазоний хлорида (один на группу). Для этого в стакане на 250 мл растворите при нагревании 7 г *p*-нитроанилина в 12,5 мл концентрированной соляной кислоты и 150 мл воды. Раствор охладите до 0°C в воде со льдом и затем быстро, при энергичном перемешивании прилейте к нему охлажденный раствор 3,5 г нитрита натрия в 20 мл воды. Реакционную смесь оставьте в ледяной воде на 30–40 мин. Раствор диазотированного пара-нитроанилина (желтого цвета) должен быть прозрачным.

Затем в стакан поместите 12 мл охлажденного раствора *p*-нитрофенилдиазоний хлорида и добавьте 1 г ацетата натрия в 4 мл воды. Во втором стакане растворите 0,5 г β -нафтола в минимальном объеме 10%-ного раствора гидроксида натрия. К раствору соли диазония прибавьте приготовленный щелочной раствор β -нафтола. Выпавший краситель отфильтруйте.

Напишите уравнение реакции диазотирования *p*-нитроанилина и реакции азосочетания с β -нафтолом.

Опыт 6. Крашение азокрасителями

Растворите 0,1 г метилового оранжевого в 50 мл воды. Раствор разлейте в 2 стакана. В один из них добавьте 5 мл 5 н раствора серной кислоты. Затем в оба стакана опустите кусочки белой шерстяной (или шелковой) ткани. Растворы с тканью прокипятите 5 мин. Затем ткань выньте, промойте водой, отожмите и высушите на воздухе. Обратите внимание на различие в интенсивности окраски кусочков ткани.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

Анилифталатный реактив. Смесь 1 мл свежеперегнанного анилина, 100 мл насыщенного водой бутанола и 1,5 г фталевой кислоты нагревают на водяной бане до полного растворения. Реактив хранят в склянке из темного стекла.

Медно-аммиачный реактив (реактив Швейцера). 10 г кристаллического сульфата меди растворяют в 200 мл воды и приливают 100 мл 2 н раствора гидроксида натрия. Осадок гидроксида меди промывают водой (декантацией) до удаления ионов SO_4^{2-} , после чего отсасывают на воронке Бюхнера. Полученный осадок $\text{Cu}(\text{OH})_2$ растворяют в 25%-ном растворе аммиака. Аммиак приливают постепенно при постоянном перемешивании содержимого колбы; на дне колбы должно остаться немного осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Раствору дают отстояться, затем сливают его декантацией или отфильтровывают через стеклянный фильтр. Хранят реактив в плотно закрытой склянке.

Метилловый красный. 1 г красителя растворяют в 300 мл этилового спирта, затем добавляют воду до 500 мл. Получают 0,2%-ный раствор индикатора. Переход красного цвета к желтому происходит при pH 4,2-6,2.

Орциновый реактив. 1 г орцина растворяют в 500 мл 25%-ного раствора соляной кислоты и добавляют 20 капель 3%-ного раствора хлорида железа (III).

Раствор иода в иодиде калия (раствор Люголя). 60 г иодида калия растворяют в 60 мл воды. К полученному раствору прибавляют 20 г иода. После растворения иода добавляют воду до 1 л.

Раствор Конго красного. Растворяют 1 г Конго красного, 1 г карбоната натрия и 10 г сульфата натрия в 400 мл воды.

Реактив Лукаса. 110 г безводного хлорида цинка растворяют в 100 мл концентрированной соляной кислоты. (Тяга!)

Реактив Селиванова. 50 мл концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 мл воды. В 100 мл полученного раствора растворяют 0,5 г резорцина.

Реактив Толленса. К 20 мл 5%-ного раствора нитрата серебра прибавляют 10 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. К выпавшему осадку оксида серебра добавляют 5 мл разбавленного раствора аммиака (10 мл концентрированного раствора аммиака разбавляют 100 мл воды). Колбу закрывают пробкой и встряхивают. Повторяют операцию до полного растворения осадка, избегая избытка аммиака. Затем добавляют воду до объема 100 мл.

Реактив Фелинга. Готовят два раствора: а) 34,6 г кристаллического сульфата меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 500 мл раствора; б) 173 г сегнетовой соли (смешанной натриево-калиевой соли винной кислоты), 70 г гидроксида натрия в 500 мл раствора. Перед употреблением смешивают равные объемы этих двух растворов.

Фуксинсернистая кислота. 0,2 г фуксина растворяют в 200 мл дистиллированной воды и добавляют 2 г гидросульфита натрия и 2 мл концентрированной соляной кислоты. Если через 15–20 мин жидкость не обесцветится, то добавляют немного активированного угля, встряхивают смесь до обесцвечивания и затем фильтруют. Реактив хранят в плотно закрывающейся склянке из темного стекла.

Хромовая смесь. 400 мл 10%-ного раствора дихромата калия смешивают со 100 мл разбавленной 1:1 серной кислоты.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Таблица 1

Показатели преломления некоторых органических жидкостей

№ п/п	Название	n_D	№ п/п	Название	n_D
1.	Вода	1,333	9.	Ацетон	1,3588
2.	Этиленгликоль	1,4318	10.	Анилин	1,5863
3.	Этиловый спирт	1,3611	11.	Пиридин	1,5092
4.	Бензиловый спирт	1,5396	12.	Хлороформ	1,4433
5.	Пропиловый спирт	1,3853	13.	Бензол	1,5011
6.	Изопропиловый спирт	1,3771	14.	Этилацетат	1,3724
7.	Изоамиловый спирт	1,4053	15.	Диэтиловый эфир	1,3526
8.	Трет-бутиловый спирт	1,3838	16.	Гексан	1,3749

Таблица 2

Плотность водных растворов этилового спирта при 20°C

% (масс.)	ρ , г/мл	% (масс.)	ρ , г/мл
10	0,966	65	0,845
20	0,937	70	0,834
30	0,918	75	0,823
35	0,898	80	0,819
40	0,891	85	0,815
45	0,884	90	0,809
50	0,874	95	0,796
55	0,863	98	0,790
60	0,854	100	0,789

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смолина Т.А., Васильева Н.В., Куплетская Н.Б. Практические работы по органической химии. – Москва «Просвещение». – 1986. – 303 с.
2. Артёменко А.И., Тикунова И.В., Ануфриев Е.К. Практикум по органической химии. М.: Высшая школа, 1991.
3. Нифантьев И.Э., Ивченко П.В. Практикум по органической химии. – Москва: МГУ. – 2006.
4. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С. Лабораторные работы в органическом практикуме. М., Химия, 1974 (имеется переиздание).
5. Грандберг И.И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии. М.: Высшая школа, 1978.
6. Лабораторные работы по органической химии /Под ред. О.Ф. Гинзбурга и А.Л. Петрова. М.: Высшая школа, 1982.
7. Рево А.Я., Зеленкова В.В. Малый практикум по органической химии. М.: Высшая школа, 1980.

СОДЕРЖАНИЕ

1.	Предисловие.....	3
2.	Основные правила и организация работы в лаборатории органической химии.....	4
3.	Методы очистки и выделения органических соединений	6
4.	Определение физических констант веществ	15
5.	Лабораторная работа № 1. Основные способы очистки и определения физических констант органических соединений....	18
6.	Лабораторная работа № 2. Качественный элементный анализ органических соединений	20
7.	Лабораторная работа № 3. Алканы.....	25
8.	Лабораторная работа № 4. Алкены.....	27
9.	Лабораторная работа № 5. Алкины.....	30
10.	Лабораторная работа № 6. Ароматические углеводороды	32
11.	Лабораторная работа № 7. Многоядерные ароматические углеводороды	35
12.	Лабораторная работа № 8. Галогенпроизводные алифатического ряда	38
13.	Лабораторная работа № 9. Одноатомные спирты	42
14.	Лабораторная работа № 10. Многоатомные спирты	46
15.	Лабораторная работа № 11. Фенолы	47
16.	Лабораторная работа № 12. Простые эфиры	50
17.	Лабораторная работа №13 Карбонильные соединения.....	52
18.	Лабораторная работа №14 Карбонильные соединения ароматического ряда.....	56
19.	Лабораторная работа №15 Предельные одноосновные карбоновые кислоты.....	59
20.	Лабораторная работа №16 Двухосновные карбоновые кислоты.....	62
21.	Лабораторная работа №17 Ароматические карбоновые кислоты.....	64
22.	Лабораторная работа №18 Амины алифатического ряда.....	67
23.	Лабораторная работа №19 Ароматические амины.....	70
24.	Лабораторная работа №20 Функциональные производные	75

	карбоновых кислот.....	
25.	Лабораторная работа №21 Мочевина.....	79
26.	Лабораторная работа №22 Липиды.....	81
27.	Лабораторная работа №23 Гидроксикислоты.....	84
28.	Лабораторная работа №24 Кетокислоты. Ацетоуксусный эфир.....	88
29.	Лабораторная работа №25 Аминокислоты.....	90
30.	Лабораторная работа №26 Гетероциклические соединения..	92
31.	Лабораторная работа №27 Моносахариды.....	97
32.	Лабораторная работа №28 Ди- и полисахариды.....	102
33.	Лабораторная работа №29 Диазо- и азосоединения.....	107
34.	Приложения	109
35.	Список использованной литературы	111