**3. Вимоги до ведення робочого журналу**

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

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

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

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

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

- графи 4 і 9 заповнювати у тих випадках, коли в реакції використовуються не тільки індивідуальні речовини, але і розчини (головним чином кислот та лугів). Як правило густина цих розчинів наведена в хімічних довідниках: – потім заповнювати графу 8 на основі рекомендованої методики і запропонованих кількостей однієї з вихідних речовин або речовин, що одержують з урахуванням виходу реакції;

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

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

- на основі зробленого запису зробити висновки про те, які речовини у даному синтезі беруться у надлишку, а які у недостачі і для перших заповнюють графи 10 і 11. У наведеному зразку надлишок (графа 10) хлористого бензоїлу дорівнює 0,0151 - 0,0133 = 0,0018 моль, а натрій гідроксиду 0,0334 · 0,0133 ·2 = 0,0068 моль. В графу 11 записувати обчислені масові частки від ділення цих цифр на 0,0133 (у відсотках).

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

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

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

1. Приготування реактивів та збирання приладу.

2. Проведення реакції.

3. Відділення одержаної речовини.

4. Очистка речовини.

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

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

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

6. В кінці плану роботи відмітити специфічні властивості сполуки, що одержують: стійкість, токсичність, фізіологічну дію і заповнити графу “Константи речовини” по лабораторним даним у таблиці 6 “Константи і вихід продукту реакції”.

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

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

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

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

**Приклад оформлення синтезів у робочому журналі**

“15” жовтня 2015 p.

**Синтез гіпурової кислоти**

***Основна і проміжна реакції:***





Тип основної реакції SN2

Механізм основної реакції:



Побочні реакції:



**План синтезу**

Грандберг И. И. Практические и семинарские занятия по органической

химии. М. – Высшая школа, 1987. – 164 с.

***Розрахунки***

 Необхідно одержати 4,5 г гіпурової кислоти

1. Вихід реакції

За рівнянням реакції можна одержати (по недостачі):

 

 

 

 

2. За обліком реакції повинні одержати:





Таблиця 5

**Розрахунок синтезу**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Вихідні сполуки** | **Необхідна кількість** | **Надлишок** |
| **Назва сполуки та його формула** | **Мо-лярна маса, г/моль** | **Конс-танти по літе-ратурі** | **Для розчинів концент-рація** **(в %) та густина г/см3** | **За рівнянням** | **За методикою** | **моль** | **%** |
| **моль** | **грам** | **моль** | **г, см3** |
| **чистої** **речовини** | **даної концент-рації** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
|  хлористий бензоїл | 140,6 | Т.кип. == 198 ºСТ.пл. == -1˚Сn20 == 1,5537ρ20 == 1,217 | \_ | 0,0335 | 4,73 | 0,038 | 5,36 4,4 см3 | \_ | 0,0075 | 13,5 |
| гліцин (глікокол) | 75,0 | Т.кип. == 233 ºС | \_ | 0,0335 | 2,51 | 0,033 | 2,51 | \_ | \_ | \_ |
| NaOHнатрійгідроксид | 40,0 | Т.пл. == 328 ºС | *w* = 10 %ρ20 = = 1,115 | 0,067 | 2,68 | 0,0838 | 3,35 | 30,04 см3 *w* = 10 % | 0,0168 | 26 |

3. За рівнянням реакції необхідні взяти гліцину:







За методикою гліцину необхідно 0,0335 моль, або m = 2,51 г.

Хлористого бензоїлу за рівнянням реакції:







На 1 моль гліцину приходиться 1,135 моль хлористого бензоїлу. тому необхідно взяти

ν(x.6.) = 0,0335 · 1,135 = 0,0380 моль або

m(х.б.) = 0,0380 моль · 141,0 г/моль = 5,36 г.

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

ν(NaOH) = 0,0335 моль · 2 = 0,0670 моль або

m(NaOH) = 0,0670 моль · 40,0 г/моль = 2,86 г.

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

m(NaOH) = 0,0838 моль · 40,0 г/моль = 3,35 г.

Маса розчину:

 

 

 

 

 Одержано 4,33 г.

Вихід за теорією η(гіп.к-ти) =  чи 72 %

Вихід за методикою η(гіп.к-ти) =  чи 96 %

***План синтезу***

1. Приготування вихідних реактивів та збирання приладів.

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

1. 2. Приготувати розчин натрій гідроксиду (*w*(NaOH) = 10 %) об’ємом 30 см3 (натрій гідроксид масою 3,35 г та вода об’ємом 26,65 см3).

2. Проведення реакції.

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

2.2. Додати у два прийоми хлористий бензоїл масою5,36 г. Кожний раз зачиняти пробкою і сильно струшувати, поки не зникне запах хлористого бензоїлу.

2.3. Внести у колбу кригу і по краплях додати при перемішуванні концентровану хлоридну кислоту до *рН* = 3.

3. Виділення одержаної речовини.

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

4. Очистка речовини

4. 1. Гіпурова кислота забруднена бензойною кислотою. Перенести осад у хімічний стакан ємністю 100 см3, додати чотирьоххлоритстий карбон об’ємом 15 см3, накрити годинним склом і кип’ятити 5 хвилин. Бензойна кислота розчиняється.

4.2. Відфільтрувати осад на лійці Бюхнера, промити чотирьоххлоритстим карбоном об’ємом 5 см3.

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

4.4. Залишити розчин для кристалізації.

4.5. Осад відсмоктувати і сушити на повітрі.

4.6. Вихід 4,5 г. Т.пл. = 187 °С.

***Звіт***

Виготовили розчин натрій гідроксиду з масовою часткою натрій гідроксиду 10 %. Для цього зважили на терезах натрій гідроксид масою 3,35 г, помістили у конічну колбу ємністю 200 см3 і розчинили натрій гідроксид у воді об’ємом 27 см3. До розчину натрій гідроксиду додали гліцин масою 2,51 г. Утворився розчин гліцину в натрій гідроксиді. Потім, до цього розчину у витяжній шафі додали хлористий бензоїл масою 2,2 см3. Колбу зачинили гумовою пробкою і сильно струсили. Як тільки зник запах хлористого бензоїлу (5 хвилин), додали ще хлористий бензоїл масою 2,2 см3, знову зачинили гумовою пробкою і сильно струсили. Після того як зник запах хлористого бензоїлу (6 хвилин) у колбу внесли шість шматочків льоду і по краплях додали концентровану хлоридну кислоту до *pН* = 3. Контроль по універсальному індикатору папірцю. Усього витрачено хлоридної кислоти об’ємом 0,8 см3. В колбі випав осад гіпурової кислоти. Відфільтрували осад на лійці Бюхнера, промили холодною водою об’ємом 50 см3 і висушили на повітрі. Маса забрудненої гіпурової кислоти 4,75 г. Т.пл. = 175 °С.

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

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

Вихід 4,33 г.

Т1пл. = 185-186 °С; Т2пл. = 184-186 °С; Т3пл. = 185-186 °С;

Тср.пл. = 184,7-186 °С

Таблиця 6

**Виходи та константи продуктів синтезу**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Назва сполуки і структурна формула** | **Константи** | **Вихід** |
| **За літературним джерелам** | **Встановлені у роботі** | **г** | **%** |
| **Ткип.** | **Тпл.** | **n20** | **ρ20** | **Від теорет.** | **Від метод.** |
| Гіпурова кислотаМ = 179,0г/моль | Тпл .== 187 °С |  | 184,7-186 °C |  |  | 4,33 | 72 | 96 |

Робота завершена “23” жовтня 2015 p.

Витрачено 10 робочих годин

Препарат здано “30” жовтня 2015 p.

Зауваження

Оцінка

Викладач (підпис)

***Купрум(І) хлорид (CuСl) (каталізатор у реакції Зендмайера)***

2CuSO4 + Na2SO3 + 2NaCI + Н2О → 2СuСl↓ + 2Na2SO4 + Н2SO4

В колбі ємністю 250 см3 розчинити при нагріванні купрум(ІІ) сульфат кристалогідрат (CuSO45·H2O) масою 25 г і натрій хлорид масою 9 г у воді об’ємом 80 см3. До суміші повільно, при перемішуванні добавити розчин безводного натрій сульфату(ІV) (натрій сульфату(ІV) масою 6,3 г (або натрій сульфат(ІV) кристалогідрат (Na2SO3·7H2O) масою 12,6 г у воді об’ємом 20 см3). Реакційну суміш охолодити до кімнатної температури. Осад білого кольору, що випав, промити декантацією водою, після чого розчинити у концентрованій хлоридній кислоті об’ємом 40 см3. Одержаний розчин зберігати у щільно закритій склянці, так як сіль купрум(І) чутлива до кисню повітря.

***Купрум(І) бромід (СuВr) (каталізатор у реакції Зендмайера)***

2CuSO4 + Na2SO3 + 2NaBr → 2СuBr↓ + 2Na2SO4 + Н2SO4

В колбі ємністю 250 см3 розчинити при нагріванні купрум(ІІ) сульфат кристалогідрат (CuSO45·H2O) масою 25 г і натрій бромід масою 17 г у воді об’ємом 80 см3. До суміші повільно, при перемішуванні добавити розчин безводного натрій сульфату(ІV) (натрій сульфату(ІV) масою 6,3 г (або натрій сульфат(ІV) кристалогідрат (Na2SO3·7H2O) масою 12,6 г у воді об’ємом 20 см3). Реакційну суміш охолодити до кімнатної температури. Осад білого кольору, що випав, промити декантацією водою, після чого розчинити у концентрованій хлоридній кислоті об’ємом 40 см3. Одержаний розчин зберігати у щільно закритій склянці, так як сіль купрум(І) чутлива до кисню повітря.







В хімічний стакан, що містить розчин хлоридної кислоти (концентровану хлоридну кислоту об’ємом 50 см3 розчинити у воді об’ємом 50 см3), добавити свіжоперегнаний анілін об’ємом 18,6 г і добре перемішати. Після охолодження розчину до температури 2-3 °С, при безперервному перемішуванні із крапельної лійки, кінець якої занурений в рідину, додати невеликими порціями охолоджений розчин натрій нітрату(ІІІ) (натрій нітрату(ІІІ) масою 16 г розчинити у воді об’ємом 40 см3 води. При азотуванні весь час стежити за тим, щоб температура реакційного середовища не підвищувалась вище +5 °С. В разі потреби посилювати зовнішнє охолодження або додати у стакан невеликі шматочки льоду, кінець діазотування визначити йодкрохмальним папірцем. Для цього після додавання останньої порції розчину натрій нітрату(ІІІ), розчин продовжувати перемішувати 3-4 хвилини, ї скляною паличкою нанести краплину суміші на йодкрахмальний папір. Якщо через 2-3 хвилини папір посиніє, що свідчить про наявність вільної нітратної(ІІІ) кислоти – діазотування вважати закінченим.

Добутий розчин фенілдіазонійхлориду перелити у круглодонну колбу ємністю 1 дм3, добавити розчин калій йодиду (розчинити калій йо дід масою 40 г у воді об’ємом 25 см3, перемішати і залишити стояти на 2-3 години, охолоджуючи ззовні водою. Колбу закрити пробкою із зворотнім повітряним холодильником і нагріти на киплячій водяній бані доти, поки перестане виділятись азот.

Щоб зв’язати побічний продукт реакції – фенол, до добутої суміші добавити надлишок концентрованого лугу (проба на лакмус). Фенол перетворюється на натрій фенолят, завдяки чому йодобензен можна відігнати з водяною парою.

Перегонку закінчити тоді, коли в приймач перестають стікати маслянисті крапли йодобензену. Дистилят перелити у ділильну лійку і відокремити нижній шар йодобензену у невеличку колбу. Розчинність йодобензену у воді практично дуже мала, тому екстрагувати водний шар етером не потрібно.

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

Вихід 30 г (73 %).







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

В круглодонну колбу ємністю 500 см3 помістити розчину купрум(І) хлориду в концентрованій хлоридній кислоті об’ємом 50 см3 (приготування див. синтез купрум(І) хлориду) і охолодити в бані з льодом. При цьому утворюється суспензія купрум(І) хлориду, до якої при перемішуванні обережно прилити одержаний розчин солі діазонію. Реакційну суміш витримати на протязі 1 години при періодичному перемішуванні. Потім колбу сполучити зі зворотним холодильником і нагріти на слабко киплячій бані доти, поки перестане виділятися азот. Хлоробензен, що утворився, перегнати з водяною парою (рис. 9) до відсутності у дистиляті маслянистих крапель. Після чого дистилят охолодити до кімнатної температури і перенести у ділильну лійку. Хлоробензен відокремити (нижній шар) і промити послідовно розведеним розчином натрій гідроксиду і водою. Сушити кальцій хлоридом і переганяти з колби Вюрца (об’ємом 50 см3). Зібрати фракцію з температурою кипіння 127-131 °С.

Вихід 5,5 г.







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

В круглодонну колбу ємністю 500 см3 вмістити розчину купрум(І) броміду в розчині бромідної кислоти [*w*(HBr) = 48 %] об’ємом 50 см3 (приготування див. синтез купрум(І) броміду) і охолодити в бані з льодом. При цьому утворюється суспензія купрум(І) броміду, до якої при перемішуванні обережно прилити одержаний розчин солі діазонію. Реакційну суміш витримати на протязі 1 години при періодичному перемішуванні. Потім колбу сполучити зі зворотним холодильником і нагріти на слабко киплячій водяній бані доти, поки не перестане виділятися азот. Бромобензен, що утворився, перегнати з водяною парою (рис. 9) до відсутності у дистиляті маслянистих крапель. Після чого дистилят охолодити до кімнатної температури і перенести у ділильну лійку. Бромобензен відокремити (нижній шар) і промити послідовно розведеним розчином натрій гідроксиду і водою. Сушити кальцій хлоридом і перегнати з невеликої колби Вюрца. Зібрати фракцію з температурою кипіння 152-158 °С. Вихід 50 %.





(Роботу проводити у витяжній шафі!)

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

Вихід 5 г.







У хімічному стакані розчинити *м*-нітроанілін масою 2,5 г у розведеній хлоридній кислоті (концентровану хлоридну кислоту об’ємом 8,5 см3 розчинити у воді об’ємом 40 см3). Для повного розчинення вміст можна трохи підігріти. Одержану суміш охолодити до температури 0 °С, діазотувати, добавляючи по краплям з крапельної лійки розчин натрій нітрату(ІІІ) (розчинити натрій нітрату(ІІІ) масою 1,5 г у воді об’ємом 5 см3. Температура при цьому не повинна бути вище 5 °С. Діазорозчин при доброму перемішуванні прилити до розчину саліцилової кислоти і натрій карбонату (розчинити саліцилову кислоту масою 2,5 г та натрій карбонат масою 7,5 г у воді об’ємом 50 см3, що знаходиться у фарфоровому стакані при температурі 0 °С. Жовтий осад барвника відфільтрувати, трошки промити розчином натрій хлориду [*w*(NaCI) = 10 %] і сушити при температурі 40-50 °C.

Вихід 2,5 г (45 %).





В круглодонну двошійкову колбу, ємністю 200 см3, яка сполучена зі зворотним холодильником і крапельною лійкою (мал. 8) вмістити бутан-1-ол об’ємом 15 см3 і воду об’ємом 23 см3. Потім додати тонко розтертий калій бромід масою 25 г і декілька кип’ятильників. З крапельної лійки невеликими порціями (по 2-3 см3) прилити концентровану сульфатну кислоту об’ємом 17 см3. Після додавання кожної порції суміш перемішати шляхом гойдання колби. Реакційну суміш нагріти газовим пальником з азбестовою сіткою до кипіння і витримати при слабкому кип’ятінні на протязі 2 годин. Потім крапельну лійку прибрати, а зворотний холодильник замінити на прямий. Збільшуючи нагрівання, відігнати 1-бромобутан (рис. 9).

Сирий продукт, що містить домішки (дибутиловий етер, бутан-1-ол, вода, бутени і сліди брому) перенести у ділильну лійку і промити розведеним розчином натрій гідрогенсульфату(IV) (для відокремлення слідів брому). Домішки дибутилового етеру і бутан-1-олу відокремити шляхом обробки продукту рівним об’ємом концентрованої сульфатної кислоти (обережно!) в сухій ділильній лійці. Випустити кислоту (нижній шар). У цій же лійці промити 1-бромобутан водою, розведеним розчином натрій гідрогенкарбонату і знову водою. З ділильної лійки 1-бромобутан злити у невелику суху колбу і сушити кальцій хлоридом. Сухий 1-бромобутан перегнати з колби Вюрца (рис. 2), зібрати фракцію, яка переганяється при температурі 98-103 °С.

Вихід 16 г.







В круглодонну колбу, ємністю 250 см3 вмістити пропан-2-ол об’ємом 15 см3, концентровану сульфатну кислоту об’ємом 25 см3. Вміст колби перемішати і охолодити колбу під струменем холодної води. До охолодженої до кімнатної температури суміші, продовжуючи перемішування, добавити калій бромід масою 15 г. Потім колбу через дефлегматор сполучити з холодильником Лібіха і реакційну суміш перегнати (поки у приймач будуть переходити маслянисті краплини, які осідають на дно). Якщо реакційна суміш дуже сильно піниться, нагрівання припинити на деякий час. 2-Бромопропан відокремити від води у ділильній лійці і обережно невеликими порціями добавити до нього концентровану сульфатну кислоту доти, поки вона не збереться у вигляді окремого шару. Очищений таким чином від пропан-2-олу і диізопропілового етеру 2-бромопропан перегнати з маленької колби Вюрца (рис. 2) збираючи фракцію, яка відганяється при температурі 57-61 °С.

Вихід 8-10 г (30-40 %).













(Роботу проводити у витяжній шафі!)

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

Наступну порцію фосфору внести, коли реакція сповільниться. Фосфор вносити на протязі 1-1,5 години. Для завершення реакції суміш кип’ятити 1 годину на піщаній бані. Потім швидко зняти зворотний холодильник. Колбу сполучити з прямим водяним холодильником (за допомогою зігнутої скляної трубки) (рис. 9) і відігнати 2-йодопропан.

Дистилят перелити у ділильну лійку і відокремити 2-йодопропан (нижній шар) від водного шару. Далі теж у ділильній лійці промити 2-йодопропан розчином натрій карбонату [*w*(Na2CО3) = 10 %] (для нейтралізації йодидної і фосфатної(ІІІ) кислот), водним розчином натрій гідрогенсульфату(ІV) (для зв’язування йоду) і 2-3 рази водою.

Сушити 2-йодопропан кальцій хлоридом. Перегнати його з колби Вюрца (рис. 2), нагріваючи іі на азбестовій сітці невеликим полум’ям газового пальника. Зібрати фракцію, яка відганяється, при температурі 90-92 °С.

Вихід 15 г.





У двошійковій колбі, ємністю 100 см3, яка сполучена з крапельною лійкою, насадкою Діна-Старка і зворотним холодильником (рис. 10) змішати льодяну оцтову кислоту об’ємом 10 см3, бутан-1-ол об’ємом 16 см3 і концентровану сульфатну кислоту об’ємом 0,5 см3. Реакційну суміш нагріти до кипіння на пісщаній бані. Воду, яка утворює з бутанолом азеотропну суміш, відігнати як побічний продукт реакції. Ця суміш попадає в насадку. У насадці відбувається розшарування азеотропної суміші на два шари. По мірі накопичування, рідину з насадки злити у мірний циліндр (об’єм 10 см3). Відокремити верхній шар (бутан-1-ол), помістити у крапельну лійку і повернути по краплях в реакційну колбу. Нагрівання реакційної суміші проводити доти, поки не виділиться вода у кількості, розрахованій за рівнянням реакції (реакція йде приблизно 1 годину). Після охолодження до кімнатної температури, реакційну суміш перелити у ділильну лійку і промити водою, потім розчином натрій гідрогенкарбонату [*w*(NaHCO3) = 10 %] до нейтральної реакції на лакмус і знову водою.

Бутилацетат злити у суху конічну колбу (об’єм 50 см3), висушити кальцій хлоридом і перегнати з колби Вюрца (рис. 2). Зібрати фракцію, що кипить при температурі 123-126 °С.

Вихід 13,5 г.





У колбу Вюрца ємністю 100 см3 помістити етанол об’ємом 15 см3, а потім, обережно перемішуючи, при зовнішньому охолодженні водою, добавити концентровану сульфатну кислоту об’ємом 15 см3. Колбу закрити пробкою, в яку вставлена крапельна лійка. Кінець крапельної лійки має бути занурений у рідину. Колбу сполучити з довгим водяним холодильником Лібіха (рис. 11). Суміш нагріти на пісочній бані до температури 140 °С (термометр у бані). У нагріту рідину з крапельної лійки повільно додати суміш етанолу об’ємом 30 см3 і льодяної оцтової кислоти об’ємом 30 см3 з такою швидкістю, щоб кількість суміші, яку додають, приблизно дорівнювала кількості етилацетату, що відганяється у приймач.

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

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

Вихід 30 г (70 %).





В круглодонній колбі ємністю 50 см3 змішати саліцилову кислоту масою 6,5 г, свіжоперегнаний оцтовий ангідрид об’ємом 6 см3 (обережно) і концентровану сульфатну кислоту об’ємом 5 крапель. Колбу з’єднати зі зворотнім водяним холодильником і нагрівати протягом 1 години при температурі бані 60 °С, потім іі підвисити до 90-95°С. При цій температурі витримати колбу ще 1 годину. Під час нагрівання реакційну суміш постійно перемішувати струшуванням колби.

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

Вихід 7,5 г.





У двошійкову колбу ємністю 200 см3, яка сполучена з зворотним холодильником (рис. 8) і крапельною лійкою, внести пропан-2-ол об’ємом 20 см3. Потім у невеликому стакані розчинити натрій дихромат масою 22,8 г у вод об’ємом 60 см3 і обережно при перемішуванні прилити концентровану сульфатну кислоту (ρ = 1,84 г/см3) об’ємом 20 см3. Одержаний розчин хромової суміші перенести у крапельну лійку і обережно невеликими порціями (об’ємом по 1-2 см3) додати у колбу. Зразу починається окиснення, що супроводжується виділенням теплоти і сильним розігріванням реакційної суміші. Наступні порції хромової суміші приливати поступово при струшуванні колби і після деякого охолодження. Коли уся хромова суміш буде прибавлена, колбу нагрівати на киплячій водяній бані на протязі 10 хвилин. Потім реакційну суміш в колбі охолодити, перелити в колбу Вюрца з прямим холодильником і відігнати ацетон на водяній бані у приймач. Зібрати фракцію, що кипить при температурі 55-58 °С.

Вихід 10 г.