

**МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО
СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН**

**ФЕРГАНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ
ИНСТИТУТ**

Кафедра «ООТ»

**Абсарова Д.К.
Мирзаев Д.М.
Косимова Х.Х.**

**МЕТОДИЧЕСКОЕ
ПОСОБИЕ**

для лабораторных работ по

Органической химии



Фергана 2014

**Методическое указание рассмотрены
и рекомендованы к изданию на
заседании кафедры “ООТ”
(Протокол № ____ « ____ » _____)**

**Методическое указание рассмотрены
и рекомендованы к изданию на
заседании кафедры “КТ”
(Протокол № ____ « ____ » _____)**

**“Утверждено”
Методом Советом ФерПИ
(Протокол № ____ « ____ » _____)**

О Г Л А В Л Е Н И Е

1. Лабораторная работа №1	4 – 6
Основные правила работы в лаборатории органической химии	
2. Лабораторная работа №2	6 – 14
Лабораторная химическая посуда	
3. Лабораторная работа №3	14 – 16
Разделение и очистка твердых органических соединений	
4. Лабораторная работа №4	16 – 17
Фракционная перегонка органических веществ	
5. Лабораторная работа №5	17 – 20
Перегонка с водяным паром	
6. Лабораторная работа №6	20 – 21
Качественный элементный анализ	
7. Лабораторная работа №7	21– 22
Определение азота и серы. Определение галогенов.	
8. Лабораторная работа №8	23 – 25
Получение этилена и бромистого этила.	
9. Использованная литература.	26

1. Общие требования безопасности.

1.1. К проведению лабораторных работ по химии допускаются студенты, прошедшие инструктаж по охране труда, медицинский осмотр и не имеющие противопоказаний по состоянию здоровья.

1.2. Студенты должны соблюдать правила проведения, расписание учебных занятий, установленные режимы труда и отдыха.

1.3. При проведении лабораторных опытов и практических занятий по химии возможно воздействие на студентов следующих опасных и вредных производственных факторов:

- химические ожоги при попадании на кожу или в глаза едких химических веществ;

- термические ожоги при неаккуратном пользовании спиртовками и нагревательными жидкостями;

- порезы рук при небрежном обращении с лабораторной посудой;

- отравление парами и газами высокотоксичных химических веществ;

- возникновение пожара при неаккуратном обращении с легко воспламеняющимися и горючими жидкостями.

1.4. Кабинет (лаборатория) химии должен быть укомплектован медицинской аптечкой с набором необходимых медикаментов и перевязочных средств в соответствии с Приложением 5 Правил для оказания первой помощи при травмах.

1.5. Студенты обязаны соблюдать правила пожарной безопасности, знать места расположения первичных средств тушения. Кабинет химии должен быть оснащен первичными средствами пожаротушения; двумя огнетушителями, ящиком с песком и двумя накидками огнезащитной ткани.

1.5. Для нагревания жидкостей использовать только тонкостенные сосуды, наполненные жидкостью не более чем на треть. В процессе нагревания не направлять горлышко сосудов на себя и на своих товарищей, не наклоняться над сосудом и не заглядывать в них.

1.6. Запрещается пробовать любые растворы и реактивы на вкус, а также не принимать пищу и напиток в кабинете химии.

2. Требования безопасности в аварийных ситуациях.

2.1. При разливе водного раствора кислоты или щелочи, а также при рассыпании твердых реактивов немедленно сообщить об этом преподавателю или лаборанту. Не убирать самостоятельно любые вещества.

2.2. При разливе легковоспламеняющихся жидкостей или органических веществ немедленно погасить открытый огонь спиртовки и сообщить об этом преподавателю или лаборанту.

2.3. При разливе легковоспламеняющейся жидкости и ее воспламенении немедленно сообщить об этом преподавателю и по его указанию покинуть помещение.

2.4. В случае, если разбилась лабораторная посуда, не собирать ее осколки незащищенными руками, пользоваться для этой цели щетка и совок.

2.5. При получении травмы сообщить об этом преподавателю, которому немедленно оказать первую помощь пострадавшему и сообщить администрации колледжа.

Техника безопасности при работе в лаборатории

При проведении лабораторных работ в лаборатории по химии приходится иметь дело с горючими и легко воспламеняющимися жидкостями, щелочами и ядовитыми веществами. Поэтому необходимо соблюдать следующие правила.

1. Содержать рабочее место в чистоте.

2. Всегда работать только с небольшими количествами веществ.

3. Реактивы не следует брать руками. После окончания лабораторных работ руки необходимо тщательно вымыть.

4. В лаборатории нельзя принимать пищу.

5. Нельзя пробовать на вкус, за исключением тех случаев, когда это делается по указанию преподавателя.

6. При определении запаха следует пары вещества направлять к носу взмахом ладони.

7. Все работы с вредными, взрывоопасными, пожароопасными веществами, с концентрированными кислотами и щелочами проводите в вытяжном шкафу.

8. При нагревании жидкости пробирку держите отверстием от себя и от других, находящихся рядом.

9. Работа с концентрированными кислотами требует максимального внимания и осторожности, особенно при нагревании. Ожоги концентрированными кислотами очень болезненны, сопровождаются трудно заживающими и оставляющими рубцы язвами. Особенно нужно опасаться поражения глаз. Платье и обувь разрушаются от действия концентрированных кислот. При работе необходимо соблюдать следующие правила:

а) серную кислоту смешивайте с водой, приливая кислоту к воде небольшими порциями; азотную кислоту смешивайте с серной, приливая азотную к серной небольшими порциями; пробирки со смесями кислот следует охлаждать водой;

б) нельзя перемешивать кислоты с какими-либо веществами в пробирке, встряхивать, закрывая ее пальцем, так как при этом неизбежны ожоги от выброшенных из пробирок брызг кислот;

перемешивать кислоты в пробирке можно слегка, ударяя пальцем по нижней части пробирки;

в) концентрированные кислоты нельзя выливать в раковину во избежание порчи канализационных труб и выброса кислоты из раковины, их следует сливать в специальную посуду.

10. Работу с ядовитыми веществами (ацетиленом, бромом) производите только в вытяжном шкафу.

11. Запрещается бросать в раковину кусочки карбида кальция, сливать эфиры, жиры, вязкие растворы - сливайте их в специальную посуду, указанную преподавателем.

12. Все отработанные реактивы сливайте в специальную посуду

13 Горячие предметы ставьте только на подставки.

14. Сосуды с реактивами после употребления закрывать пробками и ставьте на соответствующие места.

15. При работе с огнеопасными веществами следите, чтобы поблизости не было открытого огня или сильно нагретых предметов.

16. Посуду с огнеопасными веществами сразу после их использования следует плотно закрыть и убрать в безопасное место.

17. В случае вспышки горючих жидкостей в пробирке не бросайте ее, а закройте чем - либо отверстие пробирки.

Если горящая жидкость разлилась по поверхности стола, пола, то очаг огня необходимо тотчас же засыпать песком, или воспользоваться огнетушителем. В случае вспышки одежды на работающем следует плотно обернуть горящего полотенцем или одеялом.

Правила выполнения лабораторных работ:

Студент должен:

- строго выполнять весь объем домашней подготовки, указанный в описаниях соответствующих лабораторных работ и практических занятий.

- Знать, что выполнению каждой работы предшествует проверка готовности студентов, которая производится преподавателем.

- Знать, что после выполнения работы подгруппа, которая назначается преподавателем на весь период работы, должна предоставить отчет о проделанной работе с обсуждением полученных результатов и выводов.

- Оценка студентов по лабораторной работе выставляется по представлению отчета за работу и выполненного контрольного задания.

В случае если студент пропустил лабораторную работу или практическое занятие по неуважительной причине или уважительной причине – студент должен отработать лабораторную работу или практическое занятие в указанный срок преподавателем.

Лабораторная работа №2 Лабораторная химическая посуда

Перечень и краткое описание лабораторной посуды

В химических лабораториях обычно используют стеклянную посуду. Она изготавливается, как правило, из специального стекла, которое устойчиво к кислотам, щелочам и большинству химических реагентов, и обладает сравнительно небольшим коэффициентом линейного расширения (что очень важно при переменных температурах химического эксперимента). Посуда из стекла очень удобна - она прозрачна, хорошо моется, сушится и легко поддается термической обработке. Основным ее недостатком является хрупкость. Стаканы обычно изготавливаются из термостойкого стекла и

бывают различной вместимости (от 50 до 1000 мл). Они служат для вспомогательных работ с органическими жидкостями и водными растворами. Пробирки бывают различной величины и диаметра. Обычные лабораторные пробирки изготавливают из легкоплавкого стекла, но для особых работ, например, при высоких температурах, применяют пробирки из тугоплавкого стекла или кварца.

При перемешивании реактивов пробирку держат за верхнюю часть большим, указательным и средним пальцами левой руки, а указательным пальцем правой руки ударяют косым скользящим движением по ее нижней части несколько раз. Нельзя встряхивать пробирку, закрывая ее пальцем, так как при этом загрязняются перемешиваемые вещества, а при проведении опытов с едкими веществами может быть травмирована кожа руки. Если пробирку необходимо мнать, то ее закрепляют в держателе или в лапке штатива.

Колбы бывают плоскодонные, конические, круглодонные и грушевидные. Плоскодонные и конические колбы обычно используют в качестве приемников при перегонке жидкости, для приготовления растворов и кристаллизации. Их нельзя применять при нагревании веществ до высоких температур и использовать в условиях пониженного давления (из-за опасности разрушения колб). Круглодонные колбы используют для перегонки веществ, в том числе и под вакуумом. Длина и диаметр горла круглодонных колб могут варьироваться. Эти колбы бывают двух-, трехгорлыми и т.д. Круглодонные колбы с отводной трубкой называют колбами Вюрца. Они предназначены для перегонки веществ при атмосферном давлении. Колбы Кляйзена применяют для перегонки жидкостей при пониженном давлении. Колба Бунзена вместе с воронкой Бюхнера (рис.1) используется для фильтрования под вакуумом. Холодильники служат для охлаждения и конденсации паров, образующихся при кипении органических жидкостей. Чтобы избежать потерь низкокипящих компонентов, колбы снабжают обратными холодильниками, где пары охлаждаются и конденсат возвращается в реакционную смесь. При перегонке вещество конденсируется в холодильнике и отводится в приемную колбу. Такие холодильники называются нисходящими (они крепятся под углом к столу в сторону приемника).

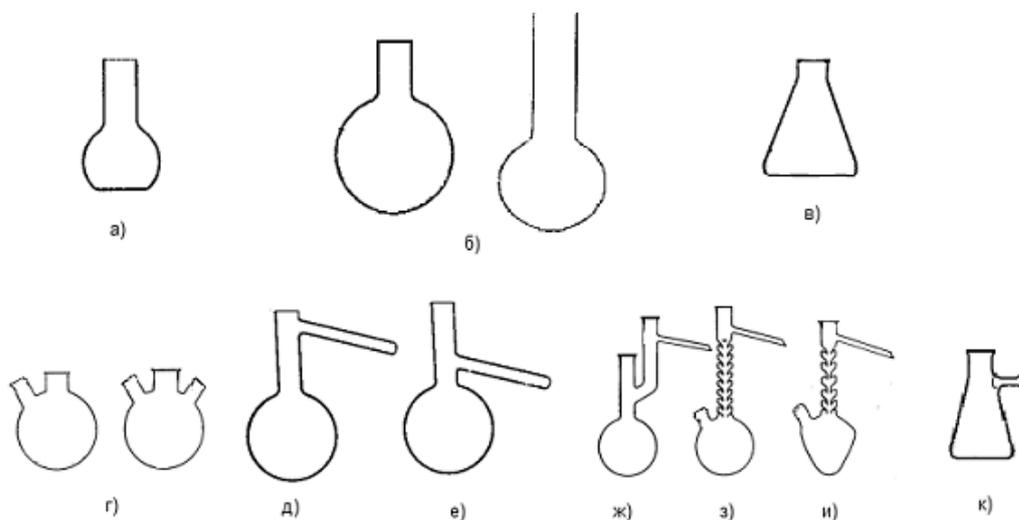


Рис. 1. Колбы:

а – плоскодонная; б – круглодонные; в – коническая; г – двух- и трехгорлые; д – Вюрца для жидкостей с низкой температурой кипения; е - Вюрца для жидкостей с высокой температурой кипения; ж – Кляйзена; з – Фаворского (с дефлегматором); и – грушевидная с дефлегматором; к – Бунзена

Простейшим является воздушный холодильник (рис. 2 а), который представляет собой длинную стеклянную трубку. Он предназначен только для работы с высококипящими жидкостями, поскольку эффективность воздуха как охлаждающего средства невелика. Воздушный холодильник можно использовать и как нисходящий, но при не слишком большой скорости перегонки, для жидкостей с температурой кипения больше 150°C.

В холодильнике Либиха (рис. 2 б) для охлаждения и конденсации пара используется проточная вода. Его применяют в качестве нисходящего для перегонки жидкостей с температурой кипения меньше 160°C. В качестве обратного холодильника он мало эффективен, так как имеет небольшую охлаждающую поверхность. Шариковый холодильник (рис. 2 в) используют

только как обратный, поскольку его охлаждающая поверхность значительно больше, чем у холодильника Либиха. Змеевиковый холодильник (рис. 2 г) никогда не следует использовать как обратный, потому что конденсат, который недостаточно хорошо стекает по изгибам змеевика, может быть выброшен из холодильника и послужить причиной несчастного случая. Змеевиковый холодильник, установленный вертикально, является наиболее эффективным нисходящим холодильником, особенно для низкокипящих веществ. Его нельзя устанавливать наклонно, так как конденсат может скапливаться внутри холодильника и не доходить до приемника.

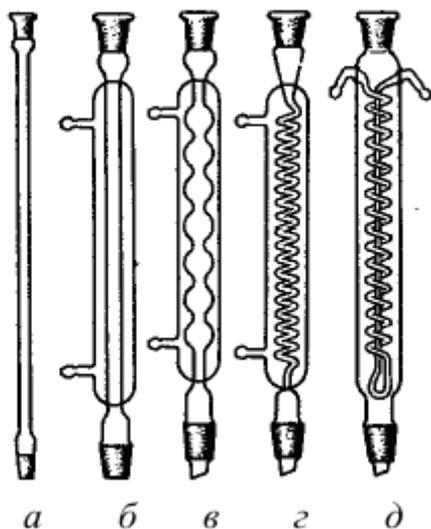


Рис. 2. Холодильники:

- а – воздушный;
- б – Либиха;
- в – шариковый;
- г – змеевиковый;
- д – Димрота

Холодильник Димрота (рис. 2 д) - очень эффективный обратный холодильник, но иногда он может быть использован как нисходящий, хотя в этом случае будут наблюдаться большие потери дистиллата на змеевике.

При работе с холодильниками, в которых охлаждающим средством является вода, необходимо помнить, что к водопроводному крану всегда присоединяется нижний отвод «рубашки» холодильника, а через верхний вода отводится в раковину. При этом холодильник должен быть полностью заполнен водой, и ее циркуляция через «рубашку» не должна прекращаться, так как отключение холодильника может привести к пожару или взрыву.

Воронки. Воронки для фильтрования выпускают различных размеров - диаметром от 35 до 300 мм. Обычные воронки имеют ровную внутреннюю поверхность, но для ускоренного фильтрования иногда применяют воронки с ребристой внутренней поверхностью. Кроме того, некоторые воронки имеют удлиненный конец, внутренний диаметр которого в верхней части меньше, чем в нижней (рис. 3). Такая конструкция также ускоряет фильтрование.

Воронки Бюхнера отличаются от обычных воронок тем, что они сделаны из фарфора и имеют перегородку с отверстиями, на которую помещают фильтр (рис. 4). Воронку присоединяют к колбе в колбу Бунзена, из которой затем откачивают воздух.



Рис. 3. Воронка

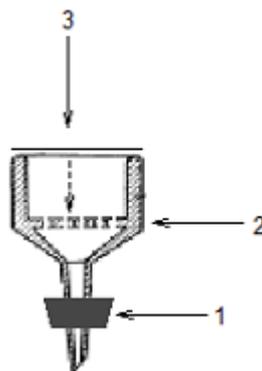


Рис. 4. Воронка Бюхнера:

- 1 – резиновая пробка под колбу Бунзена;
- 2 – перегородка с отверстиями;
- 3 – бумажный фильтр

Делительные воронки применяют для разделения несмешивающихся жидкостей и экстракции. Они бывают цилиндрической, шаровидной или грушевидной формы, с пробкой в верхней части и с притертым стеклянным краном в верхней части отводной трубки (рис. 5).

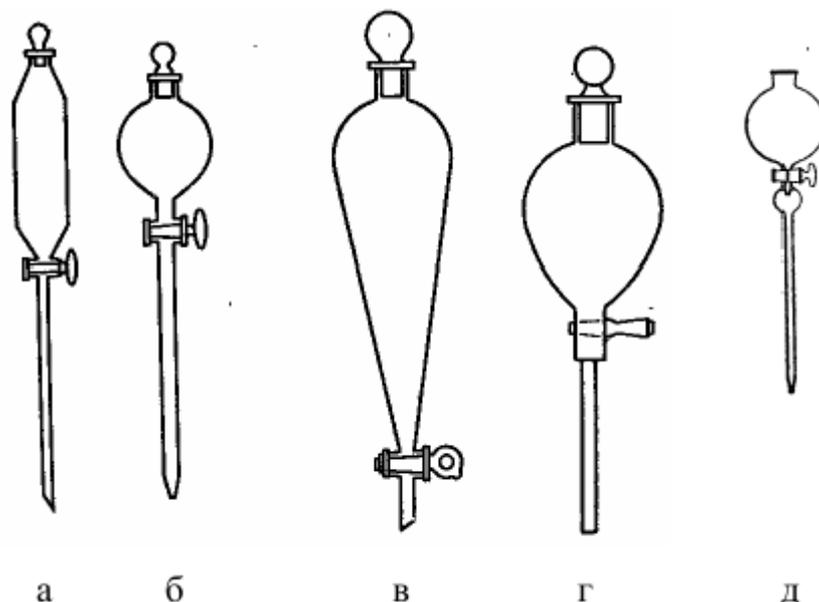


Рис. 5. Делительные воронки:

а – цилиндрическая; б – шарообразная; в, г – грушевидные. д – капельная воронка

Капельные воронки (рис. 5) предназначены для медленного прибавления жидкости в реакционную смесь во время проведения синтеза вещества. Они похожи на делительные, но у них более тонкие стенки и более длинные отводные трубки. Капельные воронки составляют часть прибора и крепятся к горлу колбы на шлифе или при помощи резиновой пробки. Перед работой с капельной или делительной воронкой шлиф стеклянного крана нужно смазать вазелином или специальной смазкой.

Дефлегматоры применяют для более тщательной фракционной перегонки жидких веществ. В верхнее отверстие дефлегматора вставляют термометр, а отводную трубку соединяют с нисходящим холодильником (рис. 6).

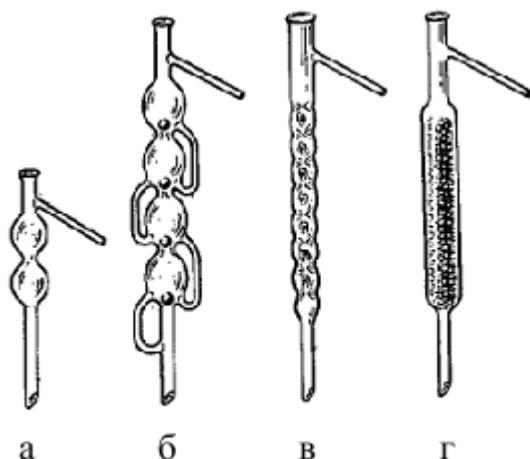


Рис. 6. Дефлегматоры:

а, б – шариковые; в – елочный; г – с насадкой

Хлоркальциевые трубки применяют для защиты реакционной смеси от попадания в нее нежелательных примесей из воздуха (паров воды, оксида углерода IV), а также от попадания в окружающую среду вредных веществ, образующихся в ходе химической реакции.

Мерная посуда служит для измерения объема жидкости. Мерные цилиндры и мензурки (рис. 7) служат для измерения больших объемов - от 5 до 2000 мл.

Бюретки - приборы для измерения точных объемов жидкости, применяемые

преимущественно при титровании. Пипетками отмеряют наиболее точные объемы - от 0,005 мл (для микропипеток) до 10-25 мл (для градуированных пипеток и пипеток Мора). Мерные колбы предназначены для приготовления растворов точных концентраций. Они имеют длинную шейку, на которой нанесена метка, шлиф и притертую пробку. При приготовлении раствора уровень жидкости доводят до метки.

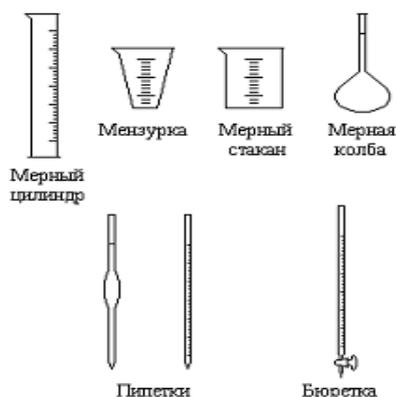


Рис. 7. Мерная посуда

Кристаллизаторы - это низкостенные сосуды, предназначенные для охлаждения веществ при их получении или кристаллизации. Иногда в кристаллизаторах можно проводить выпаривание, но следует помнить, что нагревать их можно только на водяной бане.

Эксикаторы - это емкости из толстостенного стекла, состоящие из массивного корпуса и притертой к нему стеклянной крышки. Они предназначены для высушивания твердых и жестких веществ. Различают простые и вакуум-эксикаторы.

Из вакуум-эксикаторов (рис. 8) через трубку с краном при помощи водоструйного насоса откачивают воздух. Вещество помещают в эксикатор в чашке Петри. В качестве осушителя применяют прокаленный хлорид кальция, оксид фосфора (V), силикагель, натронную известь, гидроксид натрия, сульфат магния или натрия.

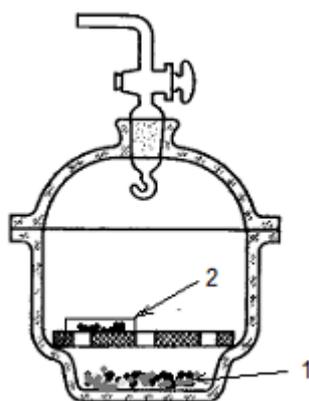


Рис. 8 . Вакуум-эксикатор:

- 1 – осушающее вещество;
2 – высушиваемое вещество

Фарфоровая посуда позволяет вести прямой обогрев веществ до температуры 1200°C . Недостатком этой посуды является ее большая масса и непрозрачность. Чашки для выпаривания применяют для нагревания и выпаривания различных растворов. Этот процесс можно вести на открытом пламени, но равномерное выпаривание растворов обычно происходит на асбестовой сетке или водяной бане. Тигли применяют для прокаливания различных веществ и для сжигания органических соединений. Из фарфоровой посуды в химической лаборатории часто применяют стаканы, ложки, шпатели и ступки.

Нагревательные приборы. Выбор нагревательного прибора зависит от целей и задач эксперимента.

Газовые горелки являются одним из основных видов нагреваемых приборов в лаборатории, хотя в последнее время используются электронагревательные приборы как более пожаробезопасные. Наибольшее распространение имеют горелка Бунзена и горелка Теклю (рис. 9 а,б). Горелка Бунзена представляет собой металлическую трубку, укрепленную на массивной подставке. Через боковой отвод в нижней части трубки в горелку - поступает газ. Кроме того, в трубке имеются два отверстия, через которые засасывается в горелку воздух и смешивается с газом. На выходе из горелки горит газоздушная смесь. Подача воздуха регулируется муфтой с отверстиями, свободно вращающейся на трубке. При совмещении отверстий муфты с отверстиями на трубке подача воздуха максимальна. В момент зажигания горелки подача воздуха должна быть минимальной. После того как горелка зажжена, подачу воздуха регулируют так, чтобы получить прозрачное пламя голубоватого цвета.

В момент зажигания горелки нельзя полностью открывать газовый кран.

Горелка Теклю имеет трубку, расширяющуюся книзу на конус. В дне конуса имеются отверстия: центральное служит для подачи газа, остальные - воздуха. Подачу воздуха регулируют вращением диска, расположенного под трубкой. Когда диск прижат к основанию конуса, воздух в горелку не

поступает. В подставке горелки имеется вентиль тонкой регулировки подачи газа. Этим горелка Теклю выгодно отличается от горелки Бунзена, где регулировать подачу газа можно только поворотом газового крана.

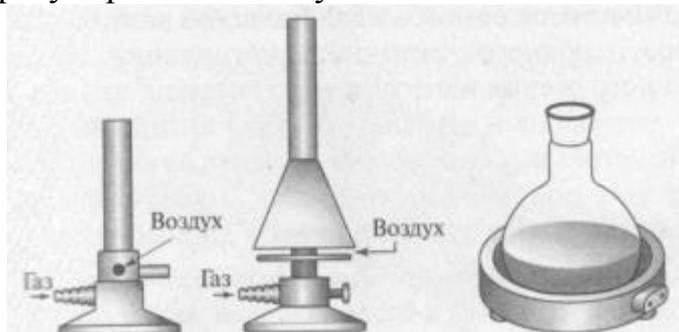


Рис. 9. Нагревательные приборы:

а) - горелка Бунзена; б) – горелка Теклю; в) - колбагреватель

При неправильном пользовании горелкой газ может гореть внутри горелки (происходит «проскок» пламени). Сама горелка при этом сильно нагревается. Обнаружить проскок можно по «хрипящему» звуку и характерному неприятному запаху. В этом случае горелку необходимо погасить, дать ей остыть, и лишь после этого ею вновь можно пользоваться.

Электроплитки бывают с открытой и закрытой спиралью, с терморегулятором и без него. В химической лаборатории используют плитки с закрытой спиралью и терморегулятором. Закрытая спираль обеспечивает безопасность в работе.

Колбагреватели представляют собой разновидность электроплиток (рис. 9). Наиболее удобны мягкие колбагреватели, представляющие собой кусок

токопроводящей ткани, сшитый в виде мешка по размеру колбы. Они обеспечивают равномерный нагрев. В сеть колбагреватели включают только

через лабораторный автотрансформатор.

Перед началом работы с электронагревательным прибором следует убедиться в его исправности (проверяют исправность электрошнура, вилки, наличие заземления, если оно необходимо).

Термометры. Применяемые в лаборатории ртутные термометры бывают двух типов: массивные (палочные) и трубчатые с впаянной шкалой из белого стекла. Последние более точны, так как возможность визуальной ошибки при считывании значений в них меньше. Учитывая, что ртуть замерзает при -39°C , для измерения более низких температур применяют термометры с другой жидкостью (толуолом, пентаном или спиртом, иногда подкрашенным). Для измерения температуры выше 500°C пользуются термопарами.

В зависимости от способа калибрования различают термометры полного и неполного (частичного) погружения. На термометрах частичного погружения нанесена черта, показывающая, насколько они были погружены в зону нагрева при калибровке. При работе такие термометры должны погружаться на ту же глубину. В этом случае введение поправки не

требуется. Термометры полного погружения обычно более точные и поэтому применяются шире. При обычном использовании термометров полного погружения часть ртутного столбика находится в более холодной зоне и для получения истинного значения температуры необходимо вводить поправку на выступающий столбик термометра. Поправка может быть рассчитана по формуле: $K = a n(t - t_1)$, где a -коэффициент, зависящий от сорта стекла, принимаемый обычно равным 0,0016; n -число градусных делений в выступающей части столбика ртути; t -наблюдаемая температура; t_1 – средняя температура выступающего столбика ртути (определяемая вспомогательным термометром, резервуар которого укреплен на середине высоты выступающего столбика ртути).

Лабораторная работа №3 **Разделение и очистка твердых органических соединений**

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

Кристаллизация (перекристаллизация) - важный способ очистки органических веществ. Определение температуры плавления позволяет при этом легко оценить чистоту полученного вещества.

Сублимация. Давление пара жидкости увеличивается с повышением температуры. Также ведут себя и твердые вещества. Многие из них испаряются при нагревании без предварительного перехода в жидкое состояние. Подобное явление называют возгонкой (сублимацией). Точно так же пары вещества могут конденсироваться, минуя жидкое состояние, образуя непосредственно кристаллы.

Практическая часть

Перекристаллизация

Реактивы: растворители, вода, очищаемое вещество.

Оборудование: стакан, колба, воронка, фильтр.

Перед тем как начать подбор растворителя, определяют температуру плавления вещества, подлежащего перекристаллизации. Это определение проводят для оценки изменения температуры плавления после перекристаллизации. Затем в пробирку помещают 10-15 мг вещества и

приливают 3-4 капли растворителя. Если вещество сразу растворяется, то такой растворитель не может быть использован для кристаллизации. Если вещество плохо растворяется, в пробирку добавляют еще 0,2-0,8 мл растворителя и нагревают содержимое пробирки до кипения. Горячий фильтрат фильтруют и охлаждают. Для более полного выпадения осадка охлаждение можно вести в бане с ледяной водой или в холодильнике. Выпавший осадок отфильтровывают, сушат, взвешивают и определяют температуру плавления. Если температура плавления повысилась, а потери перекристаллизации не превышают 20%, то такой растворитель можно признать пригодным для проведения кристаллизации основной массы вещества.

При перекристаллизации имеет значение выражение "подобное растворяется в подобном". Однако это не означает, что можно хорошо перекристаллизовать "подобное из подобного". Часто можно изменять растворяющие способности растворителя, добавляя к нему другой, "неподобный" растворитель. Если подходящий растворитель подобрать не удастся, то пользуются смесью растворителей, из которых один хорошо, а другой плохо растворяет очищаемое вещество. При этом чаще применяют разбавленный спирт, смесь бензола и предельных углеводородов, эфира и хлороформа и др. После того как подобран растворитель, очищаемое вещество растворяют при нагревании и горячим отфильтровывают. Фильтрату дают охладиться для кристаллизации. Выпавшие кристаллы отфильтровывают и сушат.

Задание. Перекристаллизовать 1 г загрязненного вещества, которое выдается преподавателем. Осадок отфильтровывают, высушивают, определяют температуру плавления и выход чистого вещества. Очищенное вещество сдают преподавателю.

Возгонка

Реактивы: очищаемое вещество (нафталин, фталевый ангидрид, кофеин, салициловая кислота).

Оборудование: песчаная баня, фарфоровая чашка, термометр, воронка, фильтр. В простейшем случае в лабораторных условиях используют два часовых стекла одинакового размера, либо фарфоровую чашку с воронкой. Диаметр воронки должен быть несколько меньше диаметра чашки. Носик воронки закрывают ватой. Возгоняемое вещество помещают на нижнее часовое стекло или в фарфоровую чашку и покрывают кружком фильтровальной бумаги, в которой проделаны отверстия: этот кружок служит для того, что возгоняемое вещество не попало снова в неочищенную массу. Стекло или чашку медленно нагревают на песчаной бане. Не следует повышать скорость возгонки за счет усиления нагревания, так как при этом кристаллы растрескиваются, осколки их долетают до возгоняемого вещества и загрязняют его. При перегреве возгоняемое вещество может также расплавиться, и в этом случае испарение будет происходить уже из жидкой фазы, т.е. фактически вещество будет перегоняться с превращением конденсата непосредственно в твердое

вещество. Охлажденная поверхность должна всегда находиться вблизи от пространства, в котором происходит возгонка - это увеличивает скорость возгонки. Кроме того, вещество следует растереть в мелкий порошок, так как возгонка происходит с поверхности.

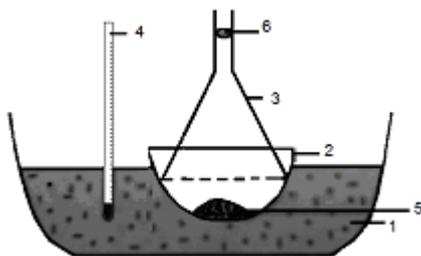


Рис. 10. Прибор для возгонки.

- 1 – песчаная баня;
- 2 – фарфоровая чашка;
- 3 – воронка;
- 4 – термометр;
- 5 – возгоняемое вещество;
- 6 – ватный тампон

Задание. Провести возгонку при атмосферном давлении указанного преподавателем вещества. Для этого около 1 г вещества помещают в фарфоровую чашку, покрывают бумагой с отверстиями, на которую ставят воронку с носиком, закрытым ватой. Затем медленно нагревают на песчаной бане (рис. 36). После окончания возгонки веществу дают охладиться и определяют температуру плавления.

Для возгонки кофеина из кофеин содержащих продуктов (чай, кофе, какао) в фарфоровую чашку помещается одна лопаточка сухого продукта и одна лопаточка оксида магния. Чашка накрывается воронкой, помещается на песчаную баню и нагревается (температура фиксируется с помощью термометра). Кофеин возгоняется при 180°C и представляет собой белые кристаллы.

Лабораторная работа № 4

Фракционная перегонка органических веществ

Ректификация – это способ разделения или очистки жидкостей с достаточно близкими температурами кипения путем перегонки с применением специальных колонок, в которых поднимающиеся пары взаимодействуют со стекающей навстречу им жидкостью (флегмой), образующейся в результате частичной конденсации паров. В результате многократного повторения процессов испарения и конденсации пары обогащаются легкокипящим компонентом, а флегма, обогащенная высококипящим компонентом, стекает в перегонную колбу.

На эффективных колонках, используемых в промышленности или в научных исследованиях, можно разделить жидкости, отличающиеся по температуре

кипения менее чем на 1°C . Обычные лабораторные колонки позволяют разделять жидкости с разницей температур кипения не менее 10°C .

Ректификационная колонка должна быть термоизолирована, чтобы происходящие в ней процессы протекали в условиях, максимально приближенных к адиабатическим. При значительном внешнем охлаждении или перегревании стенок колонки правильная ее работа невозможна.

Чтобы обеспечить тесное соприкосновение паров с жидкостью, ректификационные колонки заполняют насадкой. В качестве насадок используют стеклянные бусы, стеклянные или фарфоровые кольца, короткие обрезки стеклянных трубок или проволоки из нержавеющей стали, стеклянные спирали. Применяются ректификационные колонки и с елочной насадкой типа «звезда».

Эффективность работы колонки зависит от количества флегмы, поступающей на орошение. Для получения достаточного количества флегмы ректификационная колонка должна быть соединена с конденсатором. Роль конденсатора с частичной конденсацией паров может выполнять обычный дефлегматор. Установка для разделения смеси жидкостей изображена на рис. 11.

Ректификация

Реактивы: очищаемое вещество.

Оборудование: Прибор для фракционной перегонки.

Ректификация при атмосферном давлении

Собрать прибор для перегонки смеси как показано на рис. 11.

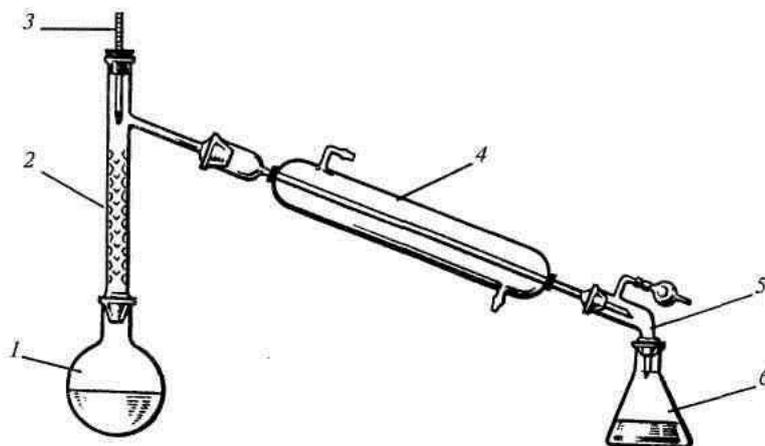


Рис.11. Прибор для фракционной перегонки:

- 1 — перегонная колба; 2 — дефлегматор; 3 — термометр;
4 — холодильник; 5 — аллонж; 6 — приемная колба

Лабораторная работа № 5 Перегонка с водяным паром

Перегонка с водяным паром является эффективным методом очистки органических соединений, нерастворимых или трудно растворимых в воде. Она особенно пригодна в тех случаях, когда продукт реакции загрязнен большим количеством труднолетучих смолистых примесей. Этот способ позволяет перегонять вещества при температуре, значительно меньшей, чем их температура кипения.

Сущность перегонки с водяным паром заключается в том, что высококипящие, не смешивающиеся или мало смешивающиеся, т.е. малорастворимые в воде вещества улетучиваются при пропускании в них водяного пара; затем они вместе с паром конденсируются в холодильнике.

Для того чтобы установить, летуче ли вещество с водяным паром, небольшое количество его надо нагреть в пробирке с 2 мл воды. Над этой пробиркой держат дно второй пробирки, в которую положен лед. Если конденсирующиеся на холодном дне второй пробирки капли мутные, то вещество летуче с водяным паром.

Таблица 6

Данные о некоторых веществах, перегоняемых с водяным паром

Вещество	Температура кипения, °С		Содержание вещества в дистилляте, %
	чистого вещества	смеси вещества с водяным паром	
Анилин	184,4	98,5	23
Бромбензол	156,2	95,5	61
Нафталин	218,2	99,3	14
Фенол	182,0	98,6	21
Нитробензол	210,9	99,3	15
о-Крезол	190,1	98,8	19

Последовательность работы такова. Рекомендуется сначала нагреть колбу с жидкостью и водой почти до кипения. Это предварительное нагревание имеет целью предотвратить слишком сильное увеличение объема смеси в колбе за счет конденсации паров воды в ходе перегонки. В дальнейшем перегонную колбу можно не нагревать. Когда из парообразователя пойдет сильная струя пара, закрывают зажимом резиновую трубку, надетую на тройник, и начинают перегонку с паром. Через находящуюся в колбе жидкость должна проходить довольно сильная струя пара.

Признаком окончания перегонки является появление прозрачного дистиллята (чистой воды). Если перегоняемое вещество имеет заметную растворимость в воде (например, анилин), следует собрать небольшое количество прозрачного дистиллята. По окончании перегонки открывают зажим и лишь после этого

гасят горелки (тем самым устраняется опасность втягивания жидкости из перегонной колбы в парообразователь). В приемнике после перегонки получают два слоя: воду и органическое вещество. Последнее отделяют от воды в делительной воронке, сушат обычным способом и перегоняют с целью окончательной очистки. Иногда для уменьшения потерь вещества за счет его частичной растворимости в воде применяют *высаливание* и *экстракцию*. Высококипящие вещества, трудно перегоняющиеся с водяным паром, имеющим температуру 100°C , можно перегонять с перегретым водяным паром, если только нет опасности разложения вещества при более высокой температуре. Для образования перегретого пара применяют пароперегреватели различного устройства. Обычно пар из парообразователя поступает в металлический змеевик, имеющий патрубок для измерения температуры и обогреваемый пламенем сильной горелки. Необходимо поддерживать определенную температуру перегретого пара, чтобы контролировать скорость перегонки и избежать разложения вещества. Перегонную колбу следует погрузить в масляную или металлическую баню, нагретую до требуемой температуры, а горло колбы плотно обернуть асбестовым шнуром. Если перегонка ведется при температуре выше $120\text{-}130^{\circ}\text{C}$, необходимо к перегонной колбе присоединить последовательно сначала воздушный, а затем водяной холодильник. Применение перегретого пара позволяет во много раз увеличить скорость перегонки труднолетучих веществ (рис. 12).

Реактивы: очищаемое вещество.

Оборудование: прибор для простой перегонки.

Собрать прибор перегонки с паром как показано на рис. 12.

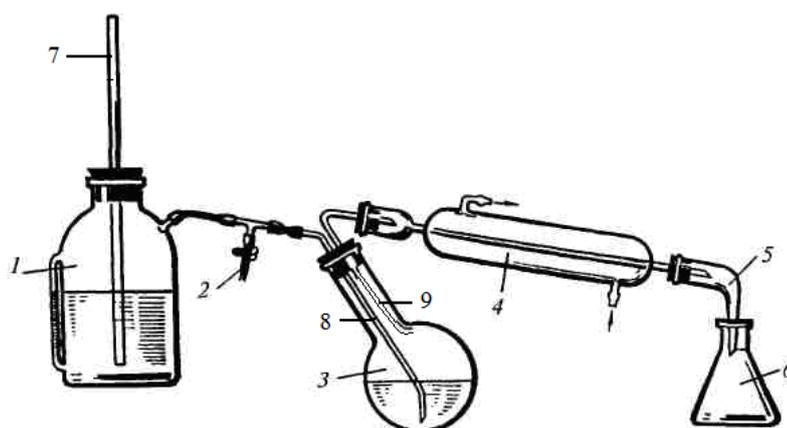


Рис. 12. Прибор для перегонки с водяным паром:

1 — парообразователь; 2 — тройник с зажимом; 3 — перегонная колба;
4 — холодильник; 5 — аллонж; 6 — приемная колба; 7 — предохранительная трубка; 8 — подводная трубка; 9 — трубка, отводящая пар.

Задание 1. Провести перегонку с водяным паром природного сырья (лепестки роз, еловые иголки) с целью получения водной вытяжки эфирного масла. Для этого в колбу загружается природное сырье, заливается водой и осуществляется перегонка с водяным паром.

Задание 2. Получить безводную щавелевую кислоту из ее смеси с водой, путем азеотропной отгонки воды.

Перегонка смеси двух жидкостей, нерастворимых друг в друге, применяется также для высушивания органических веществ путем так называемой *азеотропной отгонки воды*. С этой целью осушаемое вещество смешивают с органическим растворителем, например, бензолом или четыреххлористым углеродом, и подвергают смесь нагреванию в приборе для перегонки. При этом происходит отгонка воды с паром органического вещества (при температуре, лежащей ниже, чем температура кипения самого низкокипящего компонента смеси, например, бензола или CCl_4). При достаточно большом количестве органического растворителя может быть достигнуто полное обезвоживание осушаемого вещества.

Лабораторная работа №6 **Качественный элементный анализ**

Принадлежность органических веществ к определенным классам устанавливается функциональным анализом, их чистота - хроматографией, строение - всеми существующими физико-химическими методами исследования с учетом способа получения, а в случае необходимости и результатов встречного синтеза.

Качественный элементный анализ позволяет определить, из атомов каких элементов построены молекулы органического вещества; количественный элементный анализ устанавливает состав соединения и простейшую формулу.

При выполнении элементного анализа органические вещества «минерализуют», т.е. разлагают таким образом, чтобы углерод превратился в CO_2 , водород – в H_2O , азот – в N_2 , NH_3 или цианид - ионы CN^- и т.п. Дальнейшее определение проводят обычными методами аналитической химии.

В функциональном анализе применяются химические, физические и физико-химические методы.

Для качественных проб на функциональные группы выбирают реакции, при которых происходит изменение окраски или разделение фаз (выпадение осадка, выделение газа). Реакций, характерных только для какой-нибудь одной функциональной группы, известно немного, и для того, чтобы установить, к какому классу соединений относится данное вещество, нужно проделать несколько качественных реакций.

Практическая часть

Открытие углерода и водорода сожжением вещества с оксидом меди (II).

Реактивы: порошок оксида меди (II), сахароза, безводный медный купорос, известковая вода.

Оборудование: пробирки, пробка с газоотводной трубкой, вата, сухое горючее. Для проведения эксперимента в пробирку «а» (рис. 13) насыпают черного порошка оксида меди (II) на высоту около 10 мм. Добавляют одну лопаточку сахарозы, тщательно перемешивают, энергично встряхивают пробирку. В верхнюю часть пробирки «а» вводят в виде пробки небольшой комочек ваты. Насыпают на вату тонкий слой белого порошка - безводного медного купороса. Закрывают пробирку «а» пробкой с газоотводной трубкой. При этом конец трубки должен почти упираться в вату с CuSO_4 . Нижний конец трубки помещают в пробирку «б», предварительно наливают в нее около 1-2 мл известковой воды. Конец газоотводной трубки должен быть погружен в известковую воду.

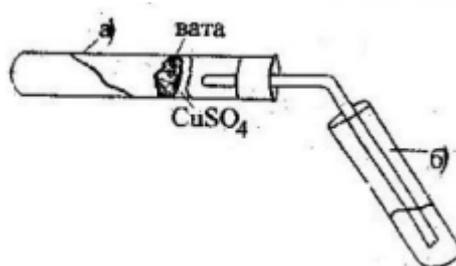


Рис. 13. Открытие углерода и водорода

Нагревают пробирку «а» на пламени горелки. Если пробка плотно закрывает пробирку, то через несколько секунд из газоотводной трубки начнут выходить пузырьки газа.

Как только известковая вода помутнеет, вследствие выделения белого осадка CaCO_3 , пробирку «б» убирают. Пробирку «а» продолжают нагревать по всей длине до ваты, пока пары воды не достигнут белого порошка – сульфата меди, находящегося на ватном тампоне, и не вызовут посинения его вследствие образования кристаллогидрата $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Если кусок ваты слишком большой, то она поглотит выделившиеся пары воды и посинения может не произойти.

Лабораторная работа №7

Определение азота и серы. Определение галогенов.

Определение галогенов (проба Бельштейна)

При нагревании с медью органических соединений, содержащих галоген, образуются галогениды меди, окрашивающие пламя в зеленый цвет



Методика выполнения работы

Петлю на конце медной проволоки прокалите на пламени спиртовки до исчезновения зеленого окрасивания пламени. После охлаждения нанесите на петлю исследуемое вещество и наблюдайте за цветом пламени. Аналитический эффект – при наличии галогена пламя окрашивается в зеленый цвет.

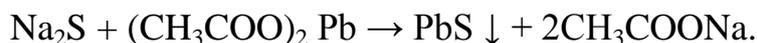
Определение серы

Серу открывают переводом сульфида натрия в сульфид свинца или по взаимодействию сульфида натрия с пентацианонитрозилфerrатом (III) натрия.

Методика выполнения работы

А. В пробирку внесите 1...1,5 см³ фильтрата и подкислите его уксусной кислотой до кислой реакции по лакмусу. К полученному раствору прибавьте 4 – 5 капель ацетата свинца.

Аналитический эффект – выпадение черно-коричневого осадка сульфида свинца



черный

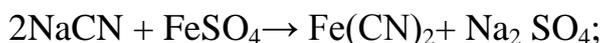
Б. В пробирку внесите 1 см³ подкисленного фильтрата, прибавьте 2 – 3 капли нитропрусида натрия. Аналитический эффект – красновато-фиолетовое (фиолетовое) окрашивание раствора.



красно-фиолетовый

Определение азота

Азот открывают в виде цианид-аниона по образованию берлинской лазури:



сине-зеленый

Методика выполнения работы

В пробирку налейте 1 см³ фильтрата, прибавьте 0,5 см³ 10 % водного раствора сульфата железа (II) и нагрейте до кипения. Смесь охладите и по каплям прибавьте соляную кислоту (1:1) до исчезновения темно-серого осадка, затем добавьте 3 капли раствора FeCl₃.

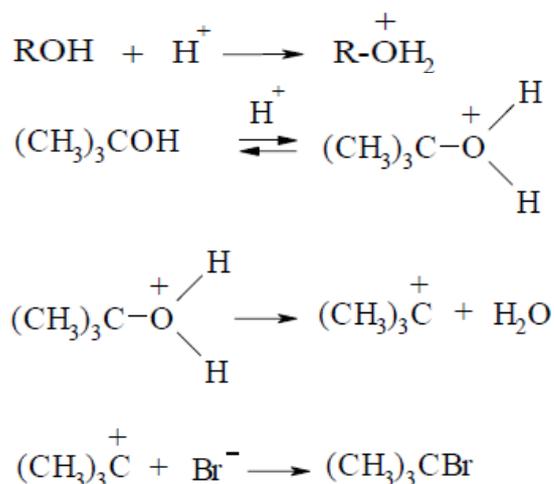
Аналитический эффект – окрашивание раствора в сине - зеленый цвет или выпадение хлопьев синего осадка .

Лабораторная работа №8

Получение этилена и бромистого этила.

Важное значение в органической химии спиртов имеют реакции нуклеофильного замещения гидроксила. Все эти реакции катализируются кислотами.

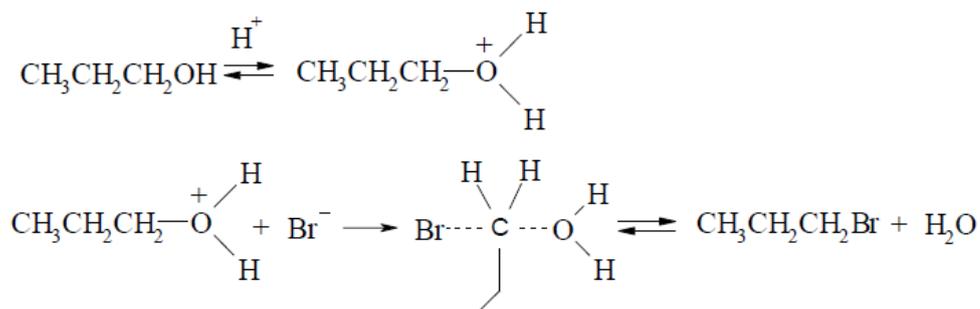
Гидроксильная группа спиртов легко замещается на галоген, что достигается действием галогенопроизводных кислот или галогенагидридов минеральных кислот (хлористый тионил, PCl_5 и др.).



Образование галогенопроизводного из оксониевой соли может проходить по механизму как $\text{S}_{\text{N}}1$, так и $\text{S}_{\text{N}}2$. Символом $\text{S}_{\text{N}}1$ обозначают реакции мономолекулярного, а символом $\text{S}_{\text{N}}2$ – бимолекулярного нуклеофильного замещения.

По механизму $\text{S}_{\text{N}}2$ протекают реакции метанола и большинства пространственно незатрудненных первичных спиртов, из которых карбокатионы образуются с трудом.

Например,



Третичные спирты реагируют с галогеноводородами по механизму $\text{S}_{\text{N}}1$ уже при комнатной температуре. Реакции $\text{S}_{\text{N}}1$ оптически активных спиртов,

протекающие с разрывом связи С-ОН у хирального атома углерода, приводят преимущественно к образованию рацемической формы.

Реакционная способность галогенпроизводных кислот уменьшается в ряду: HI, HBr, HCl. В таком же порядке уменьшается сила кислоты и нуклеофильность соответствующего аниона. Взаимодействию спиртов с HCl способствует добавление безводного хлорида цинка, который повышает реакционную способность как спирта, так и HCl. Легче всего вступают в реакцию третичные, труднее - вторичные, еще труднее реагируют первичные спирты. Для получения галогенопроизводных из спиртов часто используют галогеноводородные кислоты в момент их образования.

Практическая часть

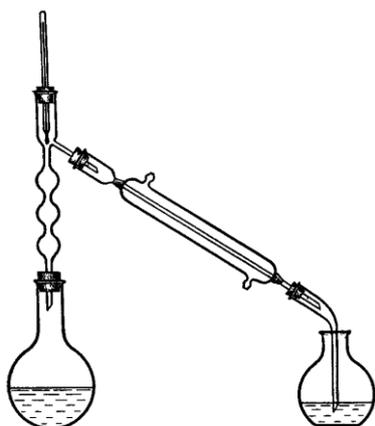
Синтез бромэтана (бромистого этила).



Реактивы: этиловый спирт 95%-ный 16 мл; бромид калия 15 г; серная кислота ($d=1,84$ г/мл) 16 мл.

Оборудование: колба круглодонная на 200 мл, дефлегматор, водяной холодильник, аллонж, плоскодонная колба вместимостью 50 мл, делительная воронка, сухая пробирка с пробкой, термометр.

К 16 мл концентрированной серной кислоты, находящейся в круглодонной колбе (рис. 50), быстро, при постоянном перемешивании и не охлаждая, приливают 16 мл спирта. Теплую смесь охлаждают до комнатной температуры, осторожно прибавляют при постоянном внешнем охлаждении 10 мл ледяной воды, и затем прибавляют 15 г тонко измельченного бромида калия. Воду



добавляют с целью подавления побочной реакции – образования диэтилового эфира и устранения потери бромоводородной кислоты за счет улетучивания. Для более полного использования бромоводорода этиловый спирт берут в небольшом избытке.

Чтобы избежать потерь легко летучего бромэтана, в приемник наливают немного воды, бросают несколько кусочков льда и погружают в воду конец аллонжа.

Рис. 14. Прибор для получения бромистого этила

Реакционную смесь нагревают на песчаной бане до тех пор, пока в приемник не перестанут поступать маслянистые капли, опускающиеся на дно. В случае сильного вспенивания реакционной массы нагревание на короткое время прерывают. По окончании реакции при помощи делительной воронки

бромистый этил отделяют от воды, собирая его в сухую пробирку. Для осушения бромистого этила добавляют несколько кусочков хлорида кальция. Через 20-30 минут бромистый этил становится прозрачным и его перегоняют. Перегонку ведут на водяной бане. Выход бромистого этила 12 г.

Перед проведением перегонки бромистый этил можно освободить от примесей промыванием в делительной воронке концентрированной серной кислотой. При обработке серной кислотой из бромистого этила извлекаются этиловый спирт (примесь), диэтиловый эфир (побочный продукт) и вода. Бромистый этил – бесцветная жидкость, смешивается со спиртом, диэтиловым эфиром, хлороформом; перегоняется в интервале 36-400С.

При хранении, особенно на свету, бромистый этил разлагается с выделением свободного брома и бромоводорода. Хранят его в толстостенной склянке из темного стекла с притертой крышкой.

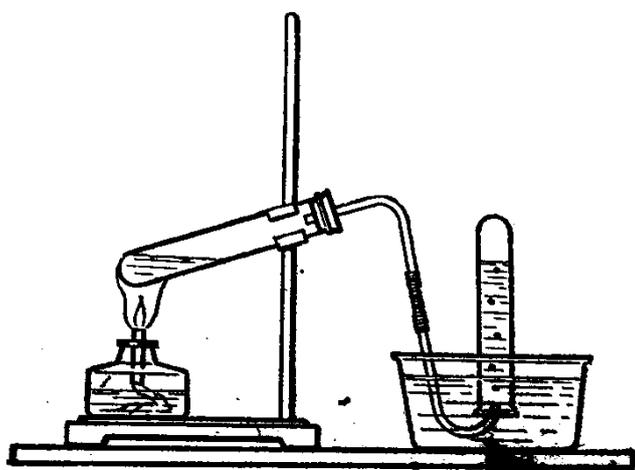
Получение этилена и опыты с ним.

Этилен в лаборатории получают при нагревании этилового спирта с концентрированной серной кислотой.

1. Соберите прибор, как показано на рисунке 14, и проверьте его герметичность. Налейте в широкую пробирку (колбу) 5 мл выданной вам смеси спирта с серной кислотой (на 1 объём спирта 3 объёма серной кислоты), поместите в смесь немного песку или пемзы, чтобы избежать толчков жидкости при кипении, закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой и укрепите в штативе, как показано на рисунке. Нагревайте смесь. **(осторожно!)**.

2. После того как воздух будет вытеснен из пробирки, соберите выделяющийся этилен в две пробирки по способу вытеснения воды. Пробирки закройте пробками и поставьте в штатив.

3. Выньте газоотводную трубку из воды и, удалив из неё воду лёгким потряхиванием, подожгите выделяющийся газ. Светящимся или несветящимся пламенем горит этилен?



4. В одну пробирку с этиленом прилейте 1-2 мл бромной воды, закройте пробирку пробкой и встряхните. Что наблюдается? Объясните это явление. Напишите уравнение реакции.

5. В другой пробирке испытайте газ подкисленным раствором марганцовокислого калия. Что наблюдаете? Объясните наблюдение.

Рис.14. Получение этилена

ИСПОЛЬЗОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. М.И. Бармин «Лекции по органической химии». Учебное пособие Санкт-Петербург Геликон-Плюс 2010 г.
2. О.Ф. Гинзбург «Лабораторные работы по органической химии» М: 1974 г.
3. А.М. Ким «Органическая химия» Учебное пособие. Новосибирск 2002 г.
4. Г.Б. Володина, И.В. Якунина «Лабораторный практикум по органической химии» Тамбов. Издательство ТГТУ 2004 г.
5. А. М. Чибиряев, В. А. Резников «Лабораторные работы по органической химии» Новосибирск 2005 г.
6. Травень В.Ф. «Органическая химия» Т.1 и 2. М: Академкнига, 2005 г.
7. Петров А.А, Бальян Х.В., Трощенко К.Г. «Органическая химия» СПб.: Иван Федоров, 2005 г.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИНТЕРНЕТ САЙТЫ

1. <http://www.chemport.ru>
2. <http://www.chemistiry.ru>
3. <http://www.orgchemi.ru>

