

Житомирський державний університет імені Івана Франка
Факультет природничий
Кафедра хімії

ІНСТРУКТИВНО-МЕТОДИЧНІ МАТЕРІАЛИ ДО ЛАБОРАТОРНИХ ЗАНЯТЬ

обов'язкової освітньої компоненти

МЕТОДИ СИНТЕЗУ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК

для підготовки здобувачів
першого (бакалаврського) рівня вищої освіти

Галузь знань	10 Природничі науки
Спеціальність	102 Хімія
Предметна спеціальність	-
Спеціалізація	-
Освітня програма	Хімія
Факультет / ННІ	Природничий

Укладачі: кандидат хімічних наук, доцент **Листван Віталій**
кандидат хімічних наук, доцент **Кусяк Наталія**
кандидат хімічних наук, доцент **Кичкирук Ольга**

Розглянуто та схвалено на засіданні кафедри хімії

Протокол від «11» грудня 2024 р. № 10

Завідувач кафедри _____ Олена АНІЧКІНА

Житомир 2024

*Рекомендовано до друку вченою радою
Житомирського державного університету імені Івана Франка
(протокол № 23 від 24 грудня 2024 р.)*

Рецензенти:

Ольга Старостенко – кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник відділу термостійких полімерів і нанокompозитів Інституту хімії високомолекулярних сполук НАН України, старший дослідник.

Лілія Миронюк – кандидат хімічних наук, старший науковий співробітник відділу фізики і технології фотоелектронних та магнітоактивних матеріалів Інституту проблем матеріалознавства імені І.М.Фрацкевича НАН України.

Роман Денисюк – кандидат хімічних наук, доцент кафедри хімії Житомирського державного університету імені Івана Франка.

Л63 Інструктивно-методичні матеріали до лабораторних занять обов'язкової освітньої компоненти «Методи синтезу органічних сполук» для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти (*видання друге, виправлене*) / Уклад.: В.В.Листван, Н.В.Кусяк, О.Ю.Кичкирук – Житомир: Вид-во ЖДУ ім.І. Франка, 2024. – 18 с.

У інструктивно-методичних матеріалах наведені перелік запитань і завдань для опрацювання теоретичного матеріалу, що лежить в основі методів органічного синтезу, завдання для самостійної роботи та методики виконання лабораторних робіт із різних тем відповідно до програми. Передбачено місця для запису результатів виконаних експериментальних робіт.

УДК 547 (075.8)

ЗМІСТ

Вступ	3
Правила роботи в лабораторії та надання першої медичної допомоги.	3
Критерії оцінювання	4
Тема № 1. РЕАКЦІЇ НУКЛЕОФІЛЬНОГО ЗАМІЩЕННЯ ПРИ НАСИЧЕНОМУ АТОМІ КАРБОНУ. ЗАМІЩЕННЯ В АЛІФАТИЧНИХ ГАЛОГЕНОПОХІДНИХ І СПИРТАХ	6
Тема № 2. РЕАКЦІЇ КАРБОНОВИХ КИСЛОТ ТА ЇХ ПОХІДНИХ З НУКЛЕОФІЛЬНИМИ РЕАГЕНТАМИ.	8
Тема № 3. ЕЛЕКТРОФІЛЬНЕ ЗАМІЩЕННЯ В АРОМАТИЧНОМУ ЯДРІ	10
Тема № 4. РЕАКЦІЇ ДІАЗОТУВАННЯ І АЗОСПОЛУЧЕННЯ	12
Тема № 5. РЕАКЦІЇ КОНДЕНСАЦІЇ КАРБОНІЛЬНИХ СПОЛУК.	14
Тема № 6. ОКИСНЕННЯ І ВІДНОВЛЕННЯ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК.	15
Рекомендована література	18

ВСТУП

В системі підготовки бакалаврів-хіміків органічний синтез разом з неорганічним є однією з завершальних ланок в циклі хімічних дисциплін. При проходженні курсу органічного синтезу узагальнюються і в дечому піднімаються на вищий рівень деякі теоретичні питання органічної хімії: будови, реакційної здатності і особлива увага приділяється механізмам органічних реакцій. Перевага віддається тим типам і групам реакцій, які мають особливе значення у хімічній промисловості, технології важкого органічного синтезу, фармацевтичній промисловості.

Інструктивно-методичні матеріали містять методики виконання лабораторних робіт і передбачені місця для запису студентами результатів виконаних експериментів. Окрім того, тут наведено питання для самопідготовки з усіх тем, що вивчаються протягом семестру, а також перелік рекомендованої літератури.

ПРАВИЛА РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ ТА НАДАННЯ ПЕРШОЇ МЕДИЧНОЇ ДОПОМОГИ

1. Приступати до виконання завдання тільки після ознайомлення з його детальним описом.
2. Уважно прочитати написи на етикетках, перш ніж узяти потрібний реактив.
3. Не дозволяється визначати хімічні речовини на смак.
4. Усі реакції, що супроводжуються виділенням диму або газів (випарювання, кип'ятіння), концентрованими розчинами кислот і лугів виконувати тільки у витяжній шафі.

5. Визначаючи запах легкої речовини або газу, що виділяється, спрямовувати випари чи газ до носа легким рухом долоні.
6. Під час перемішування розчинів у пробірках або колбах не закривати їх пальцем, а лише корками.
7. Під час розведення концентрованих кислот водою обережно наливати *кислоту у воду, а не навпаки*.
8. Концентровані кислоти, а також концентрований розчин амоніаку потрібно розливати у витяжній шафі.
9. Економно використовувати газ, електричну енергію, дистильовану воду.
11. Працювати в лабораторії обов'язково в присутності іншої особи для надання працюючому допомоги в разі нещасного випадку, пожежі тощо.
12. Не дозволяється висипати чи виливати невикористані реактиви в реактивну склянку з метою дотримання чистоти реактивів.
13. Сухі речовини зі склянки потрібно брати спеціально призначеним для цього шпателем.
14. Не залишати на тривалий час реактиви відкритими. Корки від склянок класти верхнім кінцем донизу.
15. Особливу увагу в аналітичних дослідженнях слід приділяти чистоті посуду.
16. Потрібно чітко дотримуватись умов виконання аналітичної реакції, звертати увагу на кількість і концентрацію реактивів, зазначених у методиці.
17. Після закінчення роботи впорядкувати своє робоче місце і старанно вмити руки з милом.

Правила надання першої медичної допомоги

1. У випадку опіку (полум'ям пальника або нагрітих предметів) обпалене місце змочити концентрованим розчином калій перманганату, ще краще протерти це місце кристаликами калій перманганату так, щоб шкіра побуріла, або ж прикласти ватку, змочену рідиною від опіків (з аптечки). При сильних опіках негайно звертатися до лікаря.
2. При отруєнні гідроген сульфідом, хлором, парами бромю, нітроген оксидами, карбон (II) оксидом негайно вивести постраждалого на свіже повітря і терміново викликати лікаря.
3. Якщо на обличчя або руки потраплять бризки кислоти, треба негайно змити їх водою, після чого промити уражене місце розведеним розчином соди. Луги змивають водою до тих пір, поки постраждала ділянка шкіри не перестане бути слизькою. Потім промити її 2%-ним розчином оцтової кислоти.
4. При попаданні шкідливих речовин в очі слід негайно промити їх великою кількістю води, після чого звернутися до лікаря.

КРИТЕРІЇ ОЦІНЮВАННЯ

Оцінювання здобувачів вищої освіти здійснюється відповідно до «Положення про критерії та порядок оцінювання навчальних досягнень здобувачів вищої освіти Житомирського державного університету імені Івана Франка згідно з Європейською кредитною трансфернонакопичувальною системою» https://zu.edu.ua/offic/ocinjuvannya_zvo.pdf.

Оцінювання навчальних досягнень здобувачів вищої освіти за всіма видами навчальних робіт проводиться за поточним, модульним та підсумковим контролем. Кожен здобувач вищої освіти має виконати обов'язкові завдання, передбачені інструктивно-методичними матеріалами до лабораторних занять, методичними рекомендаціями до організації самостійної та індивідуальної роботи здобувачів вищої освіти, силабусом, навчальною та робочою програмою освітньої компоненти.

Здобувач вищої освіти повинен виконати завдання, передбачені інструктивно-методичними матеріалами до лабораторних занять:

Критерії оцінювання навчальних досягнень здобувачів на лабораторному занятті освітньої компоненти "Методи синтезу органічних сполук"

№ лабораторного заняття:	Вид роботи:					Сумарна кількість балів
	ТП/З	ЕД	ТЗ/ХД	П	УО	
1	40		30	20	10	100
2	30	30	10	20	10	100
3	30	30	10	20	10	100
4	30	30	10	20	10	100
5	30	30	10	20	10	100
6	40		20	20	10	100
7	30	30	10	20	10	100
8	30	30	10	20	10	100
9	30	30	10	20	10	100
10	30	30	10	20	10	100
11	30	30	10	20	10	100
12	30	30	10	20	10	100
13	40		20	20	10	100

ТП/З – відповідь на теоретичні питання/розв'язування задач;
 ЕД – виконання експериментальних дослідів;
 ТЗ/ХД – виконання тестових завдань/хімічний диктант;
 П – презентація;
 УО – участь в обговоренні.

ТЕМА I

РЕАКЦІЇ НУКЛЕОФІЛЬНОГО ЗАМІЩЕННЯ ПРИ НАСИЧЕНОМУ АТОМІ КАРБОНУ. ЗАМІЩЕННЯ В АЛІФАТИЧНИХ ГАЛОГЕНОПОХІДНИХ І СПИРТАХ.

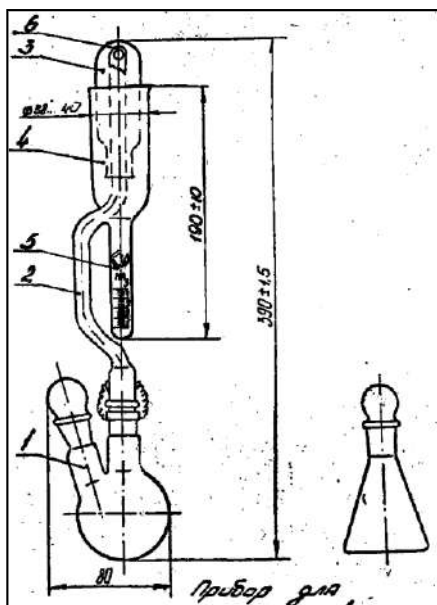
Загальна характеристика реакцій нуклеофільного заміщення. Механізми S_N1 і S_N2 . Фактори, що впливають на механізм і швидкість нуклеофільного заміщення. Вплив структури субстрату, груп, що заміщуються, реагента та інших умов.

Нуклеофільне заміщення в алкілгалогенідах.. Класифікація та номенклатура галогенопохідних, їх хімічні властивості. Гідроліз моно- і полігалогенопохідних. Заміщення галогенів на аміногрупу, синтез етерів за Вільямсоном. Інші реакції заміщення в алкілгалогенідах.

Нуклеофільне заміщення гідроксильної групи у спиртах. Класифікація та номенклатура спиртів, їх хімічні властивості. Заміщення групи ОН на галоген, дія галогеноводнів та галогенідів Фосфору і Сульфуру. Отримання етерів зі спиртів
Література: [1] с.162-182; [2] с.150-174; [3] с.253-268.

Робота 1а

Алкілгалогеніди



Реактиви:

Одноатомний спирт
 H_2SO_4 (конц.)

NaBr (KBr)

Реакційну колбу (поз.1) закріпити у лапці штатива і залити по 8 мл спирту і концентрованої H_2SO_4 . Дати суміші остигнути і додати до неї 5-6 крапель води і 5 г NaBr чи KBr. Швидко вставити холодильник у горло колби і закріпити пружинками.

Наповнити охолоджуючою сумішшю приймач холодильника (поз.4) водою з льодом. Рівень охолоджуючої суміші не повинен бути вищим за звужену частину ковпака.

Закрити газовідвідну трубку (поз.6) ковпаком (поз.3) і перевірити рівень охолоджуючої суміші.

Нагріти реакційну колбу (поз.1) на полум'ї пальника. Після нагрівання рідини почне виділятися пара, котра, проходячи повітряним холодильником (поз.2) і газовідвідною трубкою (поз.6), охолоджується і випадає у воду у вигляді важких краплин алкілгалогеніду на дно пробірки (поз.5). Відгонку продовжують доти, доки випадіння крапель не припиниться.

Після проведення досліду об'єм отриманого алкілгалогеніду визначити за градуйованою частиною приймача холодильника.

За об'ємом і густиною галогеналкану визначити його масу і обчислити вихід у відсотках від теоретичного.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

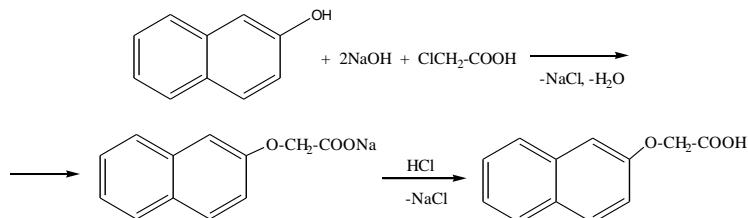
Підпис викладача

Робота 1в

Арилоксиетанові кислоти (арилоксиоцтові кислоти, регулятори росту рослин)

Ar-O-CH₂-COOH

Приклад: 2-нафтоксиетанова кислота



Реактиви (0,01 моль):

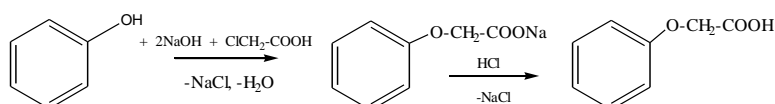
2-нафтол 1,44 г

Хлороетанова (хлороцтова) кислота 1 г

NaOH (5н.) 4,5 мл

Розчиняють 0,01 моль 2-нафтолу (чи іншого фенолу) в 4,5 мл 5н. NaOH. Для важкорозчинних фенолів доливають ще 10-20 мл води. Додають 1 г хлороетанової кислоти (або 0,011 моль іншої галогенозаміщеної кислоти) і нагрівають на водяній бані протягом 1 год., час від часу перемішуючи. Охолоджують до кімнатної температури. Якщо розчин каламутний, то його фільтрують. Одержана арилоксиетанова кислота знаходиться в розчині у вигляді натрієвої солі. Розчин підкислюють до слабокислого середовища, додаючи HCl або CH₃COOH (біля 0,01-0,012 моль). Дають викристалізуватись арилоксиоцтовій кислоті (деякі з них порівняно розчинні у воді і тоді їх екстрагують ефіром). Осад відфільтровують, перекристалізують з води. 2-Нафтилоксиетанова кислота має T_{пл.} 155⁰.

феноксиоцтова кислота



Реактиви:

Фенол 1 г

Хлороетанова (хлороцтова) кислота 1.25 г

NaOH (10н.) 4 мл

HCl (розведена)

Na₂CO₃ (2н.) 10 мл

Етилацетат 15 мл

Вміщують у колбу 4 мл 10 н. NaOH, додають 1 г фенолу і 1.25 г монохлороцтової кислоти; якщо не відбувається повне розчинення, додають 1-2 мл води. До колби приєднують зворотний холодильник і нагрівають 1 годину на водяній бані. Охолоджують суміш, підкислюють її розведеною HCl до кислої реакції і екстрагують етилацетатом (тричі по 5 мл). Об'єднані витяжки промивають 2-3 рази водою для видалення залишків HCl, потім струшують з 10 мл 2н. розчину соди. Під час підкислення содової витяжки феноксиоцтова кислота випадає в осад. Якщо кислота не випадає, екстракт насичують NaCl. Отриману кислоту перекристалізують з води, T_{пл.} 99⁰ С.

Аналогічно можна одержувати різні арилоксиетанові кислоти, використовуючи інші феноли: з 1-нафтолу (т. пл. кислоти 192⁰); п-нітрофенолу (186⁰), п-бромфенолу (154⁰), п-хлорофенолу (156⁰), м-крезолу (102⁰), о-крезолу (154⁰), п-крезолу (136⁰), тимолу (149⁰).

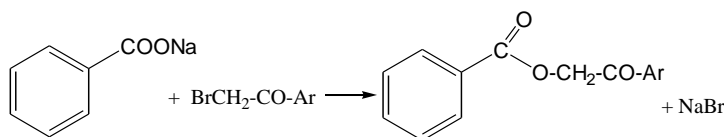
Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 1с

Синтез естерів бензойної кислоти за реакцією Вільямсона



Реактиви (0.005 моль):

Натрій бензоат 0.72 г

α -Бromoацетофенон 1 г

Етанол

Розчиняють в колбочці зі шліфом 0,72 г (0,005 моль) натрій бензоату у 15 мл етанолу при нагріванні. Тоді додають 0,005 моль бромкетону, наприклад, 1 г α -бromoацетофенону (лакриматори!) і нагрівають протягом 1 год. зі зворотнім холодильником. Після охолодження до кімнатної температури осад викристалізовується. Його відфільтровують, промивають 2-3 мл чистого етанолу. Температура плавлення бензоатів, одержаних з: α -бromoацетофенону (фенацилбензоат) 108-109⁰; α ,4-дibromoацетофенону (п-bromoфенацилбензоат) 137-138⁰; α -бromo-4-хлороацетофенону (п-хлорофенацилбензоат) 136-137⁰.

Замість бромкетонів в реакцію з натрій бензоатом можна брати естери бромоетанової кислоти і отримувати біс-естери, а з амідів бромоетанової кислоти – амідоестери. В цих випадках в ролі розчинника краще брати безводний 2-пропанол, а після закінчення реакції після охолодження до кімнатної температури додавати небагато води для розчинення NaBr (приблизно 1/5 або 1/4 частину від об'єму 2-пропанолу).

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

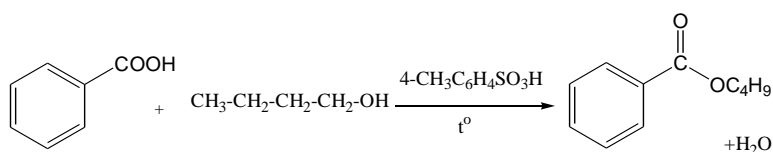
ТЕМА II

РЕАКЦІЇ КАРБОНОВИХ КИСЛОТ ТА ЇХ ПОХІДНИХ З НУКЛЕОФІЛЬНИМИ РЕАГЕНТАМИ.

Карбонові кислоти, їх номенклатура, хімічні властивості. Характеристика і механізм нуклеофільного заміщення при sp^2 -гібридизованому атомі карбону. Реакція естерифікації умови, механізм. Приклади і назви естерів, Ацилювання спиртів і фенолів хлорангідридами і ангідридами кислот. Ацилювання аміаку і амінів (синтез амідів).

Робота 2а

Реакція естерифікації. Бутилбензоат



Реактиви: (0,04 моль):

Бензойна кислота 5 г
1-Бутанол 5 мл
п-Толуенсульфоокислотв 0,4 г або конц. H₂SO₄ 0.3мл

Синтез ведуть в колбі з уловлювачем для води і зворотним водяним холодильником. У колбу беруть бензойну кислоту, бутанол і як каталізатор 0,4 г п-толуенсульфоокислоти. В даному випадку це кращий каталізатор, ніж конц. H₂SO₄, яка більшою мірою сприяє побічній реакції - дегідратації бутанолу.

Суміш в колбі кип'ятять до тих пір, поки в уловлювачі перестане збільшуватись кількість води (вона збирається в нижньому шарі). Якщо шар води підходить до верху і вона може стікати в колбу, то воду зливають. Можна виміряти об'єм води і вести реакцію доти, доки цей об'єм стане рівним кількості води, розрахованій за рівнянням реакції. Звичайно для цього треба 3-4 години.

Суміш охолоджують, приливають холодної води, добре перемішують, виливають в ділільну лійку. Нижній водний шар зливають, естер ще промивають водою, добре перемішуючи. Для відмивання залишків бензойної кислоти можна промити ще розчином соди, потім знову водою.

Бутилбензоат (об'єм можна виміряти мірним циліндром, ρ≈1) зливають в пляшку. Зібраний з декількох синтезів продукт сушать і переганяють.

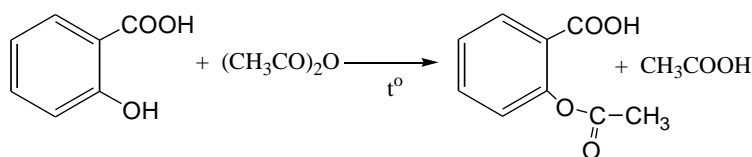
Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 2в

Ацетилсаліцилова кислота



Реактиви:

Саліцилова кислота 6.5 г
Ацетангідрид 6 мл
H₂SO₄ (конц.)

В круглодонній колбочці зі шліфом (на 50 мл) змішують 6,5 г саліцилової кислоти, 6 мл ацетангідриду (перегнаного) і 4-5 крапель конц. H₂SO₄. Колбу закривають повітряним холодильником і нагрівають на водяній бані протягом 1 год. при 60° (температура бані), а потім ще 1 год. при 90-95°. Під час нагрівання суміш в колбочці час від часу збовтують.

Суміш охолоджують до кімнатної температури і доливають до неї 10 мл охолодженої води і перемішують. Осад відфільтровують і промивають холодною водою, сушать. Для очистки ацетилсаліцилову кислоту перекристалізують з бензену або хлороформу. T_{пл.} 134-136°.

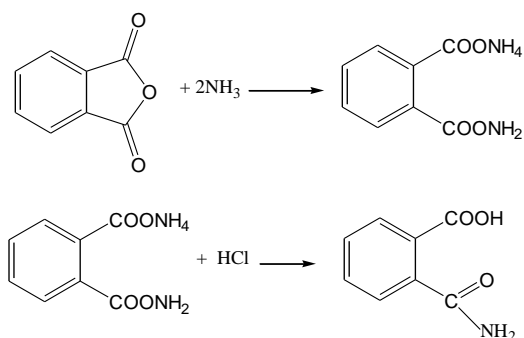
Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 2с

Фталамінова кислота



Реактиви:

Фталевий ангідрид 5 г

Аміак (10%-ний розчин, $\rho=0,96$ г/мл) 20 мл

HCl (розведена 1:1) 16 мл

В малу колбочку беруть 5 г фталевого ангідриду, старанно розтертого в ступці. Доливають 20 мл 10%-ного розчину аміаку ($\rho=0,96$). Суміш енергійно збовтують, перемішують. Через 2-3 хв. майже весь ангідрид розчиняється, утворюється амонієва сіль фталамінової кислоти. (Не можна використовувати більш концентрований аміак, бо в такому випадку може утворитись побічний продукт - фталімід). При змішуванні з аміаком суміш розігрівається, її швидко охолоджують і фільтрують від нерозчинних домішок.

Вільну фталамінову кислоту виділяють підкисленням розчину її солі 16 мл розведеної (1:1) HCl. Колбу охолоджують водою під краном при енергійному збовтуванні. Кристали фталамінової кислоти відфільтровують (краще відсмоктати на лійці Бюхнера) і промивають малою кількістю холодної води. Сушать на повітрі.

Визначають $T_{пл}$ кислоти ($148-149^{\circ}$). $T_{пл}$ треба визначати швидко (при швидкому нагріванні), інакше можуть утворитись продукти внутрішньомолекулярної конденсації між аміно- і карбоксильною групами.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

ТЕМА III

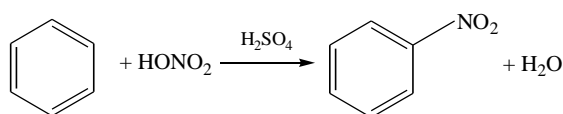
ЕЛЕКТРОФІЛЬНЕ ЗАМІЩЕННЯ В АРОМАТИЧНОМУ ЯДРІ.

Механізм електрофільного заміщення в ароматичних сполуках. Замісники I і II роду, пояснення їх направляючої дії і впливу на активність бензенового кільця.

Нітрування бензену і його гомологів. Нітрування фенолу і аніліну. Сульфування бензену, толуену, нафталену, Сульфохлорування. Дія H_2SO_4 на анілін у різних умовах.

Галогенування бензену і його гомологів у ядро і бічний ланцюг. Дія галогенів на фенол та анілін. Властивості ароматичних галогенопохідних. Ацилювання і алкілювання ароматичних сполук.

**Робота 3а
Нітробензен**



Реактиви:

Бензен 10 мл
HNO₃ (d – 1.4 г/см³) 11 мл
H₂SO₄ (d – 1.84 г/см³) 13 мл
NaOH
CaCl₂ б/в

Роботу проводити у витяжній шафі !

У круглодонну колбу на 100 мл наливають 13 мл конц. H₂SO₄. Поступово при струшуванні і охолодженні холодною водою додають 10 мл концентрованої HNO₃ (*обережно!*). Після охолодження нітруючої суміші до кімнатної температури поступово, порціями по 1 мл додають 10 мл бензену. Після додавання кожної порції бензену колбу закривають зворотнім повітряним холодильником і сильно струшують. Реакційна суміш є гетерогенною системою. Енергійне збовтування і перетворення суміші в емульсію сприяє прискоренню реакції. Нітрування бензену — екзотермічна реакція. При струшуванні суміші відбувається її розігрівання. Необхідно стежити, щоб температура реакційної суміші не піднімалась вище 50—60 °С, оскільки при вищій температурі утворюється побічний продукт — *m*-динітробензен. Якщо колба сильно нагрілась, її охолоджують водою. Наступну порцію бензену доливають лише тоді, коли при енергійному струшуванні суміш припиняє нагріватись.

Після додавання усього бензену для завершення реакції колбу нагрівають 30 хв на водяній бані при 60 °С (температура води), часто струшуючи вміст колби і суворо дотримуючись температурного режиму.

Після закінчення реакції суміш охолоджують водою до кімнатної температури і переливають в ділильну лійку. Нижній (кислотний) шар зливають, а верхній (нітробензен) промивають водою. Слід уникати сильного струшування нітробензену з водою, оскільки це може призвести до утворення стійкої емульсії. Якщо ж емульсія утворилась, до неї додають краплю спирту, під впливом якого змінюється поверхневий натяг.

Нітробензен (нижній шар) відділяють і промивають в ділильній лійці 5%-ним розчином натрій гідроксиду (для нейтралізації залишку кислот) і знову водою.

Нітробензен — оліїста рідина жовтуватого кольору. Температура кипіння 210,9°С; густина — 1,198 г/см³.

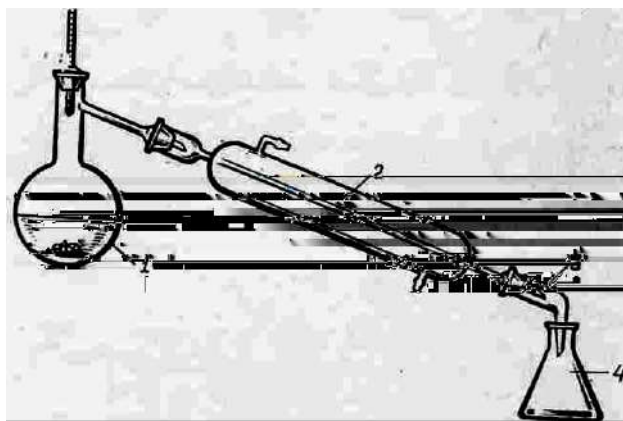
Якщо нітробензен потрапив на шкіру, його знімають ваткою, змоченою у спирті. Потім цю ділянку шкіри промивають теплою водою з милом.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 3в Перегонка



Найпростіши прилад для перегонки складається з круглодонної колби с боковим відводом (колба Вюрца, поз.1), термометра, холо-дильника (поз. 2), алонжа (поз.3) і приймача (поз.4). Термометр вставляють у колбу так, щоб ртутний резервуар був розташований на 0,5 см нижче за отвір відвідної трубки і повністю обмивався паром.

До бокової трубки колби приєднують холодильник, що служить для конденсації пари рідини та відведення її у приймач. Такий холодильник називають низхідним.

Найчастіше застосовують холодильник Лібіха; при цьому воду для охолодження підводять

до нижнього відводу холодильника.

Як приймач можна застосовувати будь-яку плоскодонну колбу.

Якщо переганяється речовина, чутлива до вологи, то на кінець холодильника одягають алонж з боковою трубкою, до якої приєднана хлоркальцієва трубка, і вставляють його герметично у приймач.

Колбу заповнюють рідиною на $\frac{3}{5}$ її об'єму. Перед початком перегонки у колбу вміщують декілька «кип'ятильників», що забезпечують рівномірне кипіння. Використовувати кип'ятильники можна лише раз, при охолодженні вони заповнюються рідиною і втрачають свою ефективність. Перед початком перегонки слід перевірити, чи об'єм приладу сполучений з атмосферою.

Нагрівання горючих рідин з температурою кипіння до 100°C (ацетон, спирт, бензен) проводять на водяній бані, яку нагрівають на електроплитці з закритою спіраллю. Горючі рідини з температурою кипіння вище 100°C можна нагрівати на електроплитках, а в деяких випадках і на сітках, що нагріваються газовими пальниками.

Перші порції речовини, забруднені низькокиплячими домішками, відбирають в окрему приймальну колбу. Після стабілізації температури кипіння при значеннях, близьких для довідкових для даної рідини, конденсат збирають в основний приймач доти, доки температура пари не починає знову зростати. Чиста речовина звичайно переганяється у вузькому температурному інтервалі $1\text{--}2^{\circ}\text{C}$, забруднена ж леткими домішками переганяється у широкому, нечітко вираженому інтервалі.

Речовину не можна відганяти досуха. Перегонку припиняють, коли в перегонній колбі залишається $1\text{--}2$ мл рідини.

Дата

Підпис викладача

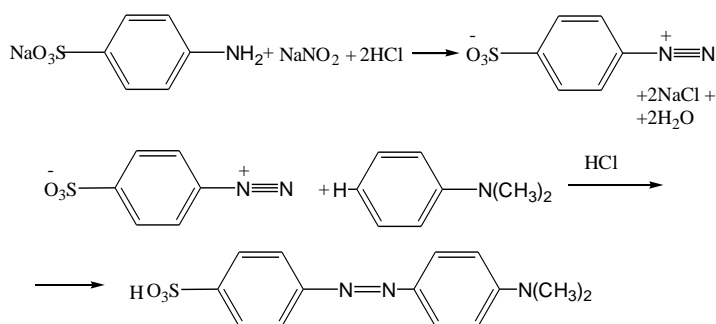
ТЕМА IV

РЕАКЦІЇ ДІАЗОТУВАННЯ І АЗОСПОЛУЧЕННЯ

Ароматичні аміни, їх властивості. Реакція діазотування, діазосполуки солі діазонію, їх будова. Умови реакції. Реакції солей діазонію з виділенням азоту. Реакція без виділення азоту - азосполучення. Азобарвники.

Література: [1] с.426-439; [2] 363-370, 375-382.

Робота 4а Метилоранж



Реактиви:

Диметиланілін свіжоперегнаний 0,6 мл;

сульфанілова кислота 1 г;

NaNO_2 0,4 г;

HCl 1 н.; HCl 2 н.;

NaOH 2 н.

В невеликому стаканчику чи колбочці на 50 мл повністю розчиняють 1 г диметиланіліну в 10 мл 1 н. HCl. В іншому стаканчику розчиняють 1 г сульфанілової кислоти в 2,5 мл 2 н. розчину натрій гідроксиду. Додають розчин 0,4 г натрій нітриту в 5 мл води. Отриману суміш охолоджують льодом і при перемішуванні доливають її до першого розчину. До утвореної суміші додають 2 н. розчин натрій гідроксиду до сильнолужної реакції. Натрієва сіль барвника випадає у вигляді оранжево-коричневих листочків. Суміш витримують 2—3 год, фільтрують, осад перекристалізують з невеликої кількості води.

Метилоранж, натрієва сіль 4-диметиламіноазобензен-4-сульфоїкислоти) — кристалічна речовина оранжевого кольору (можливий коричневий відтінок). Добре розчинний у воді, нерозчинний у спирті.

Метилоранж - кислотно-лужний кольоровий індикатор. У лужному середовищі він має жовту барву, в нейтральному — оранжеву, у кислому — червону.

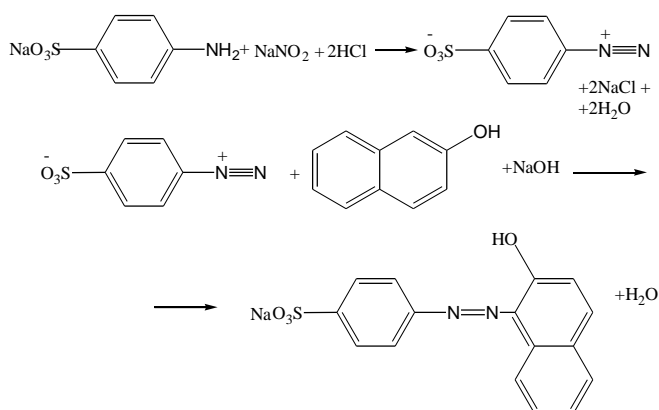
Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 4в

β-Нафтолоранж



Реактиви:

Сульфанілова кислота 2,5 г;

NaNO₂ 1 г;

2-нафтол 2 г;

NaOH 2 н. розчин;

HCl 2 н. розчин;

NaCl

У стакані на 100 мл розчиняють при незначному нагріванні 2,5 г кристалічної сульфанілової кислоти в 6,5 мл 2 н. розчину натрій гідроксиду до повного розчинення. Розчин повинен мати лужну реакцію за лакмусом. До отриманої суміші додають розчин 1 г натрій нітриту в 12 мл води. Після цього реакційну суміш охолоджують до 10°C і при перемішуванні поступово вносять її в стакан з 13 мл 2 н. розчину HCl. Через якийсь час при охолодженні випадає білий порошкоподібний осад солі діазонію п-діазобензенсульфоїкислоти, що у вигляді суспензії при перемішуванні доливають до лужного розчину β-нафтолу (1,8 г 2-нафтолу в 22,5 мл 2 н. розчину NaOH). Суміш перемішують 30 хв. Додають 12,5 г натрій хлориду і витримують при охолодженні протягом 1 год. Осад, що випав, відфільтровують, промивають невеликою кількістю холодної води і сушать на повітрі.

2-Нафтолоранж (кислотний оранжевий, оранж II) — кристалічна речовина яскраво-оранжевого кольору. Добре розчинна у воді.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

ТЕМА V

РЕАКЦІЇ КОНДЕНСАЦІЇ КАРБОНІЛЬНИХ СПОЛУК.

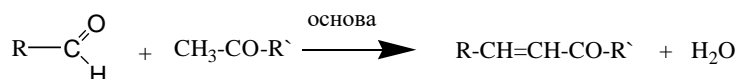
Альдегіди і кетони, їх номенклатура, властивості. Реакції конденсації: альдольна, кротонова, естерна, реакція Перкіна. Конденсація альдегідів з амінами, гідразинами, семікарбазидами.

Література: [1] с.162-182; [2] с.150-174; [3] с.253-268.

Робота 5а

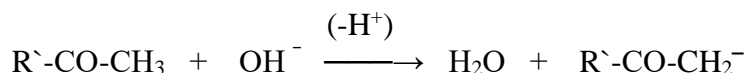
Кротонова конденсація. Бензиліденацетофенони (халкони).

Конденсація альдегідів з кетонами в кінцевому результаті дає ненасичені кетони (з



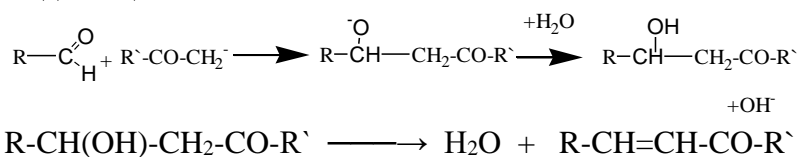
виділенням води).

Альдегід є карбонільною компонентою (реагує по карбонільній групі), кетон - метиленовою компонентою. Реакція відбувається у присутності основ - лугів, амінів та ін. Механізм реакції наступний. Під дією основи відщеплюється протон від молекули кетону (метиленової компоненти):



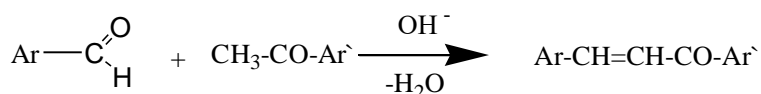
Утворений карбаніон далі реагує з карбонільною групою альдегіду (приєднується до атома С). Участь в реакції молекули води дає продукт альдольної конденсації - кетоноспирт.

Малостійкі кетоноспирти відщеплюють воду і утворюють продукт кротонової конденсації



Ароматичні альдегіди в реакції з метиларилкетонами (ацетофенонами) утворюють ариліденацетофенони (халкон та його похідні):

ЗАГАЛЬНА МЕТОДИКА КОНДЕНСАЦІЇ



Реактиви:

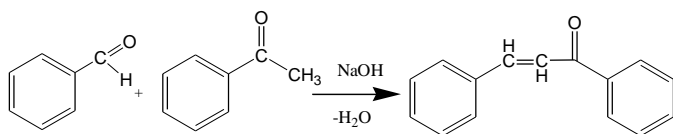
альдегід (0,01 моль)

заміщений ацетофенон (0,01 моль)

NaOH (0,6 г у 5 мл H₂O)

Розчиняють кетон у відповідному розчиннику (етанол, 2-пропанол або диметилформамід). Додають альдегід (якщо він рідкий або легко розчинний, то з деяким надлишком). Після розчинення альдегіду доливають 5 мл розчину NaOH і деякий час перемішують і залишають на 2-3 години. Якщо осад після цього не випадає або його дуже мало, то додають порціями воду при перемішуванні до появи стабільної каламуті. Залишають для повного осадження продукту. Потім осад відфільтровують, промивають тим же розчинником, дещо розведеним водою (у випадку диметилформаміду промивають ще двічі водою, а тоді 1 раз невеликою кількістю 2-пропанолу). Сушать на повітрі.

Приклад: Бензальацетофенон (халкон):



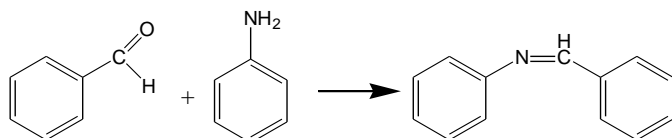
Ацетофенон (1,2 мл; 0,01 моль) розчиняють у 5мл етанолу або 2-пропанолу. Додають бензальдегід (1,2 мл; 0,011 моль), а тоді 5 мл 10-12%-ного розчину NaOH. Далі - як у загальній методиці. Халкон можна перекристалізувати з етанолу (4г на 1г халкона). $T_{пл}$ 55 - 57°.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 5в Бензальанілін



Реактиви:

Бензальдегід свіжоперегнаний 5 мл;

анілін свіжоперегнаний 4.5 мл;

етанол

У стакан на 50 мл наливають 5 мл свіжоперегнаного бензальдегіду. Потім при перемішуванні на магнітній мішалці доливають 4.5 мл аніліну. Відразу ж починається реакція, що супроводжується виділенням тепла. Після закінчення реакції конденсації (припинення розігрівання суміші) реакційній масі дають відстоятись 15 хв. Далі при перемішуванні суміш виливають у стакан з 10 мл 95%-ного спирту. Розчин залишають при кімнатній температурі на 10 хв. Потім протягом 30 хв охолоджують у крижаній бані. Отриману кристалічну масу відфільтровують на лійці Бюхнера і сушать на повітрі. Бензальанілін перекристалізовують з 85%-ного спирту. .

Бензальанілін — кристалічна речовина. Розчинна в спирті, ефірі, нерозчинна у воді. Температура кипіння 300 °С; температура плавлення 52 °С.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

ТЕМА VI

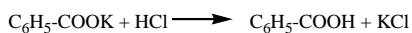
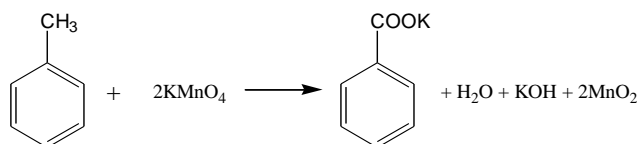
ОКИСНЕННЯ І ВІДНОВЛЕННЯ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК.

Поняття "окиснення" і "відновлення" в органічній хімії. Ставлення алканів до окисників. Окиснення ненасичених вуглеводнів. Окиснення первинних і вторинних спиртів, альдегідів, ароматичних вуглеводнів.

Реакції відновлення. Гідроенізація алкенів, алкінів та аренів. Відновлення карбонільних груп альдегідів і кетонів. Відновлення нітросполук.

Робота 6а

Бензойна кислота



Реактиви:

Толуен 1,2 мл;

калій перманганат 3,4 г (порошок);

HCl (розчин)

У круглодонну колбу на 200 мл зі зворотнім холодильником вміщують 1,2 мл толуену, 75 мл води і 3,4 г дрібно розтертого KMnO_4 . Реакційну суміш кип'яють протягом 4 год на піщаній бані при частому струшуванні. (Для рівномірного кипіння у колбу кидають декілька шматочків поруватого фаянсу.)

Про закінчення реакції окиснення судять за знебарвленням розчину. Якщо суміш залишається забарвленою, додають декілька крапель етанолу чи щавлевої кислоти до її знебарвлення. Реакційну суміш охолоджують, відфільтровують на лійці Бюхнера осад MnO_2 . Двічі промивають його на фільтрі гарячою водою порціями по 10 мл. Об'єднані фільтрати випаровують в чашці на водяній чи піщаній бані до об'єму 10—15 мл. Далі фільтрують від MnO_2 , що знову випав, і також промивають осад на лійці 10 мл гарячої води.

Об'єднаний фільтрат з промивною водою охолоджують і додають до нього краплями розчин HCl (1:1) до кислої реакції за конго червоним. Бензойну кислоту, що випала, відфільтровують на лійці Бюхнера. Промивають на лійці невеликою кількістю крижаної води і сушать на повітрі.

Бензойна кислота — кристалічна речовина у вигляді пластинок, погано розчиняється у холодній воді, краще — у гарячій (при 18 °C розчинність 2,7 г, при 100 °C — 59 г в 1 л води). Добре розчиняється у хлороформі, ацетоні, бензені, метанолі. Температура плавлення 122°C; температура кипіння 249°C.

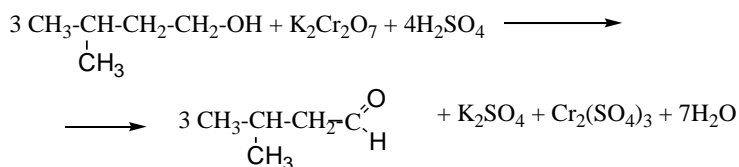
Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 6в

Ізовалеріановий альдегід (3-метилбутаналь)



Реактиви:

Ізоаміловий спирт 11 мл

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 11 г

H_2SO_4 ,

Na_2CO_3 , CaCl_2

У перегонну колбу зі зворотнім холодильником вміщують суміш 11 г калій дихромату, 100 мл води і 10,5 мл концентрованої H_2SO_4 . Суміш нагрівають до 90° і краплями з крапельної лійки приливають ізоаміловий спирт, постійно легким погойдуванням перемішуючи вміст колби. Оскільки окиснення спирту супроводжується

інтенсивним виділенням тепла, реакцію слід вести повільно і обережно, щоб уникнути бурного закипання і викиду вмісту колби. Після доливання всього об'єму спирту колбу нагрівають ще хвилин 15—20 на киплячій водній бані; при цьому альдегід частково відганяється. Потім баню прибирають, обтирають колбу ззовні, підставляють азбестову сітку і, нагріваючи суміш на пальнику до кипіння, відганяють альдегід.

Дистилят, що розділяється на два шари, обробляють розчином натрій карбонату до появи лужної реакції (за лакмусом); верхній шар, що складається з альдегіду і непрореагованого спирту, відділяють за допомогою ділильної лійки.

Альдегід, одержаний з декількох синтезів, очищують через гідрогенсульфітну похідну. Для цього продукт, забруднений домішкою вихідного спирту, струшують з рівним об'ємом насиченого розчину натрій гідрогенсульфіту. Кристали гідрогенсульфітної похідної, що випадають, відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають ефіром, віджимають між листами фільтрувального паперу і висушують в ексікаторі над CaCl_2 .

Для виділення альдегіда у вільному стані гідрогенсульфітну похідну розкладають розчином Na_2CO_3 , альдегід відділяють з допомогою ділильної лійки, сушать невеликою кількістю CaCl_2 і переганяють

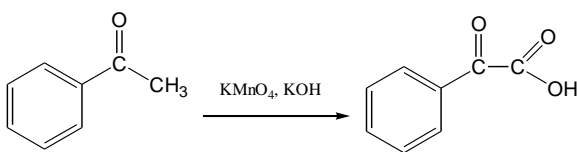
Т. кип. 92°C ; густина $0,803\text{ г/см}^3$

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Робота 6с Фенілглюксілова кислота



Реактиви:

Ацетофенон

KMnO_4

KOH

HCl

При перемішуванні до розчину г ацетофенону в 200 мл води у 5-6 прийомів додають нагрітий до 70°C розчин г KMnO_4 і г KOH в 200 мл води, кожен раз очікуючи знебарвлення реакційної маси. Повне окиснення триває близько 30 хв. Розчин фільтрують, підкислюють HCl до слабкокислої реакції за індикатором і двічі екстрагують ефіром з допомогою ділильної лійки. Верхній (органічний) шар сушать над CaCl_2 і переливають у попередньо зважену круглодонну колбу. Ефір відганяють на роторному випарнику, колбу з сухим залишком зважують.

Маса продукту - _____ г; вихід - _____ % від теор.

Дата

Підпис викладача

Рекомендована література

Основна:

1. В.Я.Чирва, С.М. Ярмолюк, Н.В.Толкачова, О.Є.Земляков. Органічна хімія. Львів: БаК, 2011. – 996с.
2. Сучасні методи органічного синтезу : підручник для студ. хім. ф-ту / О. О. Григоренко, О. В. Шабликіна. – К. : ВПЦ "Київський університет", 2020. – 572 с.
3. Механізми органічних реакцій у розчинах : навч. посіб. / В.Г. Пивоваренко – К. : ВПЦ "Київський університет", 2019. – 303 с.
4. Dean J Tantillo . Applied theoretical organic chemistry. London ; Hackensack, NJ : World Scientific Publishing Europe Ltd.,. – 2018. - 609 с.
5. Горічко М. В., Пивоваренко В. Г.. Органічна хімія. Реакції карбонільних сполук. К., 2012. – 250 с.
6. Органічний синтез. Робочий журнал для лабораторного практикуму. Житомир, 2018.

Додаткова:

7. Ternay, Andrew L. Contemporary organic chemistry (ang.) Philadelphia: W. B. Saunders Company, cop.1979.
8. Organic; Practical Handbook of Organic Chemistry. Addison-Wesley Publishing Company, 1973 – 747р.
9. Peter Sykes. Guidebook to Mechanism in Organic Chemistry. Pearson Education, 1986 – 428р.
10. Ластухін Ю.О., Воронов С.А. Органічна хімія. Львів: Центр Європи, 2001. 864 с.
11. Черних В.П., Гриценко І.С., Єлисеєва Н.М. Органічна хімія. Харків: Видавництво НФаУ Оригінал, 2004. 464 с.
12. Morrison, Robert T, Robert N. Boyd. Organic Chemistry. Boston: Allyn and Bacon, 1983. 1083р.
13. Величко Л.П. Органічна хімія. Для 10,11 класів хімічного профілю та з поглибленим вивченням хімії. Київ-Ірпінь: Перун, 2003. – 336с.
14. Л.Д.Бобрівник, В.М.Руденко, Г.О.Лезенко Органічна хімія. Київ – Ірпінь: ВТФ «Перун», 2002. – 544с.
15. R. A. Jackson. Mechanisms in Organic Reactions. Royal Society of Chemistry, Cambridge. 2004. 199 pp.

Інтернет ресурси:

1. Бібліотека Житомирського державного університету імені Івана Франка [Електронний ресурс] – Режим доступу до ресурсу: http://irbis.zu.edu.ua/cgi-bin/irbis64r_11/cgiirbis_64.exe
2. Бібліотека українських підручників [Електронний ресурс] – Режим доступу до ресурсу: <http://pidruchniki.ws/>.
3. Державна науково-педагогічна бібліотека України ім. В. О. Сухомлинського. [Електронний ресурс] – Режим доступу до ресурсу: [6. www.dnpb.gov.ua](http://www.dnpb.gov.ua).
4. Національна бібліотека України імені В.І.Вернадського: режим доступу: <http://nbuv.gov.ua>