

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Пензенский государственный университет» (ПГУ)

И. В. Рашевская

Органическая химия

Лабораторный практикум

В двух частях

Часть I

Углеводороды и гомофункциональные
соединения

Пенза

Издательство ПГУ

2017

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

**Лабораторный практикум
для студентов специальности 33.05.01 «Фармация»**

Часть I

Углеводороды и гомофункциональные соединения

ПЕНЗА 2017

УДК 577.1
Р28

Рецензент

доктор химических наук,
профессор кафедры «Физика и химия»
Пензенского государственного университета
архитектуры и строительства
Н. Г. Вилкова

Рашевская, И. В.

Р28

Органическая химия : лаб. практикум : в 2 ч. / И. В. Рашевская. – Пенза : Изд-во ПГУ, 2017.

Ч. I. : Углеводороды и гомофункциональные соединения. – 2017. – 92 с.

Приводятся методики выполнения экспериментальных работ и указания по обработке экспериментальных данных. Каждая лабораторная работа содержит контрольные вопросы и задачи для самостоятельного решения и проверки усвоенных знаний.

Издание подготовлено на кафедре «Химия» ПГУ и предназначено для обучающихся по направлению подготовки 33.05.01 «Фармация».

УДК 577.1

© Пензенский государственный
университет, 2017

СОДЕРЖАНИЕ

Техника безопасности при работе в химической лаборатории	5
Лабораторная работа № 1	
СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА КИСЛОТНО-ОСНОВНЫХ СВОЙСТВ	
ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ	18
Лабораторная работа № 2	
ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АЛКАНОВ, АЛКЕНОВ, АЛКИНОВ	21
Лабораторная работа № 3	
ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АРЕНОВ	272
Лабораторная работа № 4	
ГАЛОГЕНПРОИЗВОДНЫЕ УГЛЕВОДОРОДОВ	29
Лабораторная работа № 5	
СПИРТЫ И ТИОЛЫ	33
Лабораторная работа № 6	
СВОЙСТВА ФЕНОЛОВ.....	40
Лабораторная работа № 7	
ПРОСТЫЕ ЭФИРЫ	40
Лабораторная работа № 8	
АЛЬДЕГИДЫ, КЕТОНЫ.....	42
Лабораторная работа № 9	
КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ.....	49
Лабораторная работа № 10	
ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ.....	55
Лабораторная работа № 11	
ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ	
КИСЛОТ	66
Лабораторная работа № 12	
АМИНЫ.	6661
Лабораторная работа № 13	
ДИАЗО- И АЗОСОЕДИНЕНИЯ	72
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	76

Техника безопасности при нахождении и работе в химической лаборатории

Каждый студент обязан строго соблюдать правила техники безопасности при нахождении в химической лаборатории.

Перед началом работы в химической лаборатории каждый студент обязан пройти инструктаж по технике безопасности, после чего оформляется соответствующая запись в специальном журнале с обязательной распиской студента и преподавателя, проводшего инструктаж.

На лабораторных занятиях студент должен быть одет в защитную одежду (халат), иметь при себе резиновые перчатки, которые нужно надевать при работе с химическими реактивами.

Запрещается вносить в аудиторию верхнюю одежду, находиться в аудитории в грязной обуви, складывать на рабочие столы сумки. Рабочее место следует держать в чистоте, не загромождать его посторонними предметами.

Категорически запрещается принимать пищу в химической лаборатории.

Во время работы в аудиториях необходимо соблюдать дисциплину и порядок.

Запрещено заниматься экспериментальными работами, не связанными с выполнением учебного задания.

Запрещено выполнять лабораторные опыты в отсутствие преподавателя или лаборанта.

Не допускается использование собранного прибора без предварительной проверки его исправности.

При работе с открытым огнём следует забирать длинные волосы в пучок или убирать под шапочку.

Каждому находящемуся в лаборатории следует ознакомиться с имеющимися в лаборатории средствами пожаротушения и знать их местонахождение.

При работе в химической лаборатории необходимо придерживаться следующих правил:

1. Предварительно выучить теоретический материал по изучаемой теме по учебнику и конспекту лекций и ознакомиться с содержанием лабораторной работы.

2. **Перед началом работы** проверить наличие на лабораторном столе необходимого оборудования и реактивов для данной работы или опыта.

3. Нельзя использовать реактивы из неподписанной посуды даже, если вам кажется, что вы знаете, что это.

4. **Категорически запрещается пробовать любые химические вещества на вкус.**

5. Уяснить и **точно соблюдать** порядок и последовательность операций, прописанных в инструкциях к лабораторным работам.

6. Соблюдать все меры предосторожности, указанные в инструкции или сообщенные преподавателем устно.

5. Внимательно следить за ходом опыта. Не разрешается оставлять без присмотра действующее оборудование.

6. Все операции, связанные с применением, выделением или образованием ядовитых, огне- или взрывоопасных веществ, необходимо проводить только в вытяжном шкафу с включённой тягой на удалении от других работ с обязательным принятием всех мер предосторожности.

При этом в лаборатории должно находиться не менее двух человек.

7. В случае неудачной постановки опыта следует обратиться к преподавателю.

8. Все наблюдения записывать сразу же после окончания опыта в лабораторном журнале.

9. После выполнения опыта результаты необходимо предъявить преподавателю.

10. После работы необходимо отключить от электросети оборудование, выключить воду, убрать с рабочего места оборудование и реактивы, помыть использованную посуду и вымыть рабочие столы.

Все вопросы, связанные с техникой выполнения лабораторной работы и техникой безопасности необходимо выяснять у преподавателя или лаборанта **ещё до выполнения работы.**

При возникновении опасной ситуации следует немедленно сообщить преподавателю или лаборанту.

Правила безопасности при работе с химической посудой.

В лабораториях используется только специальная химическая посуда.

Все сосуды должны иметь четкую надпись, которую необходимо периодически обновлять.

Использование повреждённой или грязной посуды категорически запрещено.

В стеклянной тонкостенной посуде нельзя хранить растворы щелочей.

Стеклянную посуду (тонкостенные химические стаканы и колбы из обычного стекла) нельзя нагревать на открытом огне без асбестовой сетки. Такую посуду нужно осторожно ставить на керамическую, металлическую и цементную поверхность.

Толстостенную посуду нагревать нельзя.

Горячую стеклянную посуду нельзя ставить на холодную поверхность, необходимо использовать специальные подставки.

При переноске сосудов с горячей жидкостью следует пользоваться полотенцем или другими материалами, сосуд при этом необходимо держать обеими руками, одной за дно, а другой за горловину. Большие химические стаканы с жидкостью нужно поднимать только двумя руками так, чтобы отогнутые края стакана опирались на указательные пальцы.

При закрывании тонкостенного сосуда пробкой следует держать его за верхнюю часть горла как можно ближе к пробке. Нагретый сосуд нельзя закрывать притертой пробкой до тех пор, пока он не охладится.

При переливании жидкостей нужно пользоваться воронкой, поставленной в кольцо штатива над сосудом-приемником.

В случае нагревания реакционной смеси до кипения или при перегонке, следует пользоваться круглодонными тонкостенными колбами. Для перегонки жидкостей используют специальные круглодонные колбы, например колбы Вюрца, Кляйзена, двух- или трехгорлые колбы.

Плоскодонные колбы нельзя применять для работы в вакууме, а также для работы при температуре выше 100°C. Для фильтрования в вакууме используют толстостенные колбы Бунзена.

При работе с водяными холодильниками необходимо контролировать непрерывность тока воды.

При перегонке веществ с температурой кипения выше 150°C необходимо применять холодильник с воздушным охлаждением.

Если посуда разбилась, то осколки разбитого стекла собирают при помощи щетки и совка.

Правила безопасности при работе с пробирками

Перед работой убедитесь в чистоте и целостности пробирки. Убедитесь, что выбранная пробирка подходит для данного опыта по форме и объёму. Нельзя использовать центрифужные пробирки для нагревания над пламенем горелки. Для опытов используют только сухие пробирки.

Нагревание пробирок следует проводить постепенно. Используйте для этого специальные держатели с пластиковыми или деревянными ручками. Отверстие пробирки должно быть направлено в сторону от себя и соседа, так как при нагревании может произойти выбрасывание жидкости из пробирки. При нагревании пробирку держат не в вертикальном, а в наклонном положении, так как в этом случае брызги ударяются о стенки и остаются в пробирке. При нагревании пробирки её следует непрерывно вращать и периодически осторожно встряхивать содержимое.

Опасно наклоняться над пробиркой (и колбой) и смотреть в её открытое отверстие во время проведения опыта из-за возможного попадания брызг жидкости в лицо и глаза.

При работе с прибором с газоотводной трубкой нужно следить, чтобы конец трубки был погружен в жидкость, через которую пропускают газ. Убирать горелку из-под пробирки с реакционной смесью можно только после удаления конца газоотводной трубки из жидкости, во избежание засасывания жидкости из пробирки-приёмника в газоотводную трубку и реакционную массу. Если жидкость начинает подниматься по газоотводной трубке, следует сразу опустить пробирку, чтобы уровень жидкости в ней стал ниже конца газоотводной трубки, и продолжить нагревание, пока выделяющийся газ не вытолкнет жидкость из газоотводной трубки.

Химическая посуда должна быть сухой и чистой, так как грязь может изменить ход реакции. Грязную посуду следует мыть сразу же после окончания работ. Для этого можно применять мыло, кальцинированную соду, современные моющие средства. Для удаления из посуды нерастворимых в воде органических веществ пользуются органическими растворителями. Для очистки посуды химиче-

скими методами чаще всего применяют хромовую смесь, серную кислоту и растворы щелочей. После тщательной очистки и мытья посуду ополаскивают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

Правила безопасности при работе с едкими веществами (кислотами и щелочами)

Кислоты и щелочи, как и другие реактивы, находящиеся в бутылках, бидонах и других емкостях, должны иметь этикетки с четким обозначением наименования и характеристики продукта.

Едкие вещества кислоты - соляная, азотная, серная, фтороводородная и хромовая смесь, а также сильные органические кислоты, концентрированные растворы щелочей и растворы аммиака, попадая на кожу, вызывают ожоги.

Концентрированные кислоты могут выделять пары, вызывающие раздражение дыхательных путей. Все работы с концентрированными кислотами и щелочами проводят в вытяжном шкафу и при включённой тяге.

Запрещается ядовитые и агрессивные жидкости набирать через пипетки ртом.

При любых работах с едкими (агрессивными) веществами все работающие в лаборатории должны пользоваться предохранительными очками и резиновыми перчатками, а в отдельных случаях резиновыми (прорезиненными) фартуками и резиновыми сапогами.

Разбавлять концентрированные кислоты можно только в жаростойкой посуде путем постепенного приливания кислоты тонкой струйкой к воде, а не наоборот.

Щелочи растворяют путем постепенного прибавления к воде небольших кусочков, которые берут пинцетом. Большие куски едких щелочей раскалывают на мелкие кусочки в специально отведенном месте, предварительно накрыв разбиваемые кусочки щелочи плотной материей.

Переливать кислоты и щелочи из бутылей в мелкую тару необходимо при помощи сифона или ручных насосов.

Водный аммиак, бром, концентрированные кислоты следует переливать только под тягой.

Разлитые кислоты и щелочи засыпают песком и после этого производят уборку. В случае выделения ядовитых газов и паров надевают противогаз.

Бутыли с кислотами, щелочами и другими едкими веществами переносят только в специальных ящиках, деревянных или металлических, выложенных асбестом.

При мойке посуды хромовой смесью необходимо остерегаться попадания смеси на кожу, одежду и обувь.

Смыв концентрированных и дымящихся кислот, а также щелочей следует осуществлять сильной струей воды.

При попадании на кожу концентрированной кислоты или щелочи немедленно удалить с обожженного места одежду и промыть место ожога сильной струей воды в течение 10-15 минут, после чего обработать 0,5% раствором соды при ожоге кислотой, а при ожоге щелочью обработать борной кислотой.

При попадании кислоты и щелочей в глаза необходимо немедленно промыть глаза большим количеством воды, а затем обработать при поражении кислотой –1%-ным раствором соды, при поражении щелочью –1 -2%-ным раствором борной кислоты или 1%-ным раствором уксусной кислоты.

Отработанные кислоты следует отдельно собирать в специальную посуду, нейтрализовать содой и сливать в канализацию. Необходимо иметь достаточное количество нейтрализующих средств на рабочем месте и на складе.

Сливать кислоты и щелочи следует только в сухую и чистую посуду. Слив в загрязненную посуду с остатками других продуктов может привести к аварии.

Правила безопасности при работе с щелочными металлами.

Щелочные металлы (натрий, литий, калий) являются наиболее химически активным элементом, поэтому представляют при работе опасность. При попадании щелочных металлов на кожный покров и слизистую оболочку образуются тяжелые ожоги.

В лаборатории нарезанный кусочками натрий хранят в толстостенных стеклянных или металлических банках под слоем обезвоженного керосина (не менее 15 мм) вазелинового масла или парафина. В стеклянной банке с притертой пробкой или лучше с плотно закрытой корковой пробкой. Банки помещают в металлический ящик с песком. Загружать эти металлы в аппараты и вынимать их из тары следует только сухим пинцетом или тигельными щипцами.

Металлические натрий, калий, литий воспламеняются при соприкосновении с водой, кислотами, галогенопроизводными и т.д. Реакция идет с выделением большого количества тепла и водорода.

Запрещается работать со щелочными металлами в помещении с высокой влажностью. Работу с щелочными металлами проводят обязательно вдали от воды или брызгающих водопроводных кранов.

Перед употреблением кусочки натрия «обсушивают» между листками фильтровальной бумаги и помещают только в сухую пробирку.

Металлический натрий и калий могут иметь примеси, по своему составу являющиеся перекисными соединениями, гидратами и др., которые при контакте с режущим инструментом могут давать вспышки и взрывы.

Загоревшийся натрий следует гасить сухим хлоридом натрия.

Резать металлический натрий и калий необходимо на фильтровальной бумаге сухим и острым ножом. Первичная резка натрия должна производиться под слоем керосина с целью снятия верхнего перекисного слоя, потому что контакт перекисных соединений с чистым металлическим натрием на открытом воздухе может вызвать взрыв. Сразу после этого натрий или калий его кладут в широкогорлую толстостенную банку с керосином.

Категорически запрещается выбрасывать остатки натрия в раковину. Их уничтожают, растворяя в спирте небольшими порциями.

При возгорании щелочных металлов их тушат песком, сухим хлоридом натрия. Нельзя тушить водой и углекислотными огнетушителями.

Правила безопасности при работе с токсичными веществами.

Большинство химических веществ в той или иной мере токсичны. Меры предосторожности при работе с ними направлены на предотвращение попадания их в организм через рот, легкие или кожу.

Ядовитые вещества, используемые в лабораториях, хранятся в специальном шкафу или в стальном ящике под замком и пломбой. Сосуды с ядовитыми веществами должны иметь четкие и яркие этикетки с надписью «ЯД» и названием вещества.

Склянки, банки и другую тару с ядовитыми веществами запрещается ставить на общие рабочие столы; для работы с этими веществами выделяют специальные столы.

Все работы с ядовитыми веществами проводят с особой осторожностью в вытяжном шкафу с включённой тягой.

Для работы с особо ядовитыми веществами, особенно газообразными (хлором, аммиаком, фосфором, фтором и др.) следует использовать противогаз с коробкой соответствующей марки и размера. Работать с жидкими ядовитыми веществами следует в резиновых перчатках, защитных очках и при необходимости – в противогазе.

В производственной санитарии химические вещества характеризуют значениями предельно допустимых концентраций (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны, т. е. такими концентрациями, которые при ежедневной работе не могут вызвать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья (таблица 1). Но вредность многих органических соединений определяется не только величиной ПДК их паров, но летальной дозой при попадании в желудочно-кишечный тракт и кровеносную систему, кожно-нарывным действием и т.п. По степени вредности для человеческого организма химические вещества подразделяют на четыре класса опасности (самый опасный – 1-й класс, наименее опасный – 4-й класс).

Таблица 1.

Предельно допустимые концентрации некоторых веществ в воздухе рабочей зоны, с указанием их класса опасности

Вещество	ПДК, мг/м ³	Класс опасности	Вещество	ПДК, мг/м ³	Класс опасности
Амины первичные (C ₇ -C ₉)	1	2	Метанол	5	3
Аммиак	20	4	Муравьиная кислота	1	2
Анилин	0,1	2	β-Нафтол	0,1	2
Ацетон	200	4	Пиридин	5	2
Ацетонитрил	10	3	Пропанол-1	10	3
Бензальдегид	5	3	Серная кислота	1	2
Бензилхлорид	0,5	1	Скипидар	300	4
Бензол	5	2	Тетрагидрофуран	100	4
Бром	0,5	2	Тетрахлорметан	20	2
Бутанол-1	10	3	Толуол	50	3
Бутилацетат	200	4	Триэтиламин	10	3

N-Винилпирролидон	1	2	Уксусная кислота	5	3
Диметиламин	1	2	Фенол	0,3	2
N,N-Диметиланилин	0,2	2	Формальдегид	0,5	2
Диметилформамид	10	2	Хлоробензол	3	3
Диоксан	10	3	Хлороводородная кислота	5	2
1,2-дихлорэтан	10	2	Циклогексан	80	4
Диэтиламин	30	4	Этанол	1000	4
Камфора	3	3	Этилацетат	200	4
Ксилолы	50	3	Этилхлорид	50	4

Все работы с ядовитыми и сильнодействующими веществами 1 и 2 класса опасности производят в вытяжном шкафу.

При работе с токсическими веществами необходимо ознакомиться с правилами оказания первой медицинской помощи при отравлениях.

Пролитую на пол ядовитую жидкость необходимо немедленно дегазировать или облитое место промыть водой в соответствии со специальной инструкцией по уничтожению сильнодействующих ядовитых веществ.

Просыпанное ядовитое вещество должно быть немедленно собрано, и участок, на который попало ядовитое вещество, обезврежен и тщательно промыт водой.

Многие органические соединения – ароматические (анилин) и алифатические (диметиламин) амины, ароматические углеводороды (бензол, толуол), галогенопроизводные (хлорбензол, тетрахлорметан) – оказывают вредное воздействие, проникая через дыхательные пути и кожу. Нельзя вдыхать их пары допускать попадания на кожу. Если это все же произошло, следует вымыть руки теплой водой с мылом, при вдыхании паров немедленно выйти на свежий воздух.

Пары бензилхлорида и бензальдегида оказывают раздражающее действие на слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей. В качестве противоядия можно дать понюхать пострадавшему водный раствор аммиака слабой концентрации, затем вывести его на свежий воздух.

Этиленгликоль опасен при попадании внутрь и может всасываться и через кожу. Токсическое действие гидроксиламина обусловлено способностью этого соединения вступать в организме в реакции, блокирующие некоторые ферментные системы.

При работе с перечисленными, а также другими химическими веществами, используемыми при выполнении лабораторных опытов, необходимо соблюдать все меры предосторожности.

При случайном попадании токсичного вещества внутрь рекомендуется вызвать рвоту, давая пострадавшему большое количество теплой воды с несколькими каплями нашатырного спирта. При первых симптомах отравления следует уведомить преподавателя, вывести пострадавшего на свежий воздух, обратиться к врачу или вызвать «скорую помощь».

Правила безопасности при работе с ртутью и приборами с ртутным заполнением.

Ртуть применяется в приборах для измерения температуры и давления, в вакуумных насосах, выпрямителях электрического тока, в предохранительных и регулирующих устройствах; она используется при проведении полярографических анализов, при электрохимических исследованиях и т.п.

Пары ртути и большинство ее соединений высокотоксичны.

Ртутные приборы и аппараты должны быть расположены вдали от дверей, проводов, отопительных и нагревательных приборов.

Ртуть должна храниться в запаянных стеклянных сосудах с притертыми пробками, установленных на противнях. В помещении лаборатории ртуть храниться в вытяжном шкафу.

При работе с ртутью запрещается пользоваться посудой из тонкого стекла (колбами, химическими стаканами и т.п.).

Категорически запрещается выливать ртуть в канализацию. Сливать загрязненную ртуть нужно в банку с водой, закрывая резиновой пробкой.

Разлитую ртуть (мельчайшие частицы) следует собирать амальгамированными пластинками, кисточками из белой жести или влажной, слабо проклеенной и непромокаемой бумагу. Капельки ртути, прилипшие к бумаге, нужно перенести в банку с водой. Химическая демеркуризация проводится ветошью, смоченной 0,1%-ным раствором марганцовокислого калия с добавлением 5 мл концентрированной соляной кислоты на 1 л раствора или обработкой кашицей хлорида железа (III), после чего поверхность нужно тщательно промыть 20%-м раствором хлорида железа (III), мыльным раствором и чистой водой.

После этого в помещении обязательно должен быть проведен анализ воздушной среды на присутствие ртути.

Необходимо предупреждать соприкосновение ртути с металлами, образующими с ней амальгаму покрытием металлических частей масляной краской или лаком.

При загрязнении помещения ртутью из разбитого термометра необходимо провести демеркуризацию, т.е. механическую очистку от шариков ртути и химическую

Правила безопасности при работе с легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ) и горючими веществами.

Органические растворители, особенно ЛВЖ, – один из главных источников опасности при работе в лаборатории, так как они легко воспламеняются, быстро горят и трудно гасятся. Пары многих органических жидкостей могут образовывать с воздухом взрывоопасные смеси. В зависимости от температуры вспышки в открытом тигле ЛВЖ разделяются на три группы:

особо опасные (температура вспышки до -13°C): ацетон, бензин, гексан, диэтиламин, диэтиловый эфир, петролейный эфир, тетрагидрофуран;

постоянно опасные (от -13 до 27°C метиловый, этиловый, изопропиловый и *трет*-бутиловый спирты, гептан, диоксан, дихлорозтан, пиридин, холуол, триэтиламин, этилацетат);

опасные при повышенной температуре (от 27 до 66°C): бензилхлорид, бутиловый спирт, диметилсульфат, уксусный ангидрид, хлорбензол, циклогексанол.

ЛВЖ и горючие жидкости должны храниться в толстостенных банках с притертыми пробками под ответственностью старшего лаборанта. Банки хранят в специальном металлическом ящике с плотно закрывающейся крышкой, стенки и дно которого выложены асбестом. На внутренней стороне крышки ящика должна быть надпись с указанием наименований и общей допустимой нормы хранения горючих и легковоспламеняющихся жидкостей для данного помещения. Ящик должен быть установлен на полу вдали от проходов и от нагревательных приборов с удобным подходом к нему.

ЛВЖ и горючие жидкости следует доставлять со склада в лабораторию в замкнутой небьющейся посуде или в стеклянной посуде, помещённой в футляр.

Во избежание отравления нельзя вдыхать пары ЛВЖ.

Огнеопасные вещества могут находиться на рабочем месте лишь в количествах, нужных непосредственно для работы.

Некоторые органические вещества, например эфиры – диэтиловый эфир (серный), тетрагидрофуран, диоксан и т.д., при хранении на воздухе образуют пероксиды – взрывчатые вещества. Их следует хранить изолированно от других веществ в холодном и темном помещении.

Перед началом работы с этими веществами необходимо проверить их на отсутствие пероксидов: несколько миллилитров эфира или другого вещества встряхивают с равным по объему количеством 2%-го раствора иодида калия, подкисленного разбавленной хлороводородной кислотой. При наличии пероксидов эфирный слой окрашивается в бурый цвет, а добавление раствора крахмала дает синефиолетовое окрашивание.

Категорически запрещается работать с растворителями, в которых обнаружены пероксиды.

Все работы с ЛВЖ и горючими жидкостями должны проводиться в вытяжном шкафу при включённой тяге, вдали от открытого огня и при выключенных электроприборах.

Запрещается поручать ведение работ с ЛВЖ и горючими жидкостями неопытному сотруднику лаборатории категорически запрещается.

Вся аппаратура, применяемая для нагревания легковоспламеняющихся веществ, должна быть в полной исправности, контакты во избежание искрения должны быть припаяны. Деревянные части вытяжных шкафов, в которых проводятся работы с легковоспламеняющимися веществами, должны быть окрашены огнеупорным лаком или покрыты асбестовым картоном.

Нагревать и перегонять и низкокипящие вещества следует в круглодонных колбах, изготовленных из тугоплавкого стекла, на водяных, масляных или песчаных банях, в зависимости от температуры кипения данного вещества, с обратными холодильниками, но не в открытой посуде. Категорически запрещается нагрев сосудов с находящимися в них низкокипящими огнеопасными жидкостями на открытом огне или вблизи источников огня.

Жидкости с более низкой температурой кипения нагревают на электронагревательных приборах закрытого типа – колбонагревателях. При этом электропроводка должна быть заключена в резиновые трубки.

Диэтиловый эфир нагревают только с помощью горячей воды, предварительно нагретой вдали от рабочего места. Во избежание взрыва запрещается выпаривать диэтиловый эфир и другие органические растворители досуха. При выпаривании обязательно должно оставаться некоторое количество их в колбе.

При работе по перегонке горючих веществ сначала необходимо пустить воду в холодильник и, только убедившись, что ток воды установился, включить нагревание. Колбу или пробирку-приемник нужно опустить на противень с песком.

Во время перегонки нужно следить за приборами и нормальной работой холодильника, не оставляя прибор без наблюдения даже на короткое время. Уходя, выключить источник обогрева.

Растворители, способные при хранении образовывать пероксиды, нельзя перегонять досуха, даже если в них пероксиды не были обнаружены.

При нагревании ЛВЖ в количествах более 0,5 л необходимо под прибор ставить кювету достаточной емкости для предотвращения разлива жидкости в случае аварии.

Нельзя наливать горючее в спиртовку, не потушив её.

При разливе огнеопасных жидкостей необходимо немедленно выключить все газовые горелки, нагревательные приборы, обесточить комнату общим выключателем, находящимся вне комнаты, а при больших количествах разлитого вещества необходимо также выключить все нагревательные приборы и в прилегающих комнатах. Место пролива жидкости следует засыпать песком, который собирают деревянными лопатами или совком. Нельзя пользоваться стальными совками и лопатами во избежание искрения.

При воспламенении ЛВЖ в каком-нибудь сосуде его нужно накрыть противопожарным одеялом для прекращения доступа воздуха.

По окончании работы ЛВЖ и горючие вещества должны быть вынесены на хранение на склад.

Запрещается выливать горючие жидкости в канализацию. Отходы ЛВЖ и горючих жидкостей следует собирать в специальную герметически закрывающуюся тару, которую удаляют из лаборатории для регенерации или уничтожения этих жидкостей.

Необходимо помнить, что вещества, легко отдающие свой кислород, могут взрываться при взаимодействии с восстановителями (перекись водорода, перекись натрия, четырехокись калия, перекиси магния, ртути и серебра, озониды и др.) Работы с этими веществами во избежание взрыва необходимо проводить в вытяжном шкафу и с особой осторожностью.

Правила безопасности при работе с бытовым газом.

Категорически запрещается оставлять без надзора работающие газовые горелки. Необходимо поддерживать устойчивое горение газа, не допуская копоти, отрыва или проскока пламени. При проскоке пламени внутрь горелки необходимо

закрыть газовый кран горелки, дать ей остыть, а затем зажечь вновь. Если пламя шумит и слегка отрывается от устья горелки, необходимо убавить подачу воздуха.

При обнаружении утечки газа необходимо немедленно закрыть кран на вводе газопровода, поставить в известность преподавателя и вызвать аварийную службу по телефону 04.

Правила безопасности при возникновении пожара

Противопожарная инструкция должна находиться в каждом помещении на видном месте. Средства пожаротушения: огнетушители, песок, огнестойкое одеяло всегда должны быть на видном месте, в исправном состоянии с удобными подходами для быстрого использования. Каждый работающий должен знать их местонахождение.

Рабочее помещение должно регулярно и качественно убираться от грязи и пыли для предупреждения взрыва и загорания пыли.

Нельзя работать без спецодежды или в загрязненной спецодежде. Одежда, на которую падают капли растворов окислителей, легко воспламеняется от малейшего нагрева. Особенно опасна кислородная струя: от нее может произойти самовоспламенение даже незагрязненной одежды.

При возникновении пожара в лаборатории следует сразу же перекрыть газ, потушить спиртовки, выключить все нагревательные и электроприборы и вентиляцию, удалить с участка все горючие вещества, вынести из помещения все сосуды с огнеопасными веществами и баллоны со сжатыми газами, обесточить комнату общим выключателем, находящимся вне комнат, применять наиболее эффективные для данного случая средства тушения, согласно противопожарной инструкции. Следует вызвать пожарную команду и поставить в известность руководителей ВУЗа.

Для тушения ЛВЖ нужно использовать противопожарные одеяла, песок, порошковые составы, пенные и углекислотные огнетушители.

Горящие провода и электроприборы нужно сначала обесточить и тушить песком или сухими огнетушителями (не водой и не пенными).

Для тушения деревянных изделий используют все средства пожаротушения.

Для тушения одежды на человеке нужно сразу же закутать его в огнестойкое одеяло и не допускать, чтобы пострадавший бегал и метался, т.к. это способствует горению.

При загорании жидкостей, не смешивающихся с водой, их тушат песком, покрывалами, углекислотными огнетушителями, начиная с периферии.

При возгорании щелочных металлов их тушат песком, сухим хлоридом натрия. Нельзя тушить водой и углекислотными огнетушителями.

Оказание первой помощи при несчастных случаях.

О травмах, ожогах, отравлениях необходимо незамедлительно сообщить преподавателю и воспользоваться медикаментами, противоядиями и приспособлениями, находящимися в лабораторной аптечке.

При термических ожогах сразу же промывают обожженное место спиртом, смачивают 5%-м раствором танина в 40%-м спирте, затем накладывают компресс из ваты или марли, смоченной этим раствором или винилином. После этого нужно наложить на обожженную поверхность повязку с противоожоговой мазью.

При химических ожогах, возникших вследствие попадания на кожу разъедающего органического вещества, нужно быстро промыть пораженный участок кожи спиртом. Затем провести обработку, как при термическом ожоге.

При ожогах концентрированными кислотами промывают обожженное место сильной струей воды, а затем 1%-м раствором гидрокарбоната натрия. При попадании кислот в глаза их следует промыть 1%-м раствором гидрокарбоната натрия и стерильной водой комнатной температуры. Лучше пользоваться специальной глазной ванночкой.

При ожогах концентрированными щелочами пораженное место промывают большим количеством воды, а затем 1%-м раствором уксусной кислоты. При попадании щелочи в глаза их следует промыть 1–2%-м раствором борной кислоты.

При ожогах бромом его смывают спиртом и смазывают пораженное место мазью от ожогов.

При ожогах жидким фенолом побелевший участок кожи растирают глицерином, пока не восстановится нормальный цвет кожи.

При порезах рук стеклом прежде всего удаляют осколки стекла пинцетом или под сильной струей воды, останавливают кровотечение 3%-м раствором пероксида водорода, смазывают рану 5%-м раствором йода и накладывают повязку. При капиллярном и венозном кровотечении на рану накладывают давящую повязку, при сильных кровотечениях – жгут.

При поражении электрическим током находящемуся в сознании пострадавшему необходимо обеспечить покой и чистый воздух. При прекращении дыхания и сердечной деятельности следует применять искусственное дыхание и непрямой массаж сердца до прибытия «Скорой помощи».

При острых отравлениях чрезвычайно важно оказать неотложную помощь, используя следующие основные принципы:

1. Вывести (или вынести) пострадавшего из зоны отравления на свежий воздух.
2. Удалить яд с кожи или слизистых оболочек.
3. Снять загрязненную одежду;
4. Восстановить нарушенные функции организма (искусственное дыхание, массаж сердца);
5. Попытаться вывести яд из организма (промывание желудка, рвотные средства, адсорбенты). Вызвать рвоту можно принятием теплого раствора поваренной соли (3–4 чайные ложки на стакан воды);
6. Применить соответствующие противоядия и медикаменты.

Помните, что действие многих химических веществ проявляется не сразу, а по истечении некоторого времени. Даже если меры первой помощи оказались достаточно эффективными и симптомы отравления исчезли, это вовсе не означает, что здоровью пострадавшего не угрожает опасность. Поэтому в случае острого отравления ядовитыми веществами следует немедленно вызвать врача.

Требования к оформлению отчёта по лабораторной работе

Лабораторный отчёт должен содержать: название работы, цель работы, номера и названия опытов, описание хода работы к каждому опыту, рисунки приборов для выполнения работы (при необходимости), наблюдения, ответы на вопросы и выводы, сделанные относительно цели проведённого опыта.

Отчет о проделанной работе проверяет и подписывает преподаватель.

Лабораторная работа № 1

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ОЦЕНКА КИСЛОТНО-ОСНОВНЫХ СВОЙСТВ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Цель работы: изучение кислотно-основных свойств органических соединений: карбоновых кислот, спиртов, аминов.

Реактивы и оборудование: карбоновые кислоты: муравьиная, уксусная, трихлоруксусная, пропионовая, масляная, стеариновая, олеиновая, 10% спиртовой раствор стеариновой кислоты, 10% раствор иодида калия, 4% раствор иодата калия, 2% раствор CuSO_4 , 10% раствор NaOH , этиленгликоль, фенол (крист.), 10% раствор HCl , анилин, диэтиламин, пикриновая кислота (насыщенный раствор), универсальная индикаторная бумага, лакмусовая бумага, пробирки, пипетки, штативы.

Опыт 1

СРАВНЕНИЕ КИСЛОТНЫХ СВОЙСТВ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ

Ход работы

В подписанные пробирки внесите по 0,5 мл имеющихся карбоновых кислот (муравьиная, уксусная, трихлоруксусная, пропионовая, масляная) и добавьте 2-3 мл дистиллированной воды. По окраске универсальной индикаторной бумаги ориентировочно определите pH растворов.

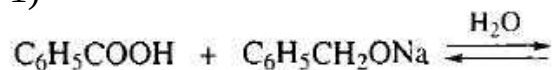
ВОПРОСЫ

1. Перечислите факторы, оказывающие влияние на стабильность сопряженных оснований (анионов). Как эффект гидратации сказывается на стабильности иона?

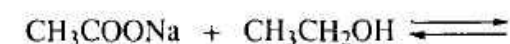
2. Расположите соединения по увеличению степени диссоциации в водном растворе: CH_3COOH , CCl_3COOH , CHCl_2COOH , CH_2ClCOOH , HCOOH .

3. Допишите следующие кислотно-основные равновесия. В какую сторону смещено каждое равновесие? Дайте объяснения.

1)



2)



Опыт 2

ОБНАРУЖЕНИЕ КИСЛОТНЫХ СВОЙСТВ СТЕАРИНОВОЙ КИСЛОТЫ

Слабые органические кислоты (пальмитиновая, стеариновая и др. ВЖК) нельзя обнаружить с помощью кислотно-основных индикаторов. Для их открытия используется ОВР между иодидом и иодатом, которая идёт в слабокислой среде с выделением йода.

Ход работы

В две пробирки внесите по 2 капли 10%-го раствора йодида калия и 4%-го раствора йодата калия. Затем в одну из них добавьте 2-3 капли 10%-го спиртового раствора стеариновой кислоты. Нагревайте обе пробирки в течение 1 мин на кипящей водяной бане, затем охладите их. После этого внесите в обе пробирки по 2 капли раствора крахмального клейстера. Сравните окраску растворов.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции между йодидом калия и йодатом калия в кислой среде.
2. Какова роль стеариновой кислоты в этой окислительно-восстановительной реакции?
3. Зачем используется крахмальный клейстер? Можно ли обнаружить результат реакции без него?

Опыт 3

СРАВНЕНИЕ ОН-КИСЛОТНЫХ СВОЙСТВ ОДНОАТОМНЫХ СПИРТОВ И ФЕНОЛА

3.1. Отношение одноатомных спиртов к щелочам

Ход работы

В пробирку поместите 0,5 мл воды 3-4 капли бензилового спирта. Перемешайте. Образуется эмульсия. К эмульсии добавьте 2 капли 10%-го раствора NaOH. Перемешайте. Если реакция произошла, то раствор должен стать прозрачным.

3.2. Получение феноксида натрия и разложение его кислотой

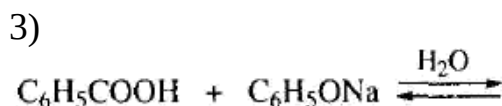
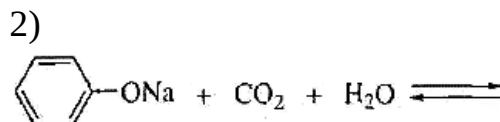
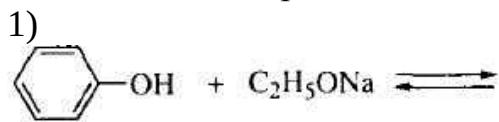
Ход работы

В пробирку поместите 3 капли воды и несколько кристалликов фенола. Встряхните. Возникает мутная эмульсия. К ней добавляйте по каплям 10% раствор гидроксида натрия до образования прозрачного раствора. Подкислите этот раствор несколькими каплями 10% раствора хлороводородной кислоты. Что наблюдаете?

ВОПРОСЫ

1. Реагирует ли бензиловый спирт с раствором щелочи? При ответе используйте анализ электронных эффектов в молекуле бензилового спирта.
2. Напишите схему реакции получения феноксида натрия.
3. Почему фенол в отличие от спиртов способен взаимодействовать со щелочами? В чем причина большей кислотности фенола по сравнению со спиртами? Рассмотрите электронные эффекты в молекуле этанола и фенола и устойчивость сопряженных оснований: фенолят-иона и этоксид-иона.
4. Почему при добавлении хлороводородной кислоты к раствору фенолята натрия наблюдается помутнение раствора? Напишите схему происходящей реакции.
5. Почему фенолят натрия не разлагается водой?

6. Допишите следующие кислотно-основные равновесия. В какую сторону смещено каждое равновесие? Дайте объяснения.



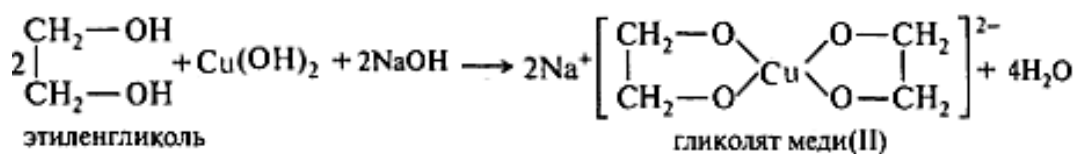
6. Расположите соединения в порядке усиления кислотных свойств в водном растворе: метанол; пропанол-2; фенол; 2,4,6- тринитрофенол. Ответ обоснуйте.

Опыт 4 ПОЛУЧЕНИЕ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ МЕДИ(II)

Многоатомные спирты вследствие $-I_{эф}$ гидроксильных групп по отношению друг к другу обладают большей кислотностью по сравнению с одноатомными.

Кислотные свойства многоатомных спиртов обуславливают большую, чем у одноатомных спиртов, легкость образования соответствующих солеобразных соединений – алкоголятов, как при действии щелочных металлов, так и при взаимодействии с гидроксидами тяжелых металлов.

При взаимодействии с гидроксидом меди(II) в щелочной среде этиленгликоль, как и глицерин, образует гликолят меди, раствор которого имеет синюю окраску. Эта реакция используется для обнаружения органических соединений, содержащих виц-диольный фрагмент, т.е. гидроксильные группы у двух соседних атомов углерода.



Ход работы

В пробирку поместите 4 капли 2% раствора сульфата меди (II), 6 капель 10% раствора гидроксида натрия, и 2 капли глицерина или этиленгликоля. Перемешайте.

ВОПРОСЫ

1. Приведите примеры соединений, дающих аналогичную реакцию с гидроксидом меди(II). Выделите структурных в формулах этих соединений виц-диольный фрагмент.

Опыт 5 ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА АРОМАТИЧЕСКИХ И АЛИФАТИЧЕСКИХ АМИНОВ

1. Подпишите две пробирки две пробирки: «диэтиламин» и «анилин».

В каждую внесите по 2 капли воды. Затем в 1-ю пробирку поместите 1 каплю раствора диэтиламина, а во 2-ю – 1 каплю анилина и взболтайте. Сравните растворимость этих аминов в воде. Оцените ориентировочно pH этих растворов с помощью универсальной индикаторной бумаги или красного лакмуса.

2. К раствору диэтиламина прибавьте 3 капли насыщенного водного раствора пикриновой кислоты и перемешайте. Пробирку поместите в стакан с холодной водой. Через некоторое время выпадает осадок пикрата диэтиламина.

3. К эмульсии анилина в воде добавьте 1 каплю 10% раствора хлороводородной кислоты. Образуются прозрачный раствор.

ВОПРОСЫ

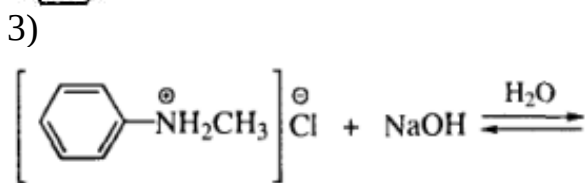
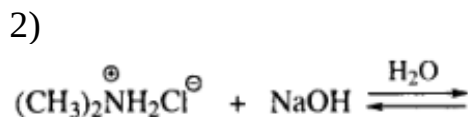
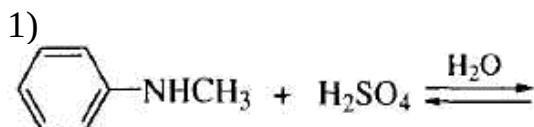
1. Сравните растворимость в воде диэтиламина и анилина.

2. Сравните основность диэтиламина и анилина. При ответе используйте анализ электронных эффектов заместителей. Как эффект гидратации сказывается на силе оснований?

3. Почему при добавлении к эмульсии анилина хлороводородной кислоты, раствор становится прозрачным? Напишите схему происходящей реакции.

4. Напишите схему реакции взаимодействия диэтиламина с пикриновой кислотой (2,4,6-тринитрофенолом).

5. Допишите следующие кислотно-основные равновесия. В какую сторону смещено каждое равновесие? Дайте объяснения.



Лабораторная работа № 2 ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АЛКАНОВ, АЛКЕНОВ, АЛКИНОВ

Цель работы: получить представление о лабораторных способах получения метана, этилена, ацетилен; овладение навыками проведения качественных реакций на двойную и концевую тройную связи между атомами углерода.

Реактивы и оборудование: ацетат калия, натрия или кальция (обезвоженные), известковая или баритовая вода, этанол, раствор брома в тетрахлорметане (5%), йодная вода (разбавленная, светло-желтый раствор), раствор Na₂CO₃

(10%), раствор KMnO_4 (2%), CuCl_2 (тв), раствор хлорида меди (I), концентрированная серная кислота; натронная известь; карбид кальция, пробирки, пипетки, штативы, пробки с газоотводной трубкой, полоски фильтровальной бумаги, кусочки битого фарфора, вата.

Опыт 1

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАНА И ИЗУЧЕНИЕ ЕГО СВОЙСТВ

Общей реакцией получения алканов является нагревание солей карбоновых кислот со щелочами. Метан получают из ацетата натрия, кальция или калия с помощью натронной извести (смеси NaOH и Ca(OH)_2). Применение натронной извести удобнее, чем NaOH потому, что она не разъедает стекло, не плавится при нагревании, а благодаря ее пористости облегчается выделение метана. Побочными продуктами этой реакции являются ацетон, H_2 , C_2H_4 и CO_2 .

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Заранее приготовьте три пробирки: 1) с 2 мл воды; 2) с 1 мл перманганата калия и 0,25 мл раствора соды; 3) 3 мл бромной (йодной) воды.

В сухую пробирку поместите несколько граммов смеси из 1 вес. ч. ацетата и 2 вес. ч. натронной извести. Пробирку укрепите почти горизонтально в штативе и присоедините газоотводную трубку.

Смесь нагревают в пробирке пламенем горелки сначала осторожно, затем сильно, пока не начнет выделяться газ (смесь при этом темнеет, спекается). Чтобы увидеть выделение газа, конец газоотводной трубки опустите в пробирку с водой.

Когда начнет выделяться газ, выньте газоотводную трубку из пробирки с водой и подожгите газ у выхода трубки. Метан должен сгорать голубоватым пламенем. К пламени поднесите фарфоровую крышку. На ней не должна образовываться сажа.

Конец газоотводной трубки поместите в пустой стакан, появляются капли воды. Стакан ополосните небольшим количеством известковой воды. Наблюдайте появление осадка.

Затем по очереди опустите газоотводную трубку в отдельные пробирки с бромной (йодной) водой и раствором перманганата калия.

Отметьте, изменяется ли окраска этих реактивов выделяющимся газом.

ВОПРОСЫ

1. Составьте схему реакций получения и горения метана.
2. О чём свидетельствует горение метана без образования сажи?
3. Бромится ли метан в обычных условиях?
4. Окисляется ли метан раствором перманганата калия?
5. Что такое петролейный эфир, парафин, вазелин и вазелиновой медицинское масло? Каково их практическое применение?
6. В состав каких природных соединений входит циклопентан? При от-

вете воспользуйтесь материалом учебника [2].

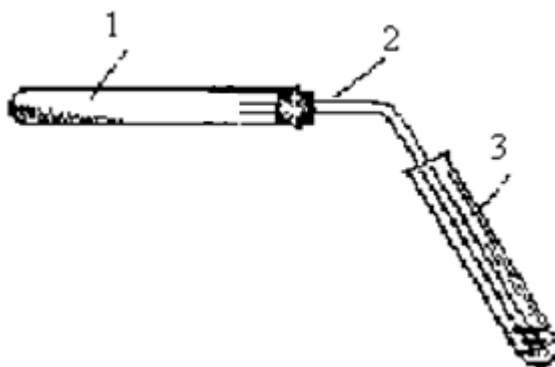


Рис. 1. Прибор для получения метана: 1 – пробирка с реакционной массой; 2 – газоотводная трубка; 3 - пробирка с бромной водой.

Опыт 2 ПОЛУЧЕНИЕ ЭТИЛЕНА И ДОКАЗАТЕЛЬСТВО ЕГО НЕПРЕДЕЛЬНОСТИ

Выделение этилена происходит в результате термического расщепления этилсерной кислоты, образующейся при взаимодействии спирта и серной кислоты.

При получении больших количеств этилена с применением серной кислоты для ускорения дегидратации спирта в реакционную смесь вводят катализаторы - обезвоженные сульфат алюминия, сульфат меди, квасцы, песок, прокаленную глину. При использовании фосфорной кислоты, образование этилена идёт более гладко, и применение катализаторов не требуется даже при получении больших количеств этилена.

В зависимости от температуры реакции и количественных соотношений спирта и кислоты возможны два случая дегидратации:

1) внутримолекулярная дегидратация с образованием алкена преобладает при высокой температуре (170°C и выше);

2) межмолекулярная дегидратация с образованием простого эфира преобладает в случае избытка спирта и более низкой температуры (до 130-140°C).

Непределённый характер этилена проявляется в быстроте его йодирования или бромирования и окисления (щелочным раствором KMnO_4 с появлением бурого хлопьевидного осадка MnO_2), а также в более ярком цвете пламени этилена по сравнению с цветом пламени горящего метана. На внесенной в пламя этилена фарфоровой пластинке появляется сажа. Яркий цвет пламени этилена и появление сажи при его неполном сгорании обусловлены большим процентным содержанием углерода.

Окисление ненасыщенных соединений перманганатом калия изучалось в 1873 г. А. М. Зайцевым, но более детально было исследовано лишь в 1886- 1888 гг. другим выдающимся русским химиком Е. Е. Вагнером и почти одновременно А. Байером в Германии.

Окисление щелочным раствором KMnO_4 веществ, содержащих двойные или тройные связи между атомами углерода, сначала идет медленно, но затем ускоряется с образующимся MnO_2 (катализатор).

Окисление в таких условиях сопровождается образованием гликоля. Но часто окисление на этом не заканчивается, и молекула исходного соединения расщепляется по месту кратной связи с образованием альдегидов, кетонов и кислот.

Концентрированная серная кислота и сама является окислителем. При нагревании реакционной смеси идут побочные процессы. Кроме этилена и следов эфира образуются продукты окисления органических соединений, в частности CO , CO_2 и уголь (реакционная масса чернеет). Серная кислота при этом восстанавливается до сернистого ангидрида, обесцвечивающего растворы йода и KMnO_4 как и этилен. Поэтому образующийся этилен пропускают через натронную известь, связывающую SO_2 и CO_2 . Примесь CO можно не удалять, так как CO не реагирует ни с йодной водой, ни с раствором KMnO_4 .

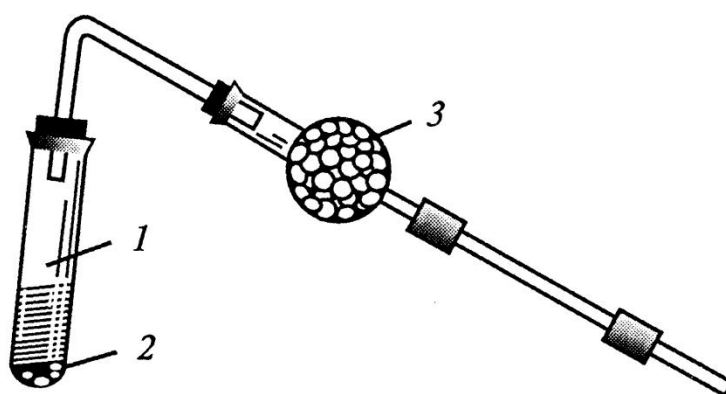


Рис.2. Прибор для получения этилена: 1 – пробирка с реакционной смесью, 2 - кипяильники, 3 –хлоркальциевая трубка с натронной известью.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

1.Соберите прибор для получения этилена (рис.1). Пробирку (1) закрепляют в штативе и помещают над спиртовкой.

2. Заранее приготовьте две пробирки для проведения реакций с этиленом: 1) с 5-6 мл раствора перманганата калия и 2 мл раствора соды; 2) с 5-6 мл йодной (или бромной) воды.

Внимание! Бромную воду готовят заранее по указанию преподавателя в одной пробирке для общего использования в вытяжном шкафу при включенной тяге. До окончания работы её держат в закрытой пробирке, открывая только для забора нужного количества.

3. В сухую пробирку (1) поместите 2 мл этилового спирта и осторожно, при взбалтывании, прилейте 4 мл концентрированной серной кислоты. Смесь разогревается! В смесь положите несколько кипяильников (битый фарфор) для равномерного кипения.

4. Присоедините газоотводную трубку. Газоотводную трубку соедините с хлоркальцевой стеклянной трубкой (3), заполненной натронной известью (смесь NaOH и Ca(OH)_2), которую поместите между двумя неплотными ватными тампонами (рис 1). *Натронная известь не должна плотно заполнять хлоркальцевую трубку!*

5. Медленно и осторожно нагрейте пробирку до начала равномерного выделения газа. Необходимо следить, чтобы вспенивающуюся смесь не перебросило в трубку.

Отметьте почернение реакционной смеси из-за окисления спирта и образования углерода.

6. Выделяющийся газ пропустите сначала в пробирку с йодной (или бромной) водой, а затем с раствором перманганата калия.

Отметьте, изменяется ли окраска этих растворов при пропускании через них газа.

ВОПРОСЫ

1. Составьте схемы происходящих реакций: 1) взаимодействия этанола с серной кислотой с образованием этилсерной кислоты; 2) внутримолекулярной дегидратации с образованием этилена; 3) конкурирующей реакции межмолекулярной дегидратации с образованием простого эфира.

2. По каким механизмам протекают данные в п.1 реакции? Приведите механизмы указанных реакций.

3. О чем свидетельствует изменение окраски йодной (бромной) воды и раствора перманганата калия? Составьте уравнения реакций: 1) взаимодействия этилена с йодом (бромом); 2) взаимодействия этилена с перманганатом калия.

4. Можно ли сделать однозначный вывод о наличии кратной углерод-углеродной связи по обесцвечиванию раствора перманганата калия и бромной воды? Какие соединения могут реагировать с этими веществами в обычных условиях?

5. Опишите практическое значение этилена и пропилена.

Опыт 3 ПОЛУЧЕНИЕ АЦЕТИЛЕНА И ОБРАЗОВАНИЕ АЦЕТИЛЕНИДА МЕДИ

Ацетилен, получаемый из карбида кальция, содержит примеси арсина, фосфина, аммиака, винилацетилена и диацетилена. Они придают ему характерный неприятный запах. При работе с ацетиленом следует соблюдать осторожность. Смеси ацетилена с воздухом взрывоопасны. Фосфин и арсин могут вызвать отравление.

Образование ацетиленидов серебра и меди (I) используется для обнаружения концевой тройной связи и для выделения алкинов из смесей (после выделения ацетилениды разлагают с образованием исходных алкинов). Ацетиленид серебра белого цвета, меди (I) – красно-бурого.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

1. Пробирку 1 закрепите в штативе. Подготовьте пробку с газоотводной трубкой 2 (рис. 2).

2. Заранее приготовьте пробирку-приёмник, в которую налейте 0,5-1 мл аммиачного раствора хлорида меди (I). Можно вместо пробирки-приёмника использовать полоску фильтровальной бумаги, смоченную этим раствором.

3. В пробирку 1 поместите кусочек карбида кальция размером с горошину. Добавьте 1,5 – 2 мл воды. Сразу же начинается выделение газообразного ацетилена. Закройте отверстие пробирки 1 пробкой с газоотводной трубкой и конец трубки погрузите в пробирку-приёмник или внесите в отверстие пробирки 1 полоску фильтровальной бумаги, смоченной аммиачным раствором хлорида меди (I).

Отметьте наблюдаемые изменения.

4. По окончании выделения ацетилена добавьте в пробирку 1 одну каплю спиртового раствора фенолфталеина.

Отметьте изменение окраски раствора.

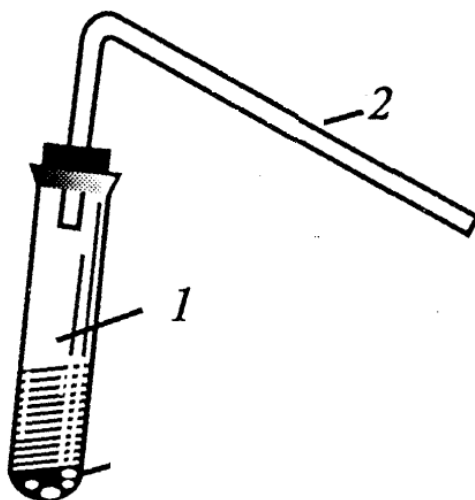


Рис.3. Прибор для получения ацетилена: 1 – пробирка с реакционной смесью, 2 – газоотводная трубка

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций образования ацетилена из карбида кальция и образования ацетиленида меди (I).

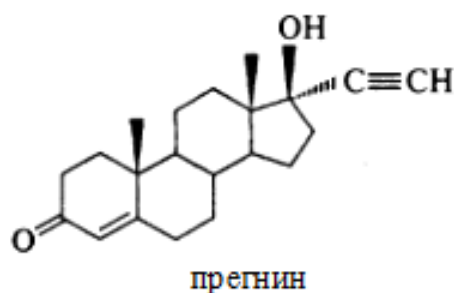
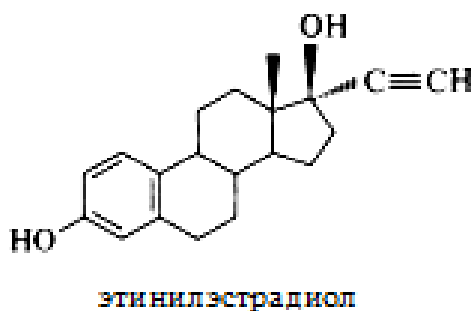
2. Каков характер среды в пробирке 1 по окончании реакции?

3. Какие свойства алкинов с концевой тройной связью обнаруживаются с помощью реакций образования ацетиленидов щелочных металлов, меди, серебра?

4. С помощью каких качественных проб можно различить бутан, бутин-1 и бутин-2? Напишите схемы соответствующих реакций.

5. Концевая тройная связь имеется в структурных формулах некоторых лекарственных веществ, например, синтетических аналогов стероидных гормонов (прегнин, этинилэстрадиол и др.). В количественном анализе этинилэстрадиола

используется реакция образования серебряной соли. Напишите её схему. Напишите схему образования медной соли прегнина.



6. Приведите пример одного природного полиина. Каково практическое значение этой группы соединений? При ответе воспользуйтесь материалом учебника [2].

Лабораторная работа № 3 ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АРЕНОВ

Цель работы: изучение химических свойств аренов и их гомологов.

Реактивы и оборудование: бензол, толуол, анилин, раствор брома в тетрахлорметане, раствор KMnO_4 (2%), раствор H_2SO_4 (10%), пробирки, пипетки, спиртовки, штативы.

Опыт 1

ОТНОШЕНИЕ БЕНЗОЛА И ТОЛУОЛА К БРОМИРОВАНИЮ В РАЗНЫХ УСЛОВИЯХ

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

1.1. Подпишите три пробирки (I, II, III). В первую пробирку налейте 0,5 мл бензола, во вторую и третью — по 0,5 мл толуола. Во все три пробирки прилейте по 1 мл брома в тетрахлорметане.

Встряхните первую и вторую пробирки. Произошло ли исчезновение окраски?

1.2. В третью пробирку прибавьте на кончике шпателя немного железных опилок.

Каждую пробирку присоедините к воздушному холодильнику.

Смеси нагревайте на водяной бане до полного обесцвечивания бромной воды во II и III пробирке. Протекание реакций замещения можно обнаружить по выделению бромоводорода. Для этого поднесите смоченную водой лакмусовую

бумажку к отверстиям пробирок. Бумага должна покраснеть. После испарения бромоводорода испаряется и избыток толуола.

После окончания реакций и охлаждения пробирок смочите в пробирках полоски фильтровальной бумаги, подсушите их и **очень осторожно** понюхайте. Сравните с запахом толуола. Запах бензилбромиды (пробирка II) отличается от запаха продукта в пробирке III.

После окончания опытов все пробирки ополосните тёплым раствором щёлочи в вытяжном шкафу.

ВОПРОСЫ

1. Произошла ли реакция в опыте 1.1? Взаимодействуют ли бензол и его гомологи с галогенами в обычных условиях?

2. Напишите схемы реакций в пробирках II и III из опыта 1.2. Какова роль железных опилок? Приведите механизмы этих реакций.

3. Напишите схемы реакций взаимодействия винилбензола с бромом в обычных условиях и в присутствии катализатора.

4. Цимол (п-изопропилтолуол) встречается в эфирном масле эвкалипта, тмина. Приведите структурную формулу цимолы и напишите реакции галогенирования на свету и в присутствии катализатора.

Опыт 2 БРОМИРОВАНИЕ АНИЛИНА

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку поместите 0,5 мл анилина и 2-3 мл воды, перемешайте и добавьте несколько капель бромной воды. Должен появиться белого осадок.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции бромирования анилина с образованием 2,4,6-триброманилина.

2. Почему в отличие от бензола, анилин бромится без катализатора? Объясните это, рассмотрев активирующее и ориентирующее влияние аминогруппы в молекуле анилина. Покажите электронные эффекты в молекуле анилина.

Опыт 3 ОТНОШЕНИЕ БЕНЗОЛА И ТОЛУОЛА К ОКИСЛИТЕЛЯМ

Бензольное кольцо устойчиво к реакциям, ведущим к потере ароматичности. Такие реакции (окисления и присоединения) идут в жёстких условиях (высокая температура, катализаторы или интенсивное ультрафиолетовое облучение).

Иногда бензол содержит примеси толуола и эта смесь реагирует с перманганатом калия при нагревании.

Гомологи бензола, у которых с кольцом связана первичная или вторичная алкильная группа (есть бензильный атом водорода), окисляются раствором пер-

манганата калия по α -атому углерода до карбоксильной группы, связанной с ароматическим кольцом. Реакция используется для определения числа и относительного положения боковых цепей по температурам плавления образующихся соответствующих кислот или их производных.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Подпишите две пробирки: «бензол» и «толуол».

В обе пробирки налейте по 2 мл раствора перманганата калия и по 2 мл раствора серной кислоты.

В одну пробирку прибавьте несколько капель бензола (~1 мл), а в другую – такое же количество толуола.

В течение 5-10 мин. пробирки интенсивно встряхивайте.

В одной из пробирок наблюдают изменение окраски (что, прежде всего, заметно на поверхностях раздела фаз). Окраска другой смеси не изменяется.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схемы реакций окисления толуола кислым и щелочным раствором перманганата калия. Назовите продукты реакций.

2. Напишите схемы реакций окисления *m*-ксилола и 1-метил-3-этилбензола. Назовите продукты реакции.

3. Какое соединение образуется при окислении 2-метилнафталина?

Лабораторная работа № 4 ГАЛОГЕНПРОИЗВОДНЫЕ УГЛЕВОДОРОДОВ

Реактивы и оборудование: хлорид натрия, бромид калия, этанол, серная кислота (конц), йод (крист), насыщенный раствор NaOH, 10% раствор NaOH, 20% раствор азотной кислоты, хлороформ, бензол, бромбензол, этанол, дихлорэтан, 1-бромбутан, 2-хлор-2-метилпропан, аллилхлорид, 2-хлорпропан, раствор HCl (для промывки проволоки), лёд, пробирки, пипетки, спиртовки, газоотводная трубка, штативы, медная проволока.

Опыт 1

ПОЛУЧЕНИЕ ХЛОРОЭТАНА И БРОМОЭТАНА

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

1.1. Получение хлороэтана.

Закрепите пробирку в штативе. Подберите у ней газоотводную трубку.

В пробирку поместите 2 лопаточки хлорида натрия. Прилейте 10 капель этанола и 3–4 капли концентрированной серной кислоты. В пробирке закрепите газоотводную трубку и осторожно нагревайте на слабом пламени горелки, не допуская обильного выделения хлороводорода. Подожгите выделяющийся хлорэтан у отверстия газоотводной трубки. Хлорэтан загорается, образуя колечко зеленого цвета (образование хлорэтана начинается не сразу).

1.2. Получение бромэтана.

Приготовьте пробирку с ледяной водой для приёма бромэтана и поместите её в стакан со льдом.

Другую пробирку закрепите в штативе. Подберите к ней газоотводную трубку. В пробирку налейте 1 мл этанола и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите бромид натрия (~0,1 г). Установите газоотводную трубку. Конец трубки поместите в пробирку с ледяной водой.

Сначала осторожно нагрейте верхний слой смеси, затем всю смесь до кипения. Перегонку ведут до исчезновения кристаллов KBr. В пробирке-приёмнике появляются бесцветные тяжёлые капли бромэтана.

По окончании перегонки из пробирки с продуктом удалите пипеткой верхний водный слой.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схемы реакций и приведите механизмы получения хлорэтана и бромэтана.

2. Какова роль серной кислоты в механизме данных реакций? Будет ли происходить образование хлорэтана и бромэтана в отсутствие серной кислоты?

Опыт 2

ПРОБА БЕЙЛЬШТЕЙНА НА ГАЛОГЕНЫ

Для обнаружения галогенопроизводных можно использовать пробу Бейльштейна.

Этот способ качественного обнаружения галогенов в органическом веществе был предложен русским академиком Ф. Ф. Бейльштейном в 1872 г.

При прокаливании галогенсодержащего органического вещества с оксидом меди (II) вещество окисляется с образованием оксида углерода (IV), воды и летучих галогенидов меди (I) и (II), окрашивающих пламя в зелёный или голубовато-зеленый цвет. Фтор пробой Бейльштейна не обнаруживается, так как фторид меди нелетуч. Проба очень чувствительна, и позволяет обнаружить в исследуемом веществе лишь следы примесей, содержащих галогены. Например, этим путем можно обнаружить хлор в слюне. Но пробу нельзя использовать для анализа соединений, имеющих одновременно и азотсодержащие заместители. Они тоже окрашивают пламя.

Ход работы

Медную проволоку с петлёй на конце прокаливайте в пламени спиртовки до прекращения окрашивания пламени. Проволока чернеет (образуется оксид меди (II)). Дайте проволоке остыть, затем смочите её анализируемой жидкостью (бромэтаном из опыта 1) и снова введите в пламя. Сначала пламя становится светящимся, так как сгорает углерод, затем в присутствии галогенов пламя принимает зеленую окраску.

Повторите опыт с другими веществами: бромбензолом, йодоформом, хлорэтаном и др. Сравните результаты этих опытов с опытами с этанолом, бензолом.

Перед каждым новым опытом проволоку для очистки смачивают соляной кислотой и прокаливают.

ВОПРОСЫ

1. На основании наблюдений, сделанных в ходе выполнения опытов, сделайте вывод, какие из исследуемых веществ содержат галогены.
2. Напишите схемы происходящих в пробе Бейльштейна реакций с бромэтаном.

Опыт 3 ГИДРОЛИЗ ГАЛОГЕНОПРОИЗВОДНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ

Эту реакцию используют для количественного определения галогенов в лекарственных веществах.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Подпишите пробирки в соответствии с данными галогенопроизводными (1-бромбутан, 2-хлорпропан, 2-хлор-2-метилпропан, аллилхлорид).

В пробирки налейте по 0,5 мл галогенопроизводных. Промойте их водой для удаления возможной примесей галогенид-ионов. В пробирки прилейте 2-3 мл дистиллированной воды, перемешайте, дайте отстояться. После расслаивания слейте большую часть воды. С остатком в пробирках повторите процедуру ещё 1-2 раза.

После промывки к галогенопроизводным прилейте по 2 мл 10%-го раствора гидроксида натрия и перемешайте. Нагревайте смесь медленно и осторожно при частом взбалтывании (во избежание быстрого испарения галогенопроизводных), сначала верхний слой, затем всё остальное до начала кипения.

Затем дайте смеси остыть и после отстаивания слейте часть водно-щелочного слоя в другие пробирки.

В пробирки с водно-щелочным раствором добавьте 20%-й раствор азотной кислоты до кислой реакции по лакмусу. Затем прибавьте несколько капель 5%-го раствора нитрата серебра. Должен выпасть осадок галогенида серебра, по цвету которого судят о природе галогена: AgCl – белый, AgBr –

светло-жёлтый, AgI – жёлтый.

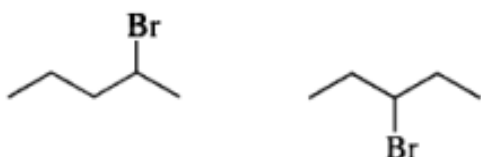
ВОПРОСЫ

1. Напишите схемы реакций гидролиза используемых в опыте галогенопроизводных и приведите их механизм.
2. Оцените эмпирически реакционную способность этих галогенопроизводных по скорости образования и количеству осадка.
3. Как скорость гидролиза зависит от природы галогена и строения галогенопроизводного?
4. Определите, какое галогенопроизводное из каждой пары более реакционноспособно в реакциях S_N2 . Объясните, почему.

1)



2)



3)



Опыт 4

РАЗЛИЧИЕ В СВОЙСТВАХ ГАЛОГЕНОВ В АРОМАТИЧЕСКОМ ЯДРЕ И БОКОВОЙ ЦЕПИ

Ход работы

Подпишите пробирки «хлорбензол» и «бензилхлорид». Поместите в них 1-2 капли хлорбензола и 1-2 капли бензилхлорида соответственно. Добавьте в каждую по 5 капель воды. Нагрейте до кипения и добавьте в каждую пробирку по 1 капле 5% раствора нитрата серебра. В одной из пробирок появляется осадок хлорида серебра?

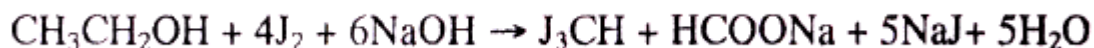
ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции гидролиза соединения из той пробирки, где выпал осадок. Приведите механизм этой реакции.
2. Почему это соединение легко вступает в реакцию гидролиза? Объясните с точки зрения устойчивости промежуточной частицы.
3. Почему другое соединение устойчиво к гидролизу. Опишите распределение электронной плотности в молекуле этого соединения.

Опыт 3

ПОЛУЧЕНИЕ ЙОДОФОРМА

Галоформы (хлороформ, бромформ, иодоформ) можно получить в реакциях расщепления продуктов исчерпывающего галогенирования метилкетонов, ацетальдегида в щелочной среде. Этанол также вступает в эти реакции, т.к. в условиях опыта окисляется в ацетальдегид:



Ход работы

В пробирку поместите 1-2 капли раствора йода в иодиде калия и прибавьте почти до исчезновения окрашивания по каплям 10%-ный раствор гидроксида натрия. К обесцвеченному раствору добавьте 1 каплю ацетона. При слабом нагревании от тепла рук выпадает бледно-жёлтый осадок йодоформа, обладающего стойким характерным запахом. Наблюдения и выводы запишите в журнал.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение получения хлороформа из ацетальдегида.
2. Охарактеризуйте физические свойства и практическое применение хлороформа и йодоформа.
3. Какой токсичный продукт образуется из хлороформа на свету под действием кислорода воздуха? Напишите схему реакции.
4. Какими особыми свойствами обладают перфтороуглеводороды? Каково их практическое применение?
5. Приведите примеры галогенопроизводных – хладоагентов.

Лабораторная работа № 5

СПИРТЫ И ТИОЛЫ

Реактивы и оборудование: спирты: этиловый, изоамиловый, изопропиловый, *втор*-бутиловый, *трет*-бутиловый, этиленгликоль, глицерин, реактив Лукаса (хлорид цинка, растворенный в концентрированной соляной кислоте), фуксин-сернистая кислота, 2% раствор CuSO_4 , 10% раствор H_2SO_4 , 10 % водный раствор бихромата калия, 10%-й раствор NaOH , 0,1% раствор NaOH , 20% раствор тетрабората натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$, фенолфталеин, универсальная индикаторная бумага, пробирки, пипетки, штативы, спиртовки.

Опыт 1
РАСТВОРИМОСТЬ ОДНО- И МНОГОАТОМНЫХ СПИРТОВ В ВОДЕ И
ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ.
ОТНОШЕНИЕ АЛИФАТИЧЕСКИХ СПИРТОВ
К ИНДИКАТОРАМ

Ход работы

1.1. В подписанные пробирки поместите по 3 мл воды и добавьте в каждую, соответственно, по несколько капель этилового, пропилового, изопропилового, бутилового, изобутилового, трет-бутилового и изоамилового спиртов, этиленгликоля и глицерина. Пробирки встряхните.

В две пробирки поместите по 0,5 мл циклогексана и добавьте в одну несколько капель этиленгликоля, в другую – глицерина.

Отметьте растворимость спиртов с разным числом углеродных атомов, гидроксильных групп и различным положением гидроксильной группы.

1.2. Испытайте водные растворы с помощью универсального индикатора. Сравните кислотно-основные свойства данных спиртов.

ВОПРОСЫ

1. Чем определяется растворимость в воде низших спиртов?
2. Почему этиленгликоль и глицерин растворяются в полярных растворителях и не растворяются в неполярных?
3. Почему данные спирты являются слабыми ОН-кислотами по Брёнстеду? Что является определяющим фактором стабилизации алкоксид-ионов в воде?
4. Расположите в ряд по увеличению собственной кислотности (в газовой фазе) спирты: бутиловый, *втор*-бутиловый, *трет*-бутиловый, метанол.

Опыт 2
ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПЕРВИЧНЫХ, ВТОРИЧНЫХ, ТРЕТИЧНЫХ
СПИРТОВ. ПРОБА ЛУКАСА

Проба Лукаса позволяет идентифицировать первичные (до C₆), вторичные и третичные спирты по различной реакционной способности с хлороводородной кислотой. Третичные спирты реагируют сразу при комнатной температуре с образованием несмешивающегося с водой слоя хлороалкана. Для взаимодействия первичных и вторичных нужен катализатор – хлорид цинка. Вторичные - реагируют в течение нескольких минут с помутнением раствора и выделением капель хлороалкана. Растворы первичных спиртов при комнатной температуре остаются прозрачными (за исключением аллилового и бензилового спиртов)

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Подпишите 3 пробирки. В них налейте по 3-4 капли соответственно этилового, изопропилового и *трет*-бутилового спиртов, добавьте по 6 капель реактива Лукаса (конц. хлороводородная кислота в присутствии хлорида цинка), встряхните и наблюдайте за изменениями при комнатной температуре в течение 5 мин.

ВОПРОСЫ

1. Расположите данные в опыте спирты по уменьшению реакционной способности с хлороводородной кислотой.

2. Приведите механизм реакции каждого из спиртов с реактивом Лукаса. Какую роль выполняет хлорид цинка как кислота Льюиса?

Опыт 3 ОКИСЛЕНИЕ ЭТИЛОВОГО СПИРТА РАСТВОРОМ ДИХРОМАТА КАЛИЯ

Окисление этанола приводит к образованию ацетальдегида, ацетала (продукта взаимодействия альдегида с неокисленным спиртом), и далее - уксусной кислоты. Так же образуются небольшие количества этилсерной кислоты, уксусно-этилового эфира, CO_2 , SO_2 .

Ход работы

В сухую пробирку осторожно налейте 0,5 мл раствора дихромата калия, 1 мл серной кислоты и по каплям 0,5 мл этанола.

Отметьте окраску раствора.

Реакционную смесь осторожно нагрейте над пламенем горелки. Отметьте изменение окраски раствора. Ощущается характерный запах уксусного альдегида, напоминающий запах антоновских яблок.

Наличие альдегида определяют по следующей цветной реакции: в пробирку с 3-мя каплями фуксинсернистой кислоты вносят 1 каплю полученного раствора альдегида. Появляется фиолетово-розовое окрашивание.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции окисления этанола дихроматом калия в кислой среде и расставьте коэффициенты методом электронного баланса.

2. Какие продукты образуются при окислении метанола перманганатом калия в кислой среде? Напишите уравнения реакций, расставьте коэффициенты методом электронного баланса.

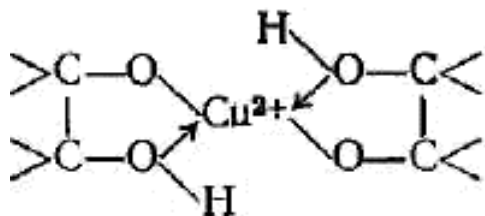
3. Каково практическое значение метанола? Для чего в промышленности и медицинской практике применяется этанол?

Опыт 4 СВОЙСТВА МНОГОАТОМНЫХ СПИРТОВ

4.1. Взаимодействие многоатомных спиртов с гидроксидом меди (II) в щелочной среде.

Это – качественная реакция на многоатомные спирты.

Если в молекуле спирта имеется виц-диольный фрагмент, то с гидроксидом меди(II) в щелочном растворе сначала образуется алколят меди, а затем он превращается в хелатный комплекс с двумя молекулами спирта. Комплексообразователь – ион Cu^{2+} с координационным числом 4, а лиганды – атомы кислорода четырех гидроксогрупп:



Эти комплексные ионы обуславливают интенсивную синюю или фиолетовую окраску раствора. Такие соединения устойчивы к действию щелочей, а в кислом растворе образуются исходный спирт и медная соль примененной кислоты. При этом окраска раствора исчезает или ее интенсивность резко уменьшается.

Ход работы

В пробирку поместите 4 капли 2% раствора сульфата меди (II), 6 капель 10% раствора гидроксида натрия, перемешайте. Что наблюдаете?

В пробирку добавьте несколько капель глицерина (или этиленгликоля), перемешайте. Отметьте изменения в пробирке.

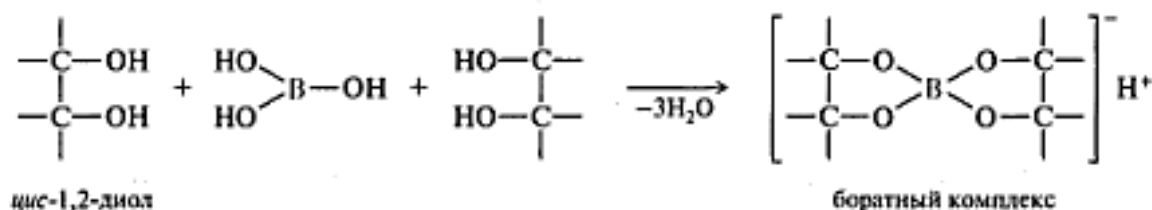
ВОПРОСЫ

1. Напишите схемы реакций: 1) получения гидроксида меди (II); 2) образования комплекса глицерина (или этиленгликоля) с ионом меди (II).
2. Будет ли идти эта реакция с ксилитом, пентандиолом-2,4? Ответ поясните.
3. Опишите физические свойства этиленгликоля и глицерина. Каково практическое значение этиленгликоля, глицерина, сорбитола и ксилита?

4.2 Взаимодействие многоатомных спиртов с борной кислотой

Комплексы, которые возникают при взаимодействии борной кислоты с многоатомными спиртами с *цис*-расположением 1,2-диольной группы, обладают довольно сильными кислотными свойствами. Транс-1,2-диолы такие комплексы не образуют.

Бораты циклических цис-1,2-диолов (например моносахаридов) используются в хроматографии и электрофорезе полиолов.



Ход работы

В одну пробирку налейте 1 мл воды, добавьте 3 капли глицерина и 1 каплю 0,1%-го раствора NaOH. Добавьте 1%-й спиртовой раствор фенолфталеин до розового цвета.

В другую пробирку налейте 1 мл 20%-го раствора тетрабората натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ и 1 каплю раствора фенолфталеина.

Смешайте растворы. Розовая окраска должна исчезнуть.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции образования боратного комплекса глицерина.
2. Почему исчезает розовая окраска раствора?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 СВОЙСТВА ФЕНОЛОВ

Реактивы и оборудование: 1%-ый раствор фенола, 1%-ый раствор пирокатехина, 1%-ый раствор резорцина, 1%-ый раствор гидрохинона, 1%-ый раствор пирогаллола, 2%-й раствор FeCl_3 , 10%-ный раствор гидроксида натрия, 1% раствор нитрата серебра, 10% раствор иодида калия, бензол, 10%-ный раствор серной кислоты, концентрированная серная кислота, бромная вода, универсальный индикатор, пробирки, пипетки, штативы, спиртовки.

:

Опыт 1 КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА ФЕНОЛЫ

1.1. Взаимодействие фенолов с хлоридом железа (III)

Фенолы (фенол, пирокатехин, резорцин, гидрохинон, пирогаллол) имеют характерную цветную реакцию с FeCl_3 в водных растворах с появлением окрашивания (красно-фиолетового, сине-фиолетового, зелёного и др.). Окраска исчезает после прибавления сильной кислоты, спирта или избытка хлорида железа (III), т.к. уменьшается степень диссоциации фенолята, снижается концентрация окрашенных анионов. При подщелачивании окраска также исчезает вследствие связывания ионов железа с образованием его гидроксида.

Предполагают, что в результате реакции образуются комплексные феноляты $\text{Fe}(\text{III})$:



Реакцию используют для качественного открытия фенолов.

Ход работы.

Осторожно! Фенолы вызывают ожоги.

В пробирки помещают по несколько капель растворов фенолов (фенола, пирокатехина, резорцина, гидрохинона, пирогаллола). В каждую пробирку добавляют по 2 - 4 капли 2% раствора хлорида железа (III).

ВОПРОСЫ

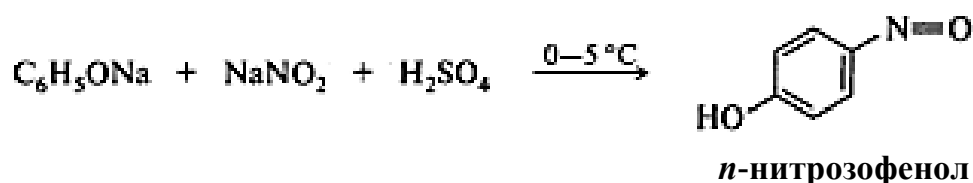
1. Приведите структурные формулы использованных в опыте фенолов.
2. Покажите строение комплексного соединения фенола с Fe(III).
3. Почему для обнаружения нафтолов используются не водные, а спиртовые растворы?

1.2. Цветная реакция с образованием индофенола

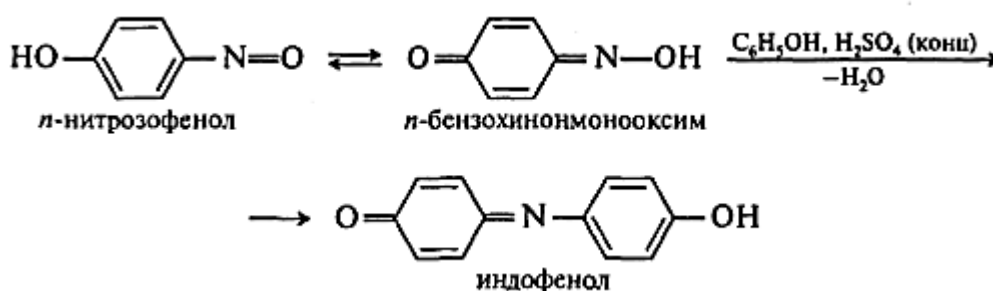
Индофенол – простейший из группы индофеноловых красителей, окрашенных в синие и зелёные цвета. Он является продуктом конденсации оксима *n*-бензохинона с избытком фенола в присутствии концентрированной H₂SO₄.

Оксима *n*-бензохинона получают в реакции нитрозирования фенола.

Нитрозирование лучше проводить с растворимыми фенолями. Нитрозил-катион N⁺=O генерируется при взаимодействии нитритов с сильными кислотами. Реакция протекает преимущественно в *пара*-положение к OH-группе.



n-нитрозофенол в растворе существует в таутомерном равновесии с оксимом *n*-бензохинона (он преобладает).



Ход работы.

В пробирку поместите 1 кристаллик нитрита натрия (избыток вреден!) и 3 капли концентрированной H₂SO₄. К раствору добавьте несколько кристалликов фенола. Через несколько минут появляется синее окрашивание (реакция Либермана).

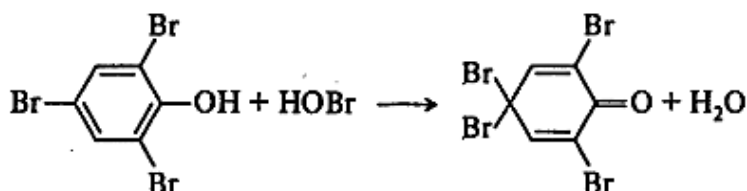
ВОПРОСЫ

1. Приведите примеры реакций, подтверждающих существование таутомеров *n*-нитрозофенола: реакции фенольной формы, карбонильной группы.
2. Можно ли с помощью реакции Либермана обнаружить фенолы, содержащие заместители в *пара*-положении?

Опыт 2

БРОМИРОВАНИЕ ФЕНОЛА

Бромирование фенола идёт легко и даже трудноконтролируемо при комнатной температуре и без катализатора с образованием сначала 2,4,6 - трибромфенола (осадок белого цвета). В избытке бромной воды образуется «тетрабромфенол» (осадок жёлтого цвета). Реакция позволяет обнаружить фенол в концентрации 10^{-4} моль/л.



Ход работы

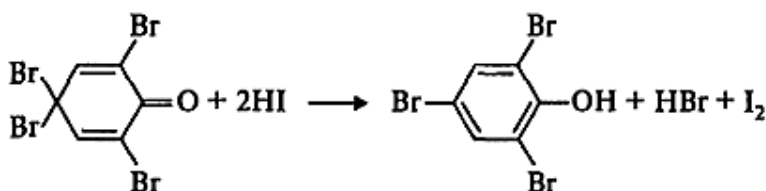
! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку несколько кристалликов фенола и 3-4 капли воды. Перемешайте. К эмульсии добавьте 6-7 капель бромной воды. Что наблюдаете?

Добавьте в пробирку ещё 3 капли бромной воды. Какие изменения произошли?

Прокипятите реакционную массу в течение 1 мин. для удаления избытка брома и дайте ей остыть. При кипячении осадок исчезает, при охлаждении снова появляется.

Добавьте в пробирку 2 капли 10%-го раствора иодида калия и 0,5 мл бензола. Встряхните. Выделившийся йод экстрагируется слоем бензола и он приобретает красно-фиолетовую окраску.



ВОПРОСЫ

1. Почему фенола в отличие от бензола галогенируются легко? Проанализируйте электронные эффекты в молекуле фенола.

Опыт 3

ОКИСЛЕНИЕ МНОГОАТОМНЫХ ФЕНОЛОВ

Фенолы довольно легко окисляются (уже при стоянии на воздухе). А многоатомные фенолы с *орто*- и *пара*-положением OH -групп окисляются ещё легче.

Ход работы

В три подписанные пробирки поместите по 2 капли растворов гидрохинона, пирокатехина и резорцина соответственно. Добавьте к ним по 1-2 капли 1%-го раствора нитрата серебра. Что наблюдаете?

1. Какие продукты образуются при окислении фенолов в условиях данного опыта? Напишите схемы реакций.

2. Сравните восстановительную способность данных фенолов по отношению к Ag^+ .

2. Гидрохинон, благодаря его восстанавливающим свойствам, используют в процессе фотографического проявления. Напишите схему реакции гидрохинона с бромидом серебра в щелочной среде.

3. Приведите примеры лекарственных средств, содержащих фенольные фрагменты. Предположите, чего следует избегать при работе с ними и хранении этих лекарственных средств?

Лабораторная работа № 6

ПРОСТЫЕ ЭФИРЫ

Цель работы: овладение навыками лабораторного способа получения диэтилового эфира, проверки эфиров на наличие пероксидов; изучение химических свойств простых эфиров.

Реактивы и оборудование: этанол, концентрированная серная кислота, концентрированная соляная кислота, иодид калия, раствор сульфата железа (II) (конц.), 10%-ный раствор гидроксида натрия, крахмальный клейстер, диэтиловый эфир, 1% раствор нитрата серебра, 10% раствор иодида калия, бензол, 10%-ный раствор серной кислоты, концентрированная серная кислота, бромная вода, универсальный индикатор, пробирки, пипетки, штативы, спиртовки.

Опыт 1

ПОЛУЧЕНИЕ ДИЭТИЛОВОГО ЭФИРА

Спирты взаимодействуют с неорганическими кислородсодержащими кислотами с образованием кислых и средних сложных эфиров. Сначала при взаимодействии первичных спиртов с концентрированной серной кислотой образуются кислые эфиры – алкилсульфаты. После при нагревании из алкилсерной кислоты образуются алкены и простые эфиры (эфиры - в условиях избытка спирта в результате межмолекулярной дегидратации). Простые эфиры более летучи, чем спирты с теми же углеводородными радикалами, и менее реакционноспособны.

При взаимодействии серной кислоты с высшими первичными спиртами образуются преимущественно непредельные углеводороды и лишь небольшие количества простых эфиров. Вторичные и третичные спирты в этих условиях не образуют устойчивых алкилсерных кислот, а сразу дегидратируются.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В сухую пробирку налейте 1 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. (Осторожно, смесь сильно разогревается!).

Смесь осторожно нагрейте над пламенем спиртовки до начала кипения. Затем нагретую пробирку уберите от спиртовки. К горячей смеси осторожно, по каплям прилейте еще 1 мл этилового спирта.

Ощущается запах диэтилового эфира.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения образования этилсерной кислоты и диэтилового эфира. Приведите их механизм.
2. Какой побочный продукт образуется в этой реакции?

Опыт 2

ОБНАРУЖЕНИЕ ПЕРОКСИДОВ В ДИЭТИЛОВОМ ЭФИРЕ

Под действием кислорода воздуха и на свету диалкиловые эфиры склонны к автоокислению. Образующиеся пероксиды и гидропероксиды опасны, т.к. при работе с эфирами (например, при перегонке) могут привести к взрыву.

Перед работой с эфирами необходимо проверить их на присутствие пероксидов с помощью реакции с иодидом калия:



Для удаления пероксидов пользуются восстановителями: концентрированным раствором сульфата железа (II) или олова (II). Эфир взбалтывают с концен до исчезновения реакции с иодидом калия.

Ход работы

В пробирку прилейте 5 капель диэтилового эфира. Добавьте 3 капли 10% раствора иодида калия и 2 капли 10% раствора хлороводородной кислоты. При наличии пероксидов выделяется йод и эфир приобретает желтую окраску.

Если окраска трудноразличима, то добавьте в пробирку 2 капли 0,5% крахмального клейстера. Появляется синее окрашивание.

ВОПРОСЫ

1. По результатам опыта сделайте вывод, можно ли использовать для перегонки данный образец эфира?
2. Почему эфир для наркоза хранят в темной посуде?
3. Перечислите области применения диэтилового эфира.
4. С какой целью в диэтиловый эфир, выпускаемый промышленностью, добавляют небольшое количество гидрохинона?
5. Тетрагидрофуран (ТГФ) применяется как растворитель органических соединений. Возможно ли образование пероксидных соединений при контакте ТГФ с воздухом? Если «да», то приведите схему происходящей реакции.

Опыт 3

ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА ДИЭТИЛОВОГО ЭФИРА

В пробирку внесите 5 капель концентрированной серной или соляной кислоты. Далее при охлаждении (в стакане с ледяной водой) и взбалтывании медленно добавьте 5 капель диэтилового эфира. Образуется гомогенный раствор.

Затем в холодный раствор при взбалтывании прибавьте 5 капель холодной воды. Над водным слоем кислоты всплывает эфир (верхний слой) и ощущается его характерный запах.

ВОПРОСЫ

1. Почему раствор эфира с кислотой не имеет запаха эфира?
 2. Напишите схемы реакций диэтилового эфира с концентрированной серной кислотой. Какие свойства проявляет диэтиловый эфир в этих реакциях?
 3. Напишите схему реакции гидросульфата диэтилоксиона с водой.
 4. Сравните основные свойства диэтилового эфира и воды.
 5. Сравните основные свойства диметилового эфира, анизола и дифенилового эфира.
 6. Какое значение для расщепления простых эфиров имеет реакция протонирования по атому кислорода? Какие кислоты используют для этой реакции? Расщепляются ли простые эфиры водными растворами щелочей и разбавленными кислотами?
5. Гваякол и вератрол используют в производстве душистых веществ и лекарственных средств. Напишите схемы реакций расщепления вератрола и гваякола концентрированной йодоводородной кислотой. Покажите механизм реакции расщепления гваякола.

Лабораторная работа № 7

АЛЬДЕГИДЫ, КЕТОНЫ

Цель работы: изучение свойств карбонильных соединений: реакции нуклеофильного присоединения по карбонильной группе, альдольной и кротоновой конденсации, овладение навыками проведения качественных реакций альдегидов и метилкетонов.

Реагенты и оборудование: формальдегид, гидроксиламина гидрохлорид, уксусный альдегид, ацетон, фуксинсернистая кислота, 3% раствор 2,4-динитрофенилгидразина, 5 %-й водный раствор формальдегида, 40% раствор формальдегида, 1 % раствор нитрата серебра, 5% раствор аммиака, 10% раствор гидроксида натрия, раствор йода в йодиде калия, насыщенный раствор гидросульфита натрия, 2 %-й раствор сульфата меди (II), концентрированная соляная кислота, 10% раствор соляной кислоты, 10% раствор карбоната натрия, 5% раствор нитропруссиды натрия, индикаторы метилоранж и фенолфталеин; пробирки, пипетки, газоотводные трубки, спиртовки, штативы, предметное стекло, микроскоп, стаканы на 50–100 мл, лед.

Опыт 1

ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИМА АЦЕТОНА

Ход работы

В пробирку поместите по 1 полной лопаточке гидрохлорида гидроксиламина и карбоната натрия и растворите в 1-1,5 мл воды.

После выделения основной массы диоксида углерода раствор хорошо охладите, поставив пробирку в ледяную воду, затем при встряхивании добавьте к нему 15 капель ацетона. Смесь разогревается, и выпадают белые кристаллы.

Смесь снова охладите и оставьте стоять на несколько минут. В холодном растворе растворимость оксима ацетона понижается, и он лучше выпадает в осадок.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему и механизм реакции получения оксима ацетона.
2. Приведите схему реакции оксимного титрования, которое используется в фармацевтическом анализе на примере камфоры.

Опыт 2

ПОЛУЧЕНИЕ 2,4-ДИНИТРОФЕНИЛГИДРАЗОНА ФОРМАЛЬДЕГИДА

Арилгидразоны – это соединения с чёткими температурами плавления, хорошо кристаллизующиеся. Их используют для идентификации карбонильных соединений из которых они были получены.

Ход работы

Поместите в пробирку 5 капель 3%-го раствора 2,4-динитрофенилгидразина и 2 капли 40%-го раствора формальдегида до появления осадка.

2. Будет ли вступать в эту реакцию ацетон?

ВОПРОСЫ

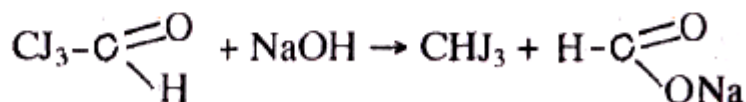
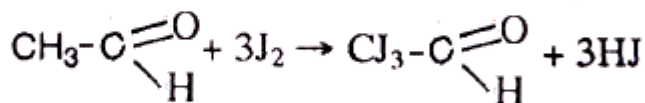
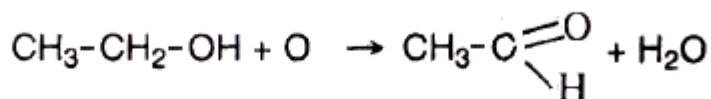
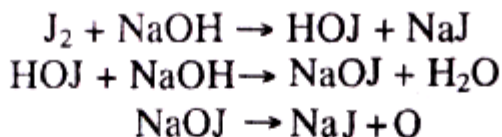
1. Напишите схему и механизм происходящей реакции.
2. Вступают ли в эту реакцию кетоны?

Опыт 3

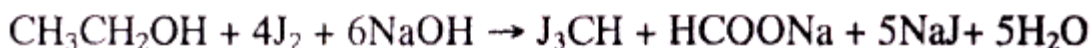
ЙОДОФОРМНАЯ ПРОБА НА АЦЕТОН

Тригалогеенопроизводные метилкетонов и ацетальдегида в щелочной среде расщепляются с образованием галоформов и солей карбоновых кислот.

Йодоформ – кристаллическое вещество бледно-жёлтого цвета со специфическим запахом появляется при взаимодействии указанных веществ с йодом в присутствии щёлочи.



В общем виде:



Реакция в клинических лабораториях применяется для открытия ацетона в моче и называется пробой Либена.

Ход работы

В пробирку поместите 1-2 капли раствора йода в йодиде калия и прибавьте по каплям 10%-й раствор гидроксида натрия до обесцвечивания. Затем к раствору добавьте 1 каплю ацетона. Сразу выпадает осадок йодоформа.

ВОПРОСЫ

1. Запишите схемы реакций образования йодоформа с ацетоном и ацетальдегидом.
2. Какие структурные обуславливают положительную йодоформную пробу?

Опыт 4

РЕАКЦИЯ АЦЕТОНА С ГИДРОСУЛЬФИТОМ НАТРИЯ И ГИДРОЛИЗ ПОЛУЧЕННОГО ПРОИЗВОДНОГО

α -гидроксисульфонаты натрия – гидроксисульфитные производные образуются при взаимодействии большинства альдегидов, метилкетонов и циклических кетонов с насыщенным раствором гидросульфита натрия.

Ход работы

4.1. В пробирку прилейте 3 мл насыщенного раствора гидросульфита натрия и добавьте при 2 мл ацетона при энергичном встряхивании. Смесь разогревается. Поместите пробирку в стакан со льдом. Через некоторое время в пробирке выпадает кристаллический осадок гидросульфитного производного ацетона:

Если осадок не появляется, то кристаллизацию вызывают потиранием стеклянной палочкой о стенку пробирки.

Поместите несколько кристаллов на предметное стекло и рассмотрите под микроскопом их форму кристаллов. Они имеют вид неправильных четырехугольников.

4.2. Кристаллы гидросульфитного производного отфильтруйте и разделите на две пробирки. В одну пробирку прилейте 1 мл 10%-ной соляной кислоты, во вторую – 1 мл 10%-ного раствора карбоната натрия. Пробирки слегка нагрейте. Отметьте запах выделяющихся паров (нюхать осторожно!).



Рис. 1. Кристаллы продукта присоединения гидросульфита натрия к ацетону

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции образования гидросульфитного производного ацетона и пропаналя. Назовите механизм реакции. Какой атом гидросульфита натрия выполняет роль нуклеофила?

2. Для чего используют реакцию образования гидросульфитных производных альдегидов и кетонов?

3. Напишите уравнения реакций гидролиза гидросульфитного производного ацетона в кислой и щелочной среде.

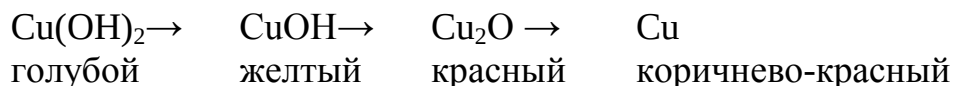
Опыт 5

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА АЛЬДЕГИДЫ

5.1. Окисление альдегидов гидроксидом меди (II) (реакция Троммера)

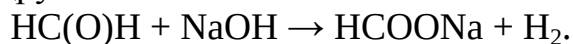
Сульфат меди (II) при взаимодействии со щелочью образует голубой осадок гидроксида меди (II), который при нагревании теряет воду и превращается в чёрный CuO .

Альдегиды являются восстановителями и при нагревании в щелочной среде легко окисляются до карбоновых кислот, а соединения Cu (II) восстанавливаются до Cu (I) и далее до металлической меди. Если пробирка очень чистая, то на её стенках может выделиться металлическая медь («медное зеркало»). Ход реакции легко проследить по изменению цвета осадка:



Реактив Фелинга (комплексное соединение Cu (II) с сегнетовой солью (виннокислый калий-натрий) даёт тот-же результат. Но он не даёт этой реакции с ароматическими альдегидами. Иногда используют меднолимоннокислый комплекс, полученный при взаимодействии соли лимонной кислоты, соды и соли Cu (II) (реактив Бенедикта).

Избыток щелочи резко ускоряет окисление альдегидов. Формальдегид не только окисляется, но и в присутствии катализаторов (Cu_2O или Ag_2O) взаимодействует со щелочью по другой схеме:



Образующийся водород восстанавливает соединения меди или серебра до металла.

Ацетон и другие кетоны не окисляются мягкими окислителями, в том числе Cu(OH)_2 . При нагревании Cu(OH)_2 разлагается с образованием чёрного осадка CuO и воды.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

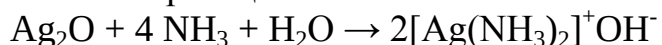
Подпишите две пробирки: «формальдегид» и «ацетон». В одну пробирку поместите 0,5 мл раствора формальдегида, во вторую – 0,5 мл ацетона. Потом в каждую – по 1 мл раствора гидроксида натрия, затем при встряхивании добавьте по каплям раствор сульфата меди (II) до появления взвеси гидроксида меди (II).

Нагрейте верхнюю часть пробирок на спиртовки до кипения или в водяной бане.

5.2. Окисление альдегидов реактивом Толленса (реакция «серебряного зеркала»)

Реакция служит для качественного обнаружения альдегидной группы. Альдегиды, в отличие от кетонов, восстанавливают соли меди и серебра в щелочном растворе; кетоны обычно не так легко окисляются.

При взаимодействии нитрата серебра с OH^- образуется Ag_2O , который переходит в комплекс гидроксида диамминсеребра (реактив Толленса, 1881 г.) в присутствии избытка аммиака по реакции:



Реактив Толленса окисляет альдегиды до соответствующих кислот. Ag^+ восстанавливается до металлического серебра и оседает в виде зеркального слоя на стенках пробирки или выпадает в виде чёрного осадка. Избыток гидроксильных ионов, получающийся при добавлении щелочи, ускоряет окисление альдегидов, а избыток аммиака снижает чувствительность реакции.

Ацетон в щелочном растворе не реагирует с солями меди, но восстанавливает соли серебра. Сильные органические восстановители (многие многоатомные фенолы, ароматические амины, аминифенолы, оксикетоны) также реагируют с солями меди и серебра как и альдегиды.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку поместите 1 каплю 5% -го раствора нитрата серебра и 1 каплю 10% -го раствора гидроксида натрия. К полученному бурому осадку добавьте 10%-й водный раствор аммиака по каплям при перемешивании только до раство-

рения осадка. После растворения осадка прибавьте 2 капли формалина и осторожно, не перемешивая, нагрейте на пламени спиртовки или в водяной бане

ВОПРОСЫ

1. Запишите свои наблюдения. Какие изменения происходят в оп.4.1 в пробирке с ацетоном и с формальдегидом? Произошло ли окисление ацетона?
2. Напишите уравнение реакции окисления формальдегида гидроксидом меди (II).
3. Напишите схему реакции серебряного зеркала для формальдегида.
4. Можно ли использовать как качественную пробу реакцию серебряного зеркала для кетонов?

Опыт 6

ЦВЕТНАЯ РЕАКЦИИ НА АЛЬДЕГИДЫ С ФУКСИНСЕРНИСТОЙ КИСЛОТОЙ

Реакция характерна только для альдегидов. Краситель трифенилметанового ряда фуксин имеет ауксохромы - аминогруппы, находящиеся в p, π –сопряжении с бензольными кольцами. Хромофор в виде большой сопряжённой системы изменяет свою структуру при взаимодействии с альдегидами и при последующем добавлении концентрированной соляной кислоты.

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В две пробирки поместите по 2 капли фуксинсернистой кислоты. В одну из них добавьте 2 капли раствора формальдегида, в другую – 2 капли уксусного альдегида. Раствор фуксинсернистой кислоты при добавлении раствора формальдегида постепенно окрашивается в фиолетовый цвет, при добавлении уксусного альдегида – в розово-фиолетовый цвет.

Затем в обе пробирки добавьте по 1 капле концентрированной соляной кислоты. Как меняется окраска растворов?

Опыт 7

ЦВЕТНАЯ РЕАКЦИИ АЦЕТОНА С НИТРОПРУССИДОМ НАТРИЯ

Эта реакция называется *проба Легалья* и применяется для обнаружения ацетона в моче как и йодоформная проба. Цветную реакцию с нитропруссидом натрия дают альдегиды и кетоны.

Ход работы

В пробирку поместите 2–3 капли водного раствора ацетона, 1 каплю раствора нитропруссид натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ и 1 каплю 10% раствора гидроксида натрия. Затем прибавьте 1 каплю уксусной кислоты.

Зафиксируйте, как меняется окраска растворов.

Опыт 8

ДИСПРОПОРЦИОНИРОВАНИЕ ФОРМАЛЬДЕГИДА

Формальдегид окисляется до кислоты за счёт другой молекулы формальдегида, восстанавливающуюся до спирта. Если требуется нейтральный формалин, то его нужно нейтрализовать непосредственно перед работой.

Ход работы

Поместите в пробирку 2-3 капли 40% раствора формальдегида. Добавьте 1 каплю индикатора метилового красного, диапазон изменения окраски которого лежит в интервале рН 4,8—6,0.

ВОПРОСЫ

1. Какова окраска индикатора в растворе формальдегида?
2. Напишите схему реакции диспропорционирования формальдегида.
2. Какое соединение обуславливает изменение окраски индикатора?

Опыт 9

АЛЬДОЛЬНАЯ И КРОТОНОВАЯ КОНДЕНСАЦИЯ УКСУСНОГО АЛЬДЕГИДА И ЕГО ОСМОЛЕНИЕ

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку прилейте 3 мл 10%-го раствора гидроксида натрия и добавьте 5–6 капель уксусного альдегида. Реакционную смесь нагрейте на пламени спиртовки. Сначала образуется альдоль, имеющий приятный запах, а затем продукт кротоновой конденсации - кротоновый альдегид – соединение с резким неприятным запахом. При длительном нагревании жидкость становится бурой в результате образования смолы.

ВОПРОСЫ

1. Напишите механизмы реакций альдольной и кротоновой конденсации уксусного альдегида в щелочной среде.
2. Напишите схему реакции перекрёстной конденсации пропионового и триметилуксусного альдегидов? Какой из них выполняет функцию метиленовой компоненты, карбонильной компоненты? Почему?
3. В какую реакцию в этих условиях вступает один триметилуксусный альдегид, бензальдегид?

Лабораторная работа № 8

КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель работы: изучение физических и химических свойств карбоновых кислот.

Реактивы и оборудование: ледяная уксусная кислота, 0,1М растворы муравьиной, уксусной, масляной, стеариновой и соляной кислот, олеиновая кислота, этиловый спирт, диэтиловый эфир, петролейный эфир, насыщенный раствор гидрокарбоната натрия, 10%-ный раствор карбоната натрия, бензойная кислота, 20%-ный раствор ацетата натрия, 3%-ный раствор хлорида железа (III); концентрированная азотная кислота, металлический магний, оксид меди (II), 5%-ный раствор хлорида кальция, 2%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор серной кислоты, известковая вода, баритовая вода, хлороформ, 10%-ный раствор гидроксида натрия; муравьиная кислота, формиат натрия, 10%-ный раствор аммиака, 5%-ный раствор нитрата серебра, насыщенный раствор бромной воды, универсальная индикаторная бумага со шкалой pH; пробирки, штативы, обратные холодильники, водяные бани, изогнутые газоотводные трубки, пипетки, газоотводные трубки с оттянутым концом, стаканы на 50 мл, спиртовки.

Опыт 1

РАСТВОРИМОСТЬ ПРЕДЕЛЬНЫХ КАРБОЛОВЫХ КИСЛОТ В РАЗЛИЧНЫХ РАСТВОРИТЕЛЯХ

Ход работы.

В подписанные пробирки внесите по 0,5 мл имеющихся кислот (муравьиной, уксусной, масляной, валериановой и стеариновой). Добавьте по 2 мл дистиллированной воды и перемешайте. Если кислота не растворяется, то пробирку нагрейте.

С плохо растворимыми в воде кислотами опыт повторите, используя этанол диэтиловый эфир и другие растворители.

ВОПРОСЫ

1. Как изменяется растворимость кислот в воде и органических растворителях с увеличением молекулярной массы?

Опыт 2

СРАВНЕНИЕ СИЛЫ КАРБОНОВЫХ И МИНЕРАЛЬНЫХ КИСЛОТ

Ход работы.

2.1. На полоску индикаторной бумаги нанесите по 1 капле 0,1М растворов муравьиной, уксусной, масляной, стеариновой и соляной кислот. По шкале определите pH этих растворов.

2.2. Реакция карбоновых кислот с гидрокарбонатом натрия

В две подписанные пробирки поместите 3 капли уксусной кислоты и немного (на кончике лопаточки) бензойной кислоты соответственно. В каждую пробирку прилейте по 2 капли насыщенного раствора гидрокарбоната натрия, перемешайте. Какой газ выделяется в пробирках?

ВОПРОСЫ

1. Напишите схемы реакций диссоциации данных кислот.
2. Чем определяется стабилизация карбоксилат-иона в водном растворе? Приведите строение карбоксилат-иона.
3. Как размер углеводородного радикала влияет на силу кислоты?
4. Запишите схемы реакций взаимодействия уксусной и бензойной кислот с гидрокарбонатом натрия. Сравните силу органической и неорганической кислоты в каждой паре.

Опыт 3 УКСУСНАЯ КИСЛОТА И ЕЁ СВОЙСТВА

3.1. Открытие уксусной кислоты

При действии хлорида железа (III) на ацетат натрия первоначально по обменной реакции образуется ацетат железа $(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{Fe}$, который сразу же частично гидролизуется до комплексного соединения хлорида основного гексаацетата железа $[\text{Fe}_3(\text{OH})_2(\text{CH}_3\text{COO})_6]^+\text{Cl}^-$, который и придаёт раствору характерную жёлто – красная окраску.

При кипячении гидролиз идёт дальше, и железо количественно выделяется в виде нерастворимого основного ацетата $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2^+\text{OH}^-$, который выпадает в виде красно-бурых хлопьев.

Эту реакцию применяют для удаления трёхвалентного железа из раствора. Аналогичную реакцию с хлорным железом дают соли пропионовой и муравьиной кислот. С многоатомными спиртами или гидроксикислотами железо образует устойчивые комплексные соединения, и в их присутствии удалить железо из раствора действием ацетата натрия не удаётся.

Ход работы

В пробирку налейте 3–4 капли 20%-ного раствора ацетата натрия и добавьте такое же количество 3%-ного раствора хлорида железа (III).

Отметьте изменения в пробирке.

Подогрейте раствор до кипения. Отметьте образование осадка и его цвет. Раствор над осадком становится бесцветным.

3.2. Взаимодействие уксусной кислоты с карбонатом натрия.

Ход работы

К 1–2 мл 10%-ного карбоната натрия прилейте 1 мл ледяной уксусной кислоты. Какой газ выделяется?

3.3. Взаимодействие уксусной кислоты с магнием.

Ход работы

В пробирку налейте 2 мл 0,1 М уксусной кислоты и добавьте 0,1-0,2 г металлического магния (в виде стружки). Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой.

Какой газ выделяется? Через некоторое время газ у конца газоотводной трубки подожгите.

3.4. Взаимодействие уксусной кислоты с оксидом меди (II).

Ход работы

В пробирку внесите 0,1–0,2 г оксида меди (II) и прилейте 2 мл уксусной кислоты. Реакционную массу осторожно нагрейте на пламени спиртовки.

Как изменился цвет раствора?

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения происходящих реакций.
2. Взаимодействует ли уксусная кислота с растворами сульфата натрия и хлорида натрия? Почему?

Опыт 4

ЩАВЕЛЕВАЯ КИСЛОТА И ЕЁ СВОЙСТВА

4.1. Обнаружение щавелевой кислоты

Ход работы

В пробирку поместите лопаточку щавелевой кислоты и прибавьте 3-4 капли воды до полного растворения. Пипеткой возьмите 1 каплю полученного раствора и нанесите на предметное стекло. Добавьте к ней 1 каплю 5% раствора хлорида кальция (41). Появляются кристаллы оксалата кальция. Предметное стекло поместите под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов: они похожи на почтовые конверты.

С помощью стеклянной палочки разделите кристаллы на предметном стекле на две части. К одной части прибавьте 1 каплю уксусной кислоты, к другой – 1 каплю 10%-й хлороводородной кислоты. В каком случае наблюдается растворение кристаллов оксалата кальция?



Рис. 1. Кристаллы оксалата кальция

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции образования оксалата кальция.
2. Какая из кислот — уксусная или хлороводородная — разлагает оксалат кальция? Напишите схему реакции.

4.2. Окисление щавелевой кислоты сернокислым раствором перманганата калия.

Окисление щавелевой кислоты перманганатом калия используется в аналитической практике для установления точной концентрации перманганата калия.

Ход работы

Поместите в пробирку 1 лопаточку щавелевой кислоты. Добавьте 2 капли 2%-го раствора перманганата калия и 1 каплю 10%-го раствора серной кислоты. Закройте отверстие пробирки пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите в пробирку с баритовой водой.

Нагрейте реакционную смесь. Раствор перманганата калия обесцвечивается, а во второй пробирке выпадает белый осадок.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции окисления щавелевой кислоты.
2. Образование какого газообразного продукта окисления щавелевой кислоты подтверждается с помощью пробы с баритовой водой? Напишите уравнение-реакции.

4.3. Декарбоксилирование щавелевой кислоты

Ход работы

В сухую пробирку поместите лопаточку щавелевой кислоты. Закройте отверстие пробирки пробкой с газоотводной трубкой и опустите конец её в пробирку с баритовой водой.

Нагрейте первую пробирку до появления осадка во второй пробирке. Удалите конец газоотводной трубки из жидкости и, продолжая нагревание первой пробирки, подожгите у отверстия трубки выделяющийся газ. Он горит характерным голубым пламенем.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции декарбоксилирования щавелевой кислоты.
2. Какой продукт разложения щавелевой кислоты образует осадок с известковой водой? Напишите уравнение реакции. Какой газ при поджигании горит голубым пламенем? Напишите уравнение реакции горения.

Опыт 5 МУРАВЬИНАЯ КИСЛОТА И ЕЁ СВОЙСТВА

5.1. Получение муравьиной кислоты

Ход работы

В пробирку налейте 5–6 капель хлороформа и добавьте 2–3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Перемешайте. Сверху поставьте обратный

холодильник. Смесь осторожно грейте на горелке в течение 3–4 мин (до кипения не доводить, так как хлороформ может испариться). В ходе реакции хлороформ гидролизует в щелочной среде с образованием натриевой соли муравьиной кислоты.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции получения муравьиной кислоты гидролизом хлороформа в щелочной среде.

5.2. Окисление муравьиной кислоты перманганатом калия.

В отличие от других карбоновых кислот, муравьиная кислота проявляет восстановительные свойства за счёт карбонильной группы подобно альдегидам.

Ход работы

В пробирку поместите 0,5 мл муравьиной кислоты или 0,5 г её соли (можно использовать раствор формиата натрия из предыдущего опыта), 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 2 мл 2%-ного раствора перманганата калия.

Закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой, конец которой поместите в пробирку с известковой или баритовой водой. Нагрейте реакционную смесь на пламени горелки до появления осадка во второй пробирке. Какие изменения происходят в пробирке с реакционной массой?

ВОПРОСЫ

1. Какая кислота образуется при окислении муравьиной кислоты перманганатом калия? Назовите продукты разложения этой кислоты. Напишите уравнение реакции.

2. Напишите уравнение реакции взаимодействия продукта окисления муравьиной кислоты с известковой водой?

5.3. Окисление муравьиной кислоты аммиачным раствором гидроксида серебра.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку поместите 1 каплю 5% -го раствора нитрата серебра и 1 каплю 10% -го раствора гидроксида натрия. К осадку оксида серебра добавляйте по каплям и при перемешивании 10%-й водный раствор аммиака до растворения осадка. После растворения осадка прибавьте 2-3 капли муравьиной кислоты или полученного в опыте 5.1. формиата натрия. Реакционную массу осторожно, не перемешивая, нагрейте на пламени спиртовки или в водяной бане.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение окисления муравьиной кислоты аммиачным раствором гидроксидом серебра.

2. Какую ещё реакцию можно привести в доказательство наличия карбонильной группы у муравьиной кислоты. Приведите уравнение этой реакции.

3. Опишите области применения муравьиной кислоты.

Опыт 6

ОКИСЛЕНИЕ НЕПРЕДЕЛЬНЫХ КИСЛОТ ПЕРМАНГАНАТОМ КАЛИЯ

Ход работы

Поместите в пробирку 1–2 мл олеиновой кислоты, 1–2 мл раствора карбоната натрия и 1–2 мл 2%-го раствора перманганата калия. Перемешайте. Какие изменения происходят с реакционной массой?

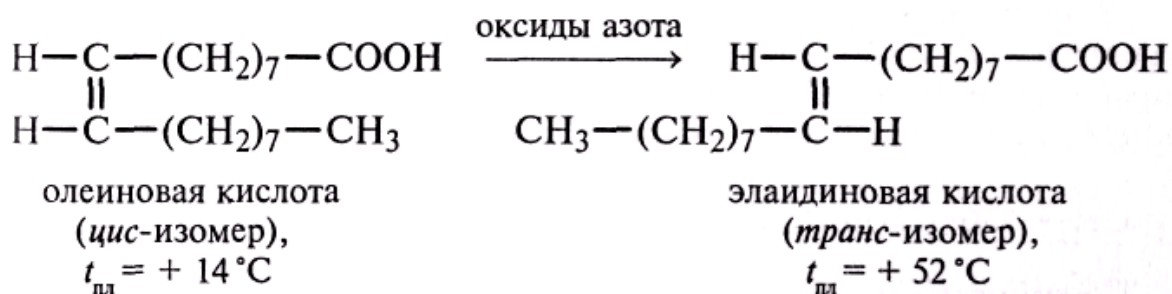
ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции взаимодействия олеиновой кислоты с раствором перманганата калия. Назовите полученный продукт.

Опыт 7

ИЗОМЕРИЗАЦИЯ ОЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ЭЛАИДИНОВУЮ

Ненасыщенные жирные кислоты могут подвергаться изомеризации с изменением конфигурации двойных связей. Это может происходить при нагревании, особенно в присутствии инициаторов радикальных реакций. Оксиды азота, образующиеся при взаимодействии азотной кислоты с медью, катализируют изомеризацию олеиновой кислоты в элаидиновую. На этой реакции основана элаидиновая проба, при помощи которой определяют тип масла (высыхающее (отрицательная проба) или невысыхающее (положительная проба)).



Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку 1 мл олеиновой кислоты, немного медных стружек (или небольших кусочков медной проволоки) и 1,5 мл концентрированной азотной кислоты. Содержимое пробирки интенсивно перемешайте и оставьте стоять в штативе под тягой на 1,5 ч., т.к. затвердевание массы кислоты происходит не сразу.

ВОПРОСЫ

1. Опишите происходящие в пробирке изменения.
2. Чем обусловлено изменение консистенции кислоты?

Лабораторная работа № 9

ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Цель работы: изучение свойств производных карбоновых кислот; овладение навыками получения сложных эфиров в лабораторных условиях и проведения кислотного и щелочного гидролиза сложных эфиров и амидов.

Реактивы и оборудование: мыло (стружки), 1%-ный водный раствор мыла, спиртовой раствор мыла, 5%-ный раствор хлорида кальция, 5%-ный раствор ацетата свинца, 5%-ный раствор сульфата меди (II), 10%-ный раствор соляной кислоты, 5%-ный раствор гидроксида натрия, 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина, керосин (бензол), диэтиловый эфир, этиловый спирт, изоамиловый спирт, концентрированная серная кислота, карбонат бария, изоамиловый спирт, ледяная уксусная кислота, насыщенный раствор хлорида натрия, насыщенный раствор хлорида натрия, этилацетат, 30%-ный раствор гидроксида натрия, фенол, ацетамид, ацетилхлорид, уксусный ангидрид, фталевый ангидрид, 1%-й раствора хлорида железа (III); пробирки, пипетки, штативы, термометры, обратные холодильники, лёд, изогнутые газоотводные трубки, химические стаканы на 50 мл и 100 мл, прямые газоотводные трубки с оттянутыми концами, водяная баня, спиртовки, кипятильники, стеклянные палочки, стеклянные лопаточки, держатели.

Опыт 1

ПОЛУЧЕНИЕ ЭТИЛАЦЕТАТА

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В сухую пробирку поместите 3 лопаточки безводного ацетата натрия и 3 капли этанола. Добавьте 2 капли концентрированной серной кислоты. Перемешайте содержимое пробирки. Затем закрепите в отверстие пробирки обратный холодильник и нагревайте на водяной бане 5–10 мин при температуре около 70°C. Появляется приятный освежающий запах этилацетата.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции образования этилацетата.
2. Приведите механизм реакции этерификации.
3. Охарактеризуйте роль концентрированной серной кислоты в механизме реакции этерификации.
4. Почему при добавлении избытка концентрированной серной кислоты сложный эфир карбоновой кислоты не образуется?
5. Напишите схемы реакций получения этилацетата из уксусного ангидрида и хлорангидрида уксусной кислоты. Сравните активность уксусной кислоты и данных производных как ацилирующих агентов.

Опыт 2 ПОЛУЧЕНИЕ ИЗОАМИЛАЦЕТАТА

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В сухую пробирку налейте 2 мл изоамилацетата, 2 мл ледяной уксусной кислоты и 0,5 мл концентрированной серной кислоты. Смесь хорошо перемешайте и нагревайте в кипящей водяной бане 7-10 мин.

Затем смесь охладите в стакане с ледяной водой и добавьте к ней 5 мл холодной дистиллированной воды.

Отметьте растворимость полученного эфира и его запах (нюхать осторожно!).

ВОПРОСЫ

1. Приведите механизм реакции образования изоамилацетата.
2. В каких растворителях хорошо растворимы сложные эфиры карбоновых кислот?
3. Охарактеризуйте области применения сложных эфиров карбоновых кислот.

Опыт 3 КИСЛОТНЫЙ И ЩЕЛОЧНОЙ ГИДРОЛИЗ ЭТИЛАЦЕТАТА

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В две подписанные пробирки налейте по 2–3 мл этилацетата. В первую добавьте 1 мл концентрированной серной кислоты, во вторую – 1 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия. Содержимое пробирок перемешайте. Затем закрепите в отверстиях пробирок обратные холодильники и нагревайте на водяной бане в течение 10 мин ($t = 70-75^{\circ}\text{C}$).

После окончания опыта сравните, насколько уменьшилось количество этилацетата в каждой пробирке.

ВОПРОСЫ

1. Напишите механизмы реакций гидролиза этилацетата в кислой и щелочной средах.
2. Почему в 1-й пробирке сохраняется запах этилацетата? Чем объясняется полное исчезновение запаха этилацетата во 2-й пробирке?
3. Почему реакция щелочного гидролиза сложного эфира необратима, в отличие от кислотного гидролиза?
4. Сделайте вывод о скорости гидролиза сложного эфира в кислой и щелочной средах.

Опыт 4

ГИДРОЛИЗ ХЛОРАНГИДРИДОВ И АНГИДРИДОВ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

4.1. Гидролиз ацетилхлорида.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку налейте 1 мл холодной дистиллированной воды и осторожно добавьте 3 капли ацетилхлорида. Перемешайте. Закрепите в отверстие пробирки обратный холодильник. Нерастворимый в воде ацетилхлорид бурно с нею реагирует, реакционная масса становится гомогенной и разогревается.

4.2. Взаимодействие уксусного ангидрида с водой.

Ангидриды карбоновых кислот взаимодействуют с водой медленнее, чем хлорангидриды, поэтому реакцию ускоряют нагреванием.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку налейте 2 мл воды и 1 мл уксусного ангидрида. Смесь интенсивно перемешайте. Через некоторое время образуются два слоя, причем уксусный ангидрид образует нижний слой ($\rho = 1,08 \text{ г/см}^3$). Поставьте на пробирку обратный холодильник и осторожно нагрейте на водяной бане. В результате гидролиза уксусного ангидрида смесь становится однородной.

ВОПРОСЫ

1. Напишите механизмы реакций гидролиза ацетилхлорида уксусного ангидрида.
2. Почему хлорангидриды карбоновых кислот гидролизуются в более мягких условиях, чем ангидриды?
3. Напишите структурную формулу муравьиноуксусного ангидрида. Приведите схему реакции ацилирования этим ангидридом анилина. Остаток какой кислоты является уходящей группой и почему?

Опыт 5

СИНТЕЗ ФЕНОЛФТАЛЕИНА И ИЗУЧЕНИЕ ЕГО ИНДИКАТОРНЫХ СВОЙСТВ

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В сухую пробирку поместите несколько кристаллов (на кончике лопаточки) фталевого ангидрида, добавьте 2-3 капли фенола и 1 каплю концентрированной серной кислоты. Смесь осторожно нагрейте до появления темно-красного окрашивания. Охладите.

К охлажденной смеси добавьте 10 капель воды и перемешайте.

Поместите на фильтровальную бумагу 2 капли полученного раствора на большом расстоянии друг от друга, чтобы не допустить смешивания расплывшихся растворов. После впитывания добавьте в центр каждого пятна по 1 капле 10% NaOH. Как изменяется цвет пятен?

Затем к одному окрашенному пятну добавьте каплю 10% HCl, а к другому – каплю концентрированного раствора NaOH. Как изменяется цвет пятен?

ВОПРОСЫ

1. Пользуясь материалами учебника [2], напишите схему синтеза фенолфталеина.

2. Напишите уравнения реакций фенолфталеина с образованием моноватриевой соли и далее динатриевой соли. Какой цвет имеют растворы этих солей?

3. Напишите уравнения реакций динатриевой соли фенолфталеина с HCl и с концентрированным раствором NaOH. Какие из продуктов этих реакций окрашены? В чём заключается причина появления и исчезновения окраски производных фенолфталеина?

5. Объясните, почему интервал pH работы фенолфталеина как индикатора соответствует 8,0–9,6?

Опыт 6 ЩЕЛОЧНОЙ ГИДРОЛИЗ АМИДОВ

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку несколько кристаллов (на кончике лопаточки) ацетамида, добавьте 10 капель 10%-го раствора гидроксида натрия, нагрейте до кипения на пламени спиртовки. Затем поднесите к отверстию смоченную водой индикаторную бумагу (универсальный индикатор или лакмус). Как изменяется цвет индикаторной бумаги?

ВОПРОСЫ

1. Приведите механизм реакции щелочного гидролиза ацетамида.
2. Чем обусловлено изменение окраски индикаторной бумаги?

Опыт 7 ВЫДЕЛЕНИЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ ИЗ ИХ СОЛЕЙ

Ход работы

В первую пробирку поместите 0,5 г ацетата кальция, добавьте к нему 3 мл разбавленной серной кислоты и слегка нагрейте смесь на пламени спиртовки.

происходит выделение уксусной кислоты, которая определяется по характерному резкому запаху (нюхать осторожно!).

Во вторую пробирку поместите примерно 1 г мыла (в виде стружки) и 10 мл дистиллированной воды. Пробирку нагрейте на пламени спиртовки при перемешивании до растворения мыла. Содержимое пробирки разделите на 2 части, примерно на 2 и 8 мл. Большую часть оставьте для проведения других опытов.

К полученному мыльному раствору добавьте 1 мл разбавленной серной кислоты. Выделяющиеся жирные кислоты малорастворимы в воде и раствор мутнеет. При охлаждении раствора высшие жирные кислоты всплывают на его поверхность.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение реакции выделения уксусной кислоты.
2. Напишите уравнение реакции выделения высшей жирной кислоты на примере стеарата натрия.
2. Почему серная кислота разлагает ацетат кальция и стеарат натрия?

Опыт 8

ОБРАЗОВАНИЕ МАЛОРАСТВОРИМЫХ СОЛЕЙ ВЫСШИХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

Натриевые и калиевые соли высших жирных кислот (ВЖК) - мыла хорошо растворимы в горячей воде и труднее - в холодной. Кальциевые, магниевые и свинцовые соли этих кислот, образующиеся при обменных реакциях, гораздо хуже растворяются в воде и сразу выпадают в осадок, вследствие чего жесткая вода не дает пены с мылом.

2.1. Получение кальциевого, свинцового и медного мыла.

Ход работы.

Используйте раствор мыла, полученный в опыте 1. Разделите его на 3 части.

В первую пробирку прилейте 1 мл 5%-ного раствора хлорида кальция, во вторую – 1 мл 5%-ного раствора ацетата свинца, а в третью – 1 мл 5%-ного раствора сульфата меди (II).

В первой пробирке выпадает белый осадок нерастворимых в воде кальциевых солей ВЖК (кальциевое мыло). Во второй - образуется белый осадок свинцовых солей ВЖК. В третьей - выпадает голубовато-зеленый осадок медного мыла.

Растворы каждого мыла разделите на 2 части и используйте в следующем опыте.

2.2. Свойства кальциевого, свинцового и медного мыла

Ход работы.

Малорастворимые в воде кальциевые, свинцовые, медные соли ВЖК хорошо растворяются в органических растворителях.

Возьмите первые три пробирки с полученным мылом и добавьте несколько капель керосина (бензола), встряхните. Медное мыло всплывает над поверхно-

стью водного слоя в виде изумрудно-зелёного колечка. Что происходит в двух других пробирках?

Возьмите другие три пробирки с мылом. В пробирки с кальциевым и свинцовым мылом добавьте по 1 мл 10%-ного раствора соляной кислоты. Осадки растворяются, а ВЖК постепенно всплывают над жидкой фазой.

Вторую пробирку с медным мылом нагрейте до начала кипения над пламенем спиртовки. Медное мыло плавится и всплывает в виде изумрудно-зеленого кольца. Если кольцо не образуется, то следует добавить несколько капель раствора сульфата меди (II), а затем снова нагреть смесь.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций получения кальциевого, медного и свинцового мыла исходя из стеарата натрия.
2. Напишите уравнения реакций взаимодействия кальциевого и свинцового мыла с раствором соляной кислоты.
3. Почему происходит растворение кальциевого, свинцового и медного мыла в органических растворителях?

Опыт 9 ГИДРОЛИЗ МЫЛА

Ход работы

В сухую пробирку поместите мыло в виде стружки. К нему прилейте 1 мл этилового спирта и 1 каплю 1 %-го спиртового раствора фенолфталеина. Покраснения не наблюдается, т.к. в спиртовом растворе мыло ионизировано очень слабо.

Затем к этому раствору осторожно, по стенке, добавьте 1 мл воды и наблюдайте изменение окраски на границе двух растворов.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции гидролиза мыла на примере пальмитата натрия.
2. Объясните, о чем свидетельствует первоначальное отсутствие окрашивания индикатора и появление окрашивания после добавления воды?

Опыт 10 ГИДРОКСАМОВАЯ ПРОБА ОБНАРУЖЕНИЯ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Производные карбоновых кислот ацилируют гидроксиламин с образованием гидроксамовых кислот $RC(O)NHNH_2$. Гидроксамовые кислоты способны образовывать окрашенные комплексы с ионами тяжёлых металлов (например, фиолетовые с ионом Fe^{3+}), что используется в целях обнаружения функциональных производных карбоновых кислот.

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку 1 лопаточку гидрохлорида гидроксиламина и 10 капель воды. Разлейте раствор в 2 пробирки.

В первую пробирку прибавьте 3 капли этилацетата, 2 капли этанола, 3 капли концентрированной серной кислоты.

Во вторую – прибавьте то же, но без этилацетата. Нагрейте обе пробирки до начала кипения. Охладите. В обе прилейте по несколько капель 10 %-го раствора HCl до кислой реакции по индикаторной бумаге. Затем добавьте по 1-2 капли 1%-го раствора FeCl₃.

В какой пробирке появилось окрашивание?

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции ацилирования гидроксиламина этилацетатом. Назовите полученный продукт.

2. Как называется механизм этой реакции?

3. Пользуясь материалом учебника [2], приведите строение одной из структур комплекса с ионом Fe³⁺.

4. Напишите схемы реакций кислотного и щелочного гидролиза полученной гидроксамой кислоты.

Лабораторная работа № 10 ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ НЕОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ

Цель работы: изучение свойств производных серной, борной и угольной кислот; изучение свойств мочевины; овладение навыками получения сложных эфиров неорганических кислот.

СЛОЖНЫЕ ЭФИРЫ МИНЕРАЛЬНЫХ КИСЛОТ

Реактивы и оборудование: этиловый спирт, концентрированная серная кислота, борная кислота, концентрированная азотная кислота, насыщенный раствор щавелевой кислоты, мочевины кристаллическая, насыщенный раствор гидроксида бария, 20%-ный раствор нитрита натрия, 10%-ный раствор гидроксида натрия, 30 %-ный раствор гидроксида натрия, насыщенный раствор бромной воды, 1%-ный раствор сульфата меди, лакмусовая бумага (синяя и красная), универсальная индикаторная бумага со шкалой pH, пробирки, пипетки, штативы, стеклянные палочки, водяная баня, спиртовки, газоотводные трубки.

Опыт 1 ЭТИЛОВЫЙ ЭФИР СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку налейте 1 мл этилового спирта, а затем осторожно по каплям при встряхивании добавьте 1 мл концентрированной серной кислоты. Смесь нагрейте в течение 2-3 мин. на водяной бане, а затем охладите.

Полученный раствор вылейте в стакан с 25 мл дистиллированной воды и нейтрализуйте его сухим карбонатом бария. Его нужно добавлять маленькими порциями при перемешивании. Реакционная масса сильно вспенивается реакционной смеси в результате выделения оксида углерода (IV).

После окончания выделения углекислого газа реакция среды должна быть нейтральной.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций образования этилсерной кислоты и бариевой соли этилсерной кислоты $(\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OSO}_3)_2\text{Ba}$.
2. Приведите механизм реакции образования этилсерной кислоты ($\text{S}_{\text{N}}2$).

Опыт 2

ЭТИЛОВЫЙ ЭФИР БОРНОЙ КИСЛОТЫ

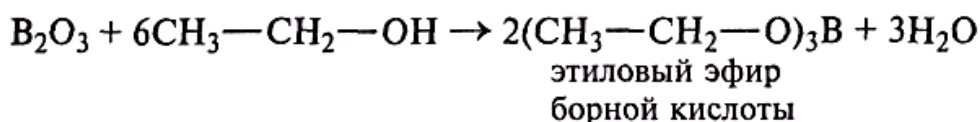
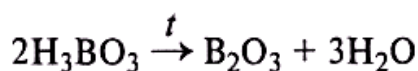
Ход работы

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в сухую пробирку примерно 1 г борной кислоты. Прокалите до полного обезвоживания реакционной массы. Держите пробирку горизонтально и периодически всю ее прогревайте для удаления капелек воды. После полного расплавления содержимого пробирку охладите.

К затвердевшему плаву (оксиду бора(III)) добавьте 2,5 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Внесите кипятыльники, закройте пробкой с прямой газоотводной трубкой с оттянутым концом и осторожно нагрейте реакционную смесь на горелке.

Подождите выделяющиеся пары у конца газоотводной трубки с помощью лучины. Пламя этилового эфира борной кислоты имеет характерный зеленый цвет.



Опыт 2

ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА МОЧЕВИНЫ

Угльная кислота образует кислый амид – карбаминовую кислоту и средний или полный амид – мочевины (карбамид). Мочевина обладает слабыми основными свойствами, протонируется по атому кислорода, образуя соли с сильными кис-

лотами. Способность мочевины образовывать малорастворимую соль с азотной кислотой используют для обнаружения мочевины в моче.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В две пробирки внесите по 1 лопаточке мочевины. Добавьте несколько капель воды до полного растворения. Убедитесь с помощью кислотно-основного индикатора, что раствор мочевины нейтрален. Полученный концентрированный раствор мочевины разлейте в две пробирки.

В первую пробирку добавьте 2 капли концентрированной азотной кислоты. Во вторую – 2 капли насыщенного раствора щавелевой кислоты. Через несколько секунд начинается выделение кристаллов солей мочевины.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций образования полученных в опыте солей. назовите их.

2. Сравните основные свойства аминогрупп мочевины и первичных аминов.

3. Почему мочевина дает соль только с одним эквивалентом кислоты?

Опыт 3 ГИДРОЛИЗ МОЧЕВИНЫ

Внесите в пробирку 1 лопаточку мочевины и добавьте 1 мл баритовой воды с помощью пипетки так, чтобы не замочить верхнюю часть пробирки.

Кипятите до выпадения осадка карбоната бария. Во время кипячения поднесите к отверстию пробирки влажную красную лакмусовую бумажку. Отметьте изменение её цвета.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций гидролиза мочевины и образования карбоната бария.

2. Какой продукт гидролиза идентифицируется с помощью лакмуса?

Опыт 4 ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ МОЧЕВИНЫ С АЗОТИСТОЙ КИСЛОТОЙ

Реакция используется для удаления избытка азотистой кислоты в процессах диазотирования и нитрозирования.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Внесите в пробирку 1 лопаточку мочевины и добавьте несколько капель воды до полного растворения. Добавьте 1 мл 20%-ного раствора нитрита натрия и 3 капли ледяной уксусной кислоты. Закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой. Конец трубки опустите в пробирку с баритовой водой.

Встряхните пробирку с реакционной смесью, начинается выделение пузырьков газов – азота и оксида углерода (IV).

ВОПРОСЫ

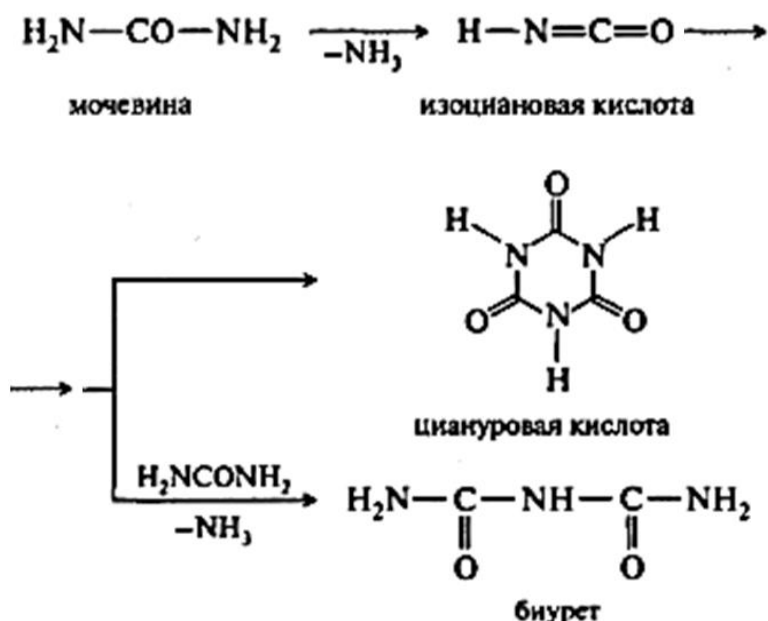
1. Напишите уравнение реакции взаимодействия мочевины с азотистой кислотой.
2. Какой из продуктов реакции определяется по реакции с баритовой водой? Приведите уравнение реакции.
3. Какие ещё соединения реагируют подобным образом с азотистой кислотой?
4. Как с помощью этой реакции можно количественно определить содержание мочевины в растворе?

Опыт 4

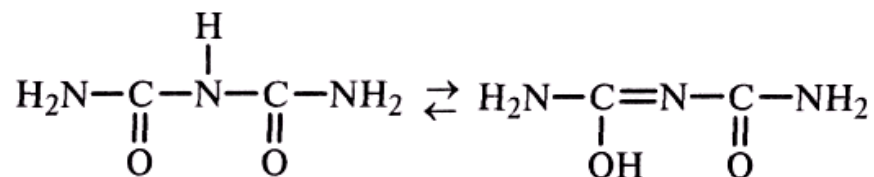
ОБРАЗОВАНИЕ БИУРЕТА И ЦИАНУРОВОЙ КИСЛОТЫ

При нагревании мочевины выделяется аммиак и образуется изоциановая кислота, которая со второй молекулой мочевины образует биурет или тримеризуется в циануровую кислоту. Биурет с $\text{Cu}(\text{OH})_2$ в щелочной среде образует хелатный комплекс красно-фиолетового цвета (избыток $\text{Cu}(\text{OH})_2$ вреден и придаёт раствору более синий цвет).

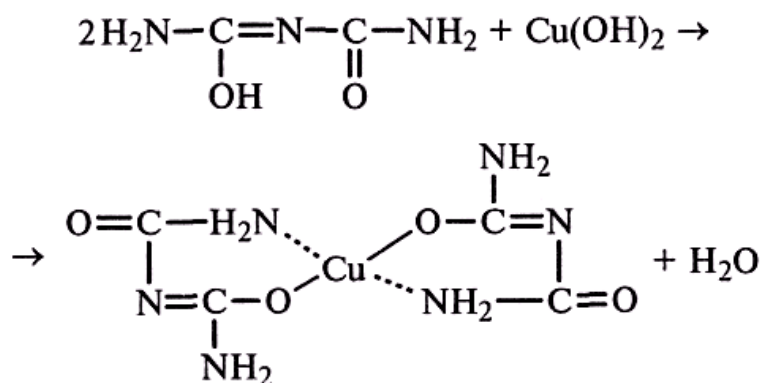
Подобным образом происходит взаимодействие белков с $\text{Cu}(\text{OH})_2$ в щелочной среде, на чём основано качественное и количественное определение белка в растворе, в том числе и в сыворотке крови.



Биурет существует в виде таутомеров:



Образование хелатного комплекса с $\text{Cu}(\text{OH})_2$ в щелочной среде может быть представлено одной из структур:



Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Внесите в сухую пробирку 1 лопаточку мочевины. Нагрейте её на пламени горелки. Мочевина сначала плавится, затем разлагается с выделением аммиака, который обнаруживают с помощью влажной красной лакмусовой бумажки, поднесенной к отверстию пробирки.

Через некоторое время выделение газа прекращается и масса в пробирке затвердевает, несмотря на продолжающееся нагревание. Образуются биурет и циануровая кислота.

Далее можно отделить биурет от циануровой кислоты. Охладите пробирку. Добавьте в нее 2 мл воды. Слегка нагрейте. При слабом нагревании биурет растворяется. Дайтесадку отстояться. Аккуратно с помощью пипетки слейте раствор биурета в другую пробирку и добавьте к нему 4-5 капель 10%-ного раствора гидроксида натрия и 1-2 капли 1%-ного раствора сульфата меди. Появится розово-фиолетовое окрашивание.

К оставшемуся в первой пробирке осадку добавьте 3 капли раствора аммиака, хорошенько перемешайте и прилейте 2 капли раствора сульфата меди (II). Образуется осадок комплексной соли меди и циануровой кислоты сиреневого цвета.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схемы реакций образования биурета, циануровой кислоты и комплексной соли меди (II) и биурета.
2. Напишите схему таутомерных превращений циануровой кислоты.
3. Охарактеризуйте область применения мочевины.

Лабораторная работа № 11

АМИНЫ

Цель работы: изучение свойств аминов и их солей; овладение навыками получения солей аминов, проведения качественных реакций аминов.

Реактивы и оборудование: 0,2 М растворы (в капельницах): аммиака, первичного, вторичного и третичного аминов, хлорид метиламмония, натронная известь, концентрированная соляная кислота, 3%-ный раствор хлорида железа (III), 3%-ный раствор сульфата меди (II), 5%-ный раствор нитрита натрия, ледяная уксусная кислота, 2М раствор гидроксида натрия, этанол, 15%-ный раствор гидроксида натрия, 10%-ный раствор серной кислоты, хлороформ, уксусный альдегид, нитробензол, металлический цинк, насыщенный раствор брома в воде, 1% раствор нитропруссиды натрия, 5%-ный раствор карбоната натрия, диэтиловый эфир, концентрированный раствор ферроцианида (II) калия, спиртовой раствор метилиодида, анилин, лучинки, газетная бумага, хлорная известь, дихромат калия, универсальная индикаторная бумага со шкалой pH; изогнутые газоотводные трубки, пробирки, пипетки, штативы, стеклянные лопаточки (микрошпатели), предметные стаканы, стеклянные палочки, металлические штативы с лапками, спиртовки, лед, пробки к пробиркам.

Опыт 1

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТИЛАМИНА И ЕГО СВОЙСТВА

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

1.1. Получение хлорида метиламмония

Заранее приготовьте три пробирки с: 1) 2-3 каплями концентрированной соляной кислоты; 2) 5-6 мл 3%-ного раствора хлорида железа (III); 3) 5-6 мл 3%-ного раствора сульфата меди (II).

В сухую пробирку поместите 1 лопаточку хлорида метиламмония и 1–2 г натронной извести. Тщательно перемешайте. Закрепите пробирку в лапке штатива и закройте пробкой с газоотводной трубкой. Нагрейте пробирку на пламени горелки.

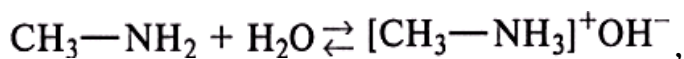
В процессе нагревания из отверстия газоотводной трубки будет выделяться газообразный метиламин. Смочите стеклянную палочку концентрированной соляной кислотой и поднесите к концу газоотводной трубки. Палочка окутывается туманом хлорида метиламмония (это твердая соль).

Продолжайте нагревание.

1.2. Обменная реакция гидроксида метиламмония с солью железа (III).

Опустите конец газоотводной трубки в пробирку с раствором FeCl_3 . Опишите изменения, происходящие в растворе.

Метиламин, пропускаемый через водные растворы солей, растворяется в воде с образованием гидроксида метиламмония,



который при взаимодействии с ионами Fe^{3+} приводит к образованию гидроксида железа (III).

1.3. Взаимодействие гидроксида метиламмония с солью меди (II).

Опустите конец газоотводной трубки в пробирку с раствором CuSO_4 . Опишите изменения, происходящие в растворе.

Взаимодействие гидроксида метиламмония с ионами Cu^{2+} сначала приводит к образованию гидроксида меди (II), который растворяется в избытке метиламина с образованием комплексной соли $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{-NH}_2)_4](\text{OH})_2$.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций образования метиламина и хлорида метиламмония.
2. Какую функцию выполняет метиламин катион метиламмония в данных кислотно-основных взаимодействиях?
3. Напишите уравнения реакций гидроксида метиламмония с FeCl_3 и с CuSO_4 .
4. Расположите следующие соединения в порядке снижения основных свойств: аммиак, метиламин, диметиламин, анилин. Ответ обоснуйте.

Опыт 2

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ПЕРВИЧНЫХ АМИНОВ С АЗОТИСТОЙ КИСЛОТОЙ

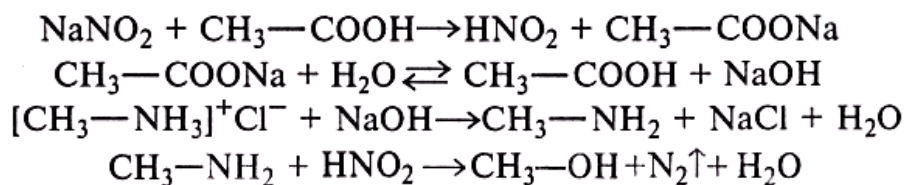
Это качественная реакция на первичные амины.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку 1 лопаточку хлорида метиламмония и добавьте 1 мл воды. Добавьте 1 мл 10%-ного раствора нитрита натрия и перемешайте. Затем прилейте несколько капель ледяной уксусной кислоты. Что наблюдаете?

Взаимодействие происходит по схеме:



ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции дезаминирования пропиламина в этих же условиях. Приведите строение возможных продуктов реакции и промежуточной частицы, образующейся из пропиламина.
2. Как вторичные амины реагируют с азотистой кислотой? Напишите схемы реакций диметиламина и дифениламина с азотистой кислотой.

Опыт 3

КАРБИЛАМИННАЯ (ИЗОНИТРИЛЬНАЯ) РЕАКЦИЯ

Изонитрильную реакцию используют для обнаружения первичных алифатических и ароматических аминов. Изонитрилы разлагаются на исходный амин и муравьиную кислоту под действием кислот.

ОСТОРОЖНО! Изонитрилы ядовиты и обладают отвратительным запахом.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

3.1. Получение изонитрила.

Внесите в пробирку 1 каплю анилина. Добавьте 2-3 капли 15%-ного раствора гидроксида натрия, 2 капли хлороформа, 5 капель этанола. Смесь медленно нагрейте до начала кипения. Появляется сильный неприятный запах изонитрила.

3.2. Гидролиз изонитрила

Прилейте в пробирку с изонитрилом 10 капель 10%-го раствора H_2SO_4 . Прокипятите до исчезновения запаха.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнения реакций получения и гидролиза изонитрила с анилином и этиламином.

Опыт 4

КАЧЕСТВЕННАЯ РЕАКЦИЯ ВТОРИЧНЫХ АЛИФАТИЧЕСКИХ АМИНОВ С НИТРОПРУССИДОМ НАТРИЯ

Вторичные алифатические амины при взаимодействии с уксусным альдегидом и нитропруссидом натрия $Na_2 [Fe(CN)_5NO]$ дают соединения, окрашенные в сине-фиолетовый цвет.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Внесите в пробирку 2-3 капли раствора диметиламина (или другого вторичного алифатического амина, имеющегося в лаборатории). Добавьте 3 капли свежеприготовленного 1%-ного раствора нитропрусида натрия, содержащего 10% (по объему) уксусного альдегида и 4-5 капель 5%-ного раствора карбоната натрия. Какие изменения происходят в пробирке?

Опыт 5

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ ТРЕТИЧНЫХ АМИНОВ

5.1. Качественная реакция третичных жирно-ароматических аминов с азотистой кислотой.

Жирно-ароматические третичные амины при взаимодействии с азотистой кислотой образуют *пара*-нитрозосоединения.

Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Внесите в пробирку 2 капли раствора *N,N*-диметиланилина и 4 капли концентрированной соляной кислоты. Поставьте пробирку в баню со льдом. После охлаждения прибавьте 4-6 капель 5%-го раствора нитрита натрия. Закройте пробкой, встряхните и снова поставьте в баню со льдом. Выпадает желто-коричневый мелкокристаллический осадок.

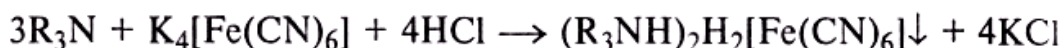
Добавьте к реакционной массе 4-5 капель 5%-го раствора карбоната натрия до появления зеленой окраски. Затем налейте 1 мл эфира (или бензола) и встряхните. Эфирный слой окрашивается в изумрудно-зеленый цвет. Наличие зеленой окраски свидетельствует о присутствии в исследуемом растворе третичного жирно-ароматического амина.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции нитрозирования *N,N*-диметиланилина.
2. Объясните, рассмотрев электронные эффекты аминогруппы, почему нитрозирование идет преимущественно в *п*-положение?

5.2. Качественная реакция третичных аминов с кислым ферроцианидом (II) калия.

Осадок кислого ферроцианида алкиламмония свидетельствует о наличии в анализируемом растворе третичного амина.



Ход работы.

! Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Внесите в пробирку 2 капли раствора *N,N*-диметиланилина. Прилейте к нему 2 мл воды и перемешайте. Добавьте к смеси 1-2 мл концентрированного раствора ферроцианида (II) калия и несколько капель соляной кислоты. Какие изменения происходят в пробирке?

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение данной реакции с *N,N*-диметиланилином.

Опыт 6 ПОЛУЧЕНИЕ АНИЛИНА. РАСТВОРИМОСТЬ АНИЛИНА И ЕГО СОЛЕЙ

6.1. Получение анилина.

Нитробензол восстанавливается в анилин в реакции с металлическим цинком в кислой среде (реакция Зинина (1842 г.)).

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В пробирку поместите 2 капли нитробензола, прибавьте 5 капель концентрированной хлороводородной кислоты и гранулу металлического цинка. Пробирку энергично встряхивайте. Если реакция начнет замедляться, то слегка подогрейте пробирку над пламенем горелки. Продолжайте реакцию до полного растворения цинка (для этого может быть придется прибавить еще 1-2 капли хлороводородной кислоты).

В результате реакции исчезает маслянистый верхний слой нитробензола, образуется раствор хорошо растворимого в воде гидрохлорида анилина.

Полученный раствор сохраните для опыта 6.2.

ВОПРОСЫ

1. Напишите уравнение проделанной реакции. Какое вещество является восстановителем для нитробензола?

6.2. Растворимость анилина и его солей в воде.

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

К раствору гидрохлорида анилина, полученному в опыте 6.1. добавьте несколько капель раствора гидроксида натрия. В пробирке появляется помутнение.

В чистую пробирку поместите 2 капли анилина и добавьте 5-6 капель воды, взболтайте до появления эмульсии. Добавьте 1 каплю 10%-го раствора серной кислоты. Выпадает кристаллический осадок малорастворимой в воде соли сульфата анилина.

ВОПРОСЫ

1. О чём говорит появление помутнения в пробирке? Растворим ли анилин в воде?

2. Напишите уравнения происходящих в опыте реакций.

Опыт 7

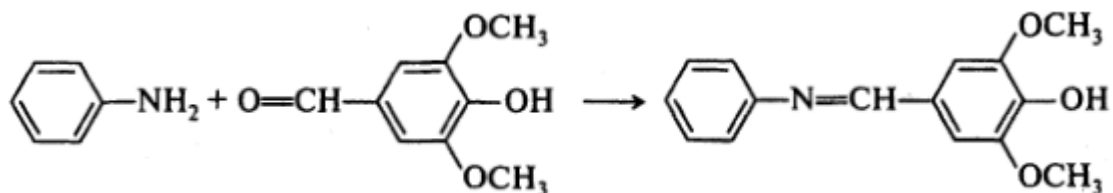
ЦВЕТНЫЕ РЕАКЦИИ АНИЛИНА

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

7.1. Взаимодействие анилина с лигнином

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



Поместите в пробирку 2-3 капли анилина и 1 мл воды. Добавьте по каплям концентрированную соляную кислоту до образования прозрачного раствора.

Нанесите по 1 капле этого раствора с помощью пипетки на полоску газетной бумаги и на фильтровальную бумагу. Смочите лучинку в этом растворе. И газетная бумага и лучинка окрашиваются в желто-оранжевый цвет. Это обусловлено присутствием в газетной бумаге и древесине большого количества лигнина.

7.2. Взаимодействие анилина с хлорной известью

Нанесите на предметное стекло 1 каплю приготовленного раствора гидрохлорида анилина и 1 каплю хлорной извести. Появляется красно-фиолетовое, переходящее в синее окрашивание.

7.3. Взаимодействие анилина с дихроматом калия

Нанесите на предметное стекло 1 каплю приготовленного раствора гидрохлорида анилина, 1 каплю раствора дихромата калия и 1 каплю раствора серной кислоты. Через некоторое время появляется темно-зеленое окрашивание, переходящее в синее, а затем в черное.

Эти реакции основаны на легкой окисляемости анилина. Продуктами окисления являются хиноны. Конечным продуктом является «черный анилин» – краситель для хлопчатобумажных тканей и меха.

ВОПРОСЫ

1. Почему окрашивание не появилось на фильтровальной бумаге?
2. Опишите области применения анилина.
3. Приведите 3-4 примера лекарственных средств, являющихся аминами.

Опыт 8 БРОМИРОВАНИЕ АНИЛИНА

Реакция бромирования ароматических аминов протекает количественно и может использоваться для анализа этих соединений.

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку 1-2 капли анилина и 5-6 капель воды. Перемешайте и добавьте несколько капель бромной воды до исчезновения желтого окрашивания раствора и появления белого осадка.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции получения триброманилина. По какому механизму она протекает?

2. Почему в отличие от бензола для бромирования анилина не нужен катализатор? При ответе используйте анализ электронных эффектов в молекуле анилина.

Лабораторная работа № 12 **ДИАЗО- И АЗОСОЕДИНЕНИЯ**

Цель работы: изучение особенностей строения, свойств солей арилдиазония; овладение навыками получения солей арилдиазония, проведение реакции азосочетания в лабораторных условиях; изучение индикаторных свойств азокрасителя.

Реактивы и оборудование: анилин, концентрированная соляная кислота, 5%-ный раствор нитрита натрия, йодкрахмальная бумага, 1%-ный раствор хлорида железа (III), *N,N*-диметиланилин, ацетат натрия, β -нафтол, 10%-ный раствор соляной кислоты, 10%-ный раствор гидроксида натрия, металлический цинк (гранулы); стаканы на 25 или 50 мл, предметные стёкла, стеклянные палочки, пробирки, пробки, газоотводные трубки, пипетки, штативы, держатели для пробирок, лёд.

Опыт 1 **ПОЛУЧЕНИЕ БЕНЗОЛДИАЗОНИЙХЛОРИДА**

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

В стакан поместите 1 мл анилина, 8 мл воды и 2,5 мл концентрированной HCl. Поставьте стакан с содержимым в ледяную баню и охладите до 0 °С. В холодную смесь по каплям прибавьте 1 мл раствора нитрита натрия, встряхивая после каждой капли.

Следите за температурой в реакционной массе! Она не должна превышать 5-7°С. Регулируйте её добавлением кусочков льда в реакционную массу.

Проверьте полноту протекания реакции: нанесите стеклянной палочкой каплю смеси из стакана на полоску йодкрахмальной бумаги. Если диазотирование завершено, то на индикаторной бумаге появляется синее или фиолетово-чёрное окрашивание. Если окраска бумаги не меняется, то добавьте в смесь ещё несколько капель раствора нитрита натрия при встряхивании. Снова проведите йодкрахмальную пробу.

Полученный раствор соли диазония сохраните для следующих опытов.

ВОПРОСЫ

1. Приведите схему и механизм данной реакции диазотирования.
2. Почему для проведения реакции диазотирования необходим избыток хлороводородной кислоты?

3. Зачем необходимо проделывать йодкрахмальную пробу? Напишите уравнение реакции, приводящее к изменению окраски йодкрахмальной бумаги.
4. Почему необходимо поддерживать температурный режим реакции?
5. Будут ли вступать в реакцию диазотирования метиламин и *N*-метиланилин?
6. Каково практическое значение солей арилдиазония?

Опыт 2

РАЗЛОЖЕНИЕ ДИАЗОНИЕВОЙ СОЛИ ПРИ НАГРЕВАНИИ

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Перенесите в пробирку часть раствора, полученного в опыте 1. Слегка нагрейте раствор в пробирке над пламени горелки. Соль диазония разлагается с бурным выделением пузырьков азота и образованием фенола. Прекратите нагревание. После прекращения выделения пузырьков газа закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой, коней которой поместите в пустую пробирку.

Расположите пробирку с раствором почти горизонтально и нагревайте над пламенем горелки. Фенол перегоняется с водяным паром. Соберите несколько капель фенола в пробирке-приёмнике и проведите с ним цветную реакцию с хлоридом железа (III).

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции разложения соли диазония.
2. Каково практическое значение солей арилдиазония?

Опыт 3

ПОЛУЧЕНИЕ 4-ДИМЕТИЛАМИНОАЗОБЕНЗОЛА

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку 1 каплю *N,N*-диметиланилина и 4 капли воды. Прибавьте по каплям концентрированную соляную кислоту до образования прозрачного раствора. Поставьте пробирку в баню со льдом до охлаждения.

Приготовьте раствор ацетата натрия растворением 2 лопаточек ацетата натрия в 1 мл воды.

После охлаждения прибавьте в пробирку часть раствора соли диазония, полученного в опыте 1. Далее, энергично встряхивая пробирку с раствором, медленно добавляйте в неё раствор ацетата натрия. Выпадает желто-оранжевый осадок.

Сохраните полученную реакционную массу для следующих опытов.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции азосочетания между бензолдиазонийхлоридом и *N,N*-диметиланилином. Укажите механизм реакции. Какое вещество в этой реакции азосочетания является диазокомпонентой, а какое – азокомпонентой?
2. В какой форме амин вступает в реакцию азосочетания? Каков диапазон значений pH в реакциях азосочетания с ароматическими аминами? Почему азосочетание не проводят в сильноокислой среде? С какими аминами проводят азосочетания в нейтральной и слабощелочной среде?
3. Почему для проведения реакции берётся избыток соляной кислоты?
4. С какой целью в раствор добавляют ацетат натрия?
5. Почему вреден избыток амина? Какой побочный продукт возможен в случае данной реакции?

Опыт 4 ИНДИКАТОРНЫЕ СВОЙСТВА 4-ДИМЕТИЛАМИНОАЗОБЕНЗОЛА

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Полученную в опыте 3 реакционную массу перемешайте и перенесите часть в другую пробирку.

В эту пробирку добавьте 3 капли 10%-ного раствора соляной кислоты. Как изменяется окраска раствора?

Перенесите 1-2 капли полученного раствора в другую пробирку и долейте доверху водой. Половину этого разбавленного раствора перелейте ещё в одну пробирку и добавьте 1 каплю 10%-ного гидроксида натрия. Как меняется окраска раствора? Добавьте опять 1 каплю 10%-ного раствора соляной кислоты. Что наблюдаете?

ВОПРОСЫ

1. Чем обусловлена окраска азосоединений?
2. Приведите схему реакции протонирования полученного азокрасителя. Приведите строение мезомерных структур этого азокрасителя в кислой среде.
2. Почему цвет азокрасителя изменяется при изменении среды?
3. Какие ещё азокрасители можно применять как кислотно-основные индикаторы?

Опыт 5 ВОССТАНОВЛЕНИЕ АЗОКРАСИТЕЛЯ ВОДОРОДОМ

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку 1 каплю разбавленного раствора азокрасителя, полу-

ченного в опыте 3 и 2 капли воды. Положите туда 1 гранулу металлического цинка и добавьте 1 каплю концентрированной HCl. При выделении водорода раствор обесцвечивается. При замедлении реакции немного подогрейте раствор и добавьте ещё 1 каплю соляной кислоты.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему реакции восстановления 4-диметиламиноазобензола. Назовите полученные продукты.
2. Почему наблюдается обесцвечивание раствора?

Опыт 6

ПОЛУЧЕНИЕ α -ФЕНИЛАЗО- β -НАФТОЛА

α -фенилазо- β -нафтол – азокраситель судан I применяют в гистологии и патологической анатомии для обнаружении жира в тканях, потому что он хорошо растворим в жирах, ацетоне, спирте.

Ход работы.

Опыт выполнять только в вытяжном шкафу и при включенной тяге.

Поместите в пробирку несколько крупинок β -нафтола и добавьте 2-3 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия.

Возьмите полученный в опыте 1 раствор соли диазония и добавьте к нему 1 каплю полученного раствора β -нафтола. Выпадает хлопьевидный осадок оранжево-красного цвета.

ВОПРОСЫ

1. Напишите схему данной реакции азосочетания. Какое вещество является диазокомпонентой, а какое – азокомпонентой?
2. В каких условиях проводят азосочетание с фенолами? Зачем в данной реакции использовался гидроксид натрия? В какой форме вступает в реакцию β -нафтол?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ванина Г. Е., Самарова Л. В. Органическая химия. Методические указания к лабораторному практикуму для студентов специальности 040500 «Фармация» .- Пенза. ИИЦ ПГУ, 2016. – 64 с.
2. Органическая химия [Текст] : учебник / Н. А. Тюкавкина [и др.] ; под ред. Н. А. Тюкавкиной. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2015. - 640 с. : ил.
3. Тюкавкина, Н.А. Биоорганическая химия [Текст] : учебник / Н. А. Тюкавкина, Ю. И. Бауков, С. Э. Зурабян. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2016. - 411 с. : ил.
4. Руководство к лабораторным занятиям по органической химии : учеб. пособие для студ. фармацевтических вузов / Н. Н. Артемьева [и др.] ; ред. Н. А. Тюкавкина. - 4-е изд., стер. - М. : Дрофа, 2009. - 382 с. : ил. - (Высшее образование. Современный учебник).
5. Биоорганическая химия: руководство к практическим занятиям [Текст] : учеб. пособие / Н. А. Тюкавкина [и др.] ; под ред. Н. А. Тюкавкиной. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2016. - 165 с.
6. Травень, В.Ф. Органическая химия : учебное пособие для вузов : в 3 т. Т. 1. [Электронный ресурс] — Электрон. дан. — М. : Издательство "Лаборатория знаний", 2015. — 401 с. — Режим доступа: <http://e.lanbook.com/book/84108>

Учебное издание

Рашевская Ирина Владимировна

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Часть I

Углеводороды и гомофункциональные
соединения

Редактор Л. Ю. Обухова
Технический редактор М. Б. Жучкова
Компьютерная верстка М. Б. Жучковой

Подписано в печать 27.12.2017.
Формат 60×84¹/₁₆. Усл. печ. л. 5,34.
Тираж 60. Заказ № 856.

Издательство ПГУ.
440026, Пенза, Красная, 40.
Тел./факс: (8412) 56-47-33; e-mail: iic@pnzgu.ru