

Практикум з органічної хімії для студентів
хімічних спеціальностей

к.х.н. Рябухін С.В.

д.х.н. Волочнюк Д.М.

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №1

Синтез 2,4-динітрофенілгідразонів

Мета: засвоєння та поглиблення теоретичних знань та оволодіння практичними навичками роботи в хімічній лабораторії, такими як: зважування речовин на лабораторних терезах, висушування осаду на фільтрі при увімкненому насосі, промивання осаду на фільтрі Шота, фільтрування реакційної суміші з використанням водоструйного насосу та навчитися користуватися магнітною мішалкою.

Обладнання та посуд:

1. Стакан на 50 мл – 2 од.
2. Стакан на 25 мл – 2 од.
3. Фільтр Шотта – 2 од.
4. Колба Бунзена – 1 од.
5. Промивалка з дистильованою водою.
6. Промивалка з етанолом.
7. Магнітна мішалка.
8. Якір для магнітної мішалки – 2 од.
9. Піпетка на 1 мл – 1 од.
10. Піпетка на 5 мл – 3 од.
11. Чашка Петрі – 2 од.
12. Шпатель – 1 од.
13. Пінцет – 1 од.
14. Скляна паличка – 2 од.
15. Індикаторний папір – 1 упаковка.
19. Ватний тампон.
20. Пристрій для набирання рідини у піпетку.
21. Гумовий ущільнювач для фільтрування під вакуумом – набір з 3 шт.
22. Затискач Кохера
23. Ножиці – 2 од.
24. Терези – 2 од.
25. Олівець – 5 од.


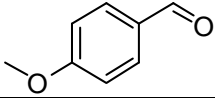
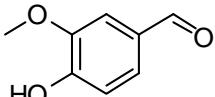








Реактиви:

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Маркування
2,4-динітрофенілгідразин	тверда речовина	чиста речовина	400 мг	DPG
фосфатна кислота	розчин	конц.	100 мл	H ₃ PO ₄
альдегід 1 (A1)	чиста речовина	чиста речовина	1 ммоль	A1
альдегід 2 (A2)	чиста речовина	чиста речовина	1 ммоль	A2
етанол	рідина	96 %	50 мл	EtOH
натрій гідроксид	розчин у воді	5%	50 мл	NaOH
натрій гідрокарбонат	розчин у воді	5%	50 мл	NaHCO ₃
1,4-діоксан/ ацетон	рідина	Суміш 55 % діоксану і 45 % ацетону	50 мл	Суміш
Дистильована вода	рідина	чиста речовина	100 мл	вода

Практикум з органічної хімії

Техніка безпеки:

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
DPG	2,4-динітрофенілгідразин		H228, H302
	<i>пара</i> -анісовий альдегід	-	-
	ванілін		H319
H ₃ PO ₄	фосфатна кислота		H290, H314
EtOH	етанол		H225, H319
NaOH	натрій гідроксид (розчин)		H314, H318, H402
NaHCO ₃	натрій гідрокарбонат (розчин)	-	H320
	діоксан		H225, H319, H335, H351
	ацетон		H225, H319, H336

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара
H228 – Займиста тверда речовина
H290 – Може викликати корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

H302 – Шкідливо при проковтуванні
H314 – Викликає серйозні опіки шкіри та пошкодження очей
H318 – Викликає серйозні пошкодження очей
H319 – Викликає серйозне подразнення очей
H320 – Викликає подразнення очей
H335 – Може викликати подразнення дихальних шляхів
H336 – Може викликати сонливість або запаморочення
H351 – Ймовірно може викликати рак

Небезпека для навколишнього середовища

H402 – Шкідливо для водних організмів

Методика

Практикум з органічної хімії

В 2 стакани на 50 мл зважте по 200 мг 2,4-динітрогідразину (стакани промарковані як **A1** та **A2**). Паралельно приготуйте розчини альдегідів у стаканах на 25 мл – для цього в кожен стакан додайте з промівалки етанол до мітки 5 мл (зауважте, що альдегіди вже повинні знаходитись у ваших стаканах та промарковані як **A1** та **A2**). Додайте піпеткою 1 мл фосфатної кислоти до твердого 2,4-динітрофенілгідразину, перемішуйте при кімнатній температурі до утворення однорідної суміші (приблизно 2-3 хвилини). Піпеткою додайте до реакційної суміші 1,6 мл води, перемішайте до утворення однорідної суспензії (бажано, щоб перед додаванням спирту увесь осад був змочений розчином кислоти), після цього додайте з промівалки невелику кількість етанолу (не більше мітки в 10 мл). Далі обережно (малими порціями) вилийте вміст кожного з стаканів з альдегідом у відповідний стакан з 2,4-динітрогідразином (вміст стаканів треба виливати відповідно до маркування **A1** в **A1** та **A2** в **A2**). Відразу ж утворюється яскравий осад. Після цього додайте до стаканів де були альдегіди невелику кількість етанолу (приблизно по 2 мл) та вилийте у відповідні реакційні суміші. Продовжуйте перемішування протягом 20 хвилин, потім додайте 10 мл води та перемішуйте ще 3-5 хвилин.

Відфільтруйте реакційну суміш з використанням водоструйного насоса на фільтрі Шота. Відмийте продукт від фосфатної кислоти водою, пропускаючи воду через осад на фільтрі (приблизно по 5 мл, при цьому в процесі видмивання шланг треба перетиснути затискачем Кохера). Періодично знімайте воронку та вимірюйте рН у краплі розчину, що стікає з неї, за допомогою індикаторного паперу. Для вимірювання використовуйте смужку паперу довжиною 1-2 см, тримайте папір пінцетом. Припиніть промивання, коли буде досягнуто рН більше 5,5 (або колір паперу після змочування краплиною фільтрату буде подібний до кольору паперу, змоченого дистильованою водою). Потім двічі промийте на фільтрі осад етанолом, використовуючи не більше 3 мл етанолу за один раз. (*Гідразон трохи розчинний у етанолі!*).

Висушіть осад на фільтрі при увімкненому насосі, перемішуйте продукт шпателем час від часу.

У той час, коли осад буде сушитись на фільтрі, підготуйте чашки Петрі, для цього маркером, що є на загальному столі піпишіть їх відповідно **A1_XX** та **A2_XX** (де XX – номер робочого місця). Потім на вагах зважте кожну чашку та запишіть масу тари в лист для відповідей.

Через приблизно 20 хвилин обережно перенесіть висушений порошок у відповідну чашку Петрі. Зважте сирий продукт на вагах та запишіть його масу в лист для відповідей. Залиште продукт у витяжній шафі для остаточного просушування на повітрі.

Характеризація

Підготуйте стакани на 25 мл (для цього промийте їх невеликою кількістю етанолу 5-10мл, залишки етанолу після промивання можна злити в колбу Бунзена). Помістіть невелику кількість (на кінчику скляної палички) кожного фенілгідразону в окремий стакан на 25 мл відповідного маркування. Додайте по 10 мл суміші діоксан-ацетон у кожний стакан. Найкращі результати будуть одержані, коли кольори розчинів у стаканах будуть жовтими з однаковими інтенсивностями. Налийте по 5 мл розчину NaHCO_3 у кожний стакан. Перемішайте розчини скляними паличками. Запишіть спостереження у лист для відповідей (п. 7).

Після запису спостережень додайте по 2 мл розчину NaOH у кожний стакан. Перемішайте утворені суміші скляною паличкою. Запишіть спостереження у лист для відповідей (п. 8).

Дайте відповіді на усі питання та заповніть лист для відповідей.

Після цього іще раз зважте продукти **A1** та **A2** у чашках Петрі. Запишіть їх маси.

Лист для відповідей

Практикум з органічної хімії

1. Наведіть структурні формули 2,4-динітрогідазину та обох продуктів.

DPG	Продукт з альдегіду 1	Продукт з альдегіду 2

2. Запишіть маси отриманих продуктів

Маса тари A1		Маса сирого продукту A1		Маса продукту A1	
Маса тари A2		Маса сирого продукту A2		Маса продукту A2	

3. Який вид стереоізомерії (якщо є) можливий для цих гідазонів?

R/S E/Z D/L еритро/трео глюко/мано

4. Яка роль кислоти в утворенні 2,4-динітрофенілгідазону?

стереоізомерний реагент каталізатор

відновник окисник

5. Як зміниться швидкість реакції, якщо синтез проводити у нейтральному середовищі?

сильно збільшиться трохи збільшиться

без змін реакція не буде відбуватися

6. Як зміниться швидкість реакції, якщо синтез проводити у лужному середовищі?

сильно збільшиться трохи збільшиться

без змін реакція не буде відбуватися

7. Запишіть ваші спостереження стосовно змін кольорів розчинів після додавання NaHCO_3 :

колір не змінився у обох стаканах

колір змінився помітно у обох стаканах

колір змінився помітно тільки у одному стакані

8. Запишіть ваші спостереження стосовно змін кольорів розчинів після додавання NaOH :

колір не змінився у обох стаканах

колір змінився помітно у обох стаканах

колір змінився помітно тільки у одному стакані

9. Які структурні особливості продукту зумовили зміну кольору у реакції з NaHCO_3 :

присутність MeO групи у 4 положенні бензенового кільця

присутність MeO групи у 3 положенні бензенового кільця

присутність OH групи у 4 положенні бензенового кільця

Практикум з органічної хімії

присутність MeO та OH груп

10. Який з перерахованих процесів відповідає зміні кольору, що спостерігається при реакції 2,4-динітрофенілгідразону з NaOH:

лужний гідроліз

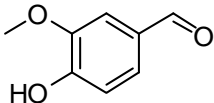
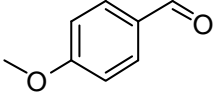
дегідратація

гідратація

депротонування

дегідрогенізація

11. Намалуйте структурні формули основних органічних часток, що присутні у кожному з середовищ:

Вихідний альдегід (ванілін) 	Вихідний альдегід (<i>para</i> -анісовий) 
NaOH	NaOH
NaHCO ₃	NaHCO ₃

12. Які структурні особливості альдегіду зумовили сильну подразнюючу дію ваніліну для очей:

присутність альдегідної групи

присутність MeO групи у 3 положенні бензенового кільця

присутність OH групи у 4 положенні бензенового кільця

присутність бензенового кільця

Практикум з органічної хімії

Коментарі:
Аналіз:

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №2

Синтез бензилгідантоїну

Мета: засвоєння та поглиблення теоретичних знань та оволодіння практичними навичками роботи в хімічній лабораторії, такими як: метод тонкошарової хроматографії (ТШХ) та навчитися користуватися сепаратором, холодильником Лібіха і водяною банею.

Обладнання та посуд:

1. Водяна баня
2. Колба круглодонна на 25 мл – 2 од.
3. Піпетка на 5 мл – 2 од
4. Магнітна мішалка з термopарою
5. Якір для магнітної мішалки – 2 од.
6. Лійка (воронка) для твердих сипучих речовин – 2 од.
7. Зворотній холодильник
8. Індикаторний папір
9. Пінцет
10. Шпатель – 2 од.
14. Фільтр Шотта – 2 од.
18. Промивалка з дистильованою водою
19. Камера для тонкошарової хроматографії (ТШХ)
20. Хроматографічна пластинка – 1 од.
21. Стакан на 25 мл
22. Колба Бунзена
23. Гумова груша для піпеток
24. Гумовий ущільнювач для фільтрування під вакуумом
25. Капіляр для нанесення речовини для ТШХ – 3 од.
26. Пробірка Флоринського – 5 шт.
27. Папір для зважування сипучих речовин
28. УФ-лампа
29. Терези
30. Ножиці – 5 од.
31. Олівець – 5 од.
32. Самплер – 2 од.

Реактиви:

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Маркування
Фенілаланін	Тверда речовина	чиста речовина	4×10 г	Phe
Ціанат натрію	Тверда речовина	чиста речовина	4×10 г	NaOCN
NaOH	Розчин у воді	1 М	5 × 5 мл	NaOH
HCl	Розчин у воді	12 %	10 мл	HCl 12 %
Ізопропанол	Рідина	чиста речовина	100 мл	ІПС
Тетрафторборатна кислота	Розчин у воді	25 % (± 2 %)	20 мл	HBF ₄
Метилтретбутиловий ефір	Рідина	чиста речовина	30 мл	МТБЕ
Ацетонітрил	Рідина	чиста речовина	10 мл	MeCN
Мурашина кислота	Рідина	2 % розчин в етилаце-таті	30 мл	HCOOH 2 %
1,4-діоксан / ацетон	рідина	Суміш 55 % діоксану і 45 % ацетону	50 мл	Суміш

Практикум з органічної хімії

Техніка безпеки:

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
HCl	хлоридна кислота		H290, H314, H335
NaOH	натрій гідроксид (розчин)		H314, H318, H402
	ізопропіловий спирт		H225, H319, H336
	метил- <i>трет</i> -бутиловий етер		H225, H315
	ацетонітрил		H225, H302, H312, H319, H332
	мурашина (метанова) кислота		H226, H302, H314, H331
	етилацетат		H225, H319, H336
	діоксан		H225, H319, H335, H351
	ацетон		H225, H319, H336
	фенілаланін		H319 (100%) H335 (12.5%)
NaOCN	ціанат натрію		H302 (100%) H411 (11.27%) H412 (88.73%)
HF ₄	тетрафторборатна кислота		H314

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара
H226 – Займиста рідина та пара
H290 – Може викликати корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

H301 – Токсична при проковтуванні
H302 – Шкідливо при проковтуванні
H303 – Може спричинити шкоду при проковтуванні
H304 – Може бути смертельна при проковтуванні або вдиханні
H312 – Спричиняє шкоду при контакті зі шкірою

Практикум з органічної хімії

- H314 – Викликає серйозні опіки шкіри та пошкодження очей
- H315 – Викликає подразнення шкіри
- H318 – Викликає серйозні пошкодження очей
- H319 – Викликає серйозне подразнення очей
- H320 – Викликає подразнення очей
- H331 – Токсична при вдиханні
- H332 – Спричиняє шкоду при вдиханні
- H335 – Може викликати подразнення дихальних шляхів
- H336 – Може викликати сонливість або запаморочення
- H351 – Ймовірно може викликати рак

Небезпека для навколишнього середовища

- H402 – Шкідливо для водних організмів
- H411 – Токсично для водних організмів з довготривалими наслідками
- H412 – Шкідливо для водних організмів з довготривалими наслідками

Практикум з органічної хімії

Методика

Стадія 1.

Зважте **Phe** (495 мг, 3 ммоль) та натрій ціанат (293 мг, 4,5 ммоль) на папері для зважування. За допомогою воронки для твердих сипучих речовин перенесіть реактиви у круглодонну колбу на 25 мл з якорем для магнітної мішалки та закріпіть її на штативі, розмістивши по центру мішалки. Додайте воду (3 мл). Почніть перемішування і до одержаної суспензії додайте самплером дві краплі водного розчину натрій гідроксиду (1 М). Встановіть холодильник на колбу та нагрівайте реакційну суміш до 80 °С на водяній бані при перемішуванні на магнітній мішалці.

Увага! Щоб досягти потрібної температури вчасно та не втрачати багато часу увімкніть нагрівання бані відразу ж після початку експерименту. Помістіть терморпару у водяну баню так, щоб вона була на 2 см вище дна бані.

Нагрівайте реакційну суміш при 80 °С протягом 30 хвилин, після чого одержаний прозорий розчин охолодіть до кімнатної температури і перелийте у стакан на 50 мл. Промийте круглодонну колбу невеликою кількістю води (2 порції по 1–2 мл), яку виливайте в стакан з реакційною сумішшю. При цьому реакційна суміш може помутніти. Підкисліть реакційну суміш в стакані додаванням 12 % хлоридної кислоти самплером порціями по 0,1 мл до $\text{pH} < 3$ при перемішуванні на магнітній мішалці (pH контролюйте індикаторним папером, стрічку тримайте пінцетом). За потреби додайте трохи води до утвореної білої суспензії для покращення перемішування.

Відфільтруйте білий осад речовини **A** під вакуумом, промийте на фільтрі водою та двічі просушіть МТБЕ для видалення залишків води. Залишіть сечовинну похідну **A** на фільтрі принаймні на 3 хвилини під вакуумом для видалення, по можливості, залишків розчинника.

Невелику кількість (2–5 мг) сечовинної похідної **A** залишіть для ТШХ аналізу, та приблизно 20–30 мг залишіть для аналізу методом ЯМР у пробірці Флоринського.

Стадія 2.

Перенесіть сечовинну похідну **A** у круглодонну колбу та додайте тетрафторборатну кислоту (25 %, 3 мл). Внесіть якор для магнітної мішалки та перемішуйте 30 хв. Після проходження реакції реакційну суміш охолодіть до кімнатної температури. Отриману суспензію відфільтруйте під вакуумом, промийте водою та наприкінці просушіть двома невеликими порціями МТБЕ. Висушіть продукт **B** та обережно перенесіть порошок на чашку Петрі для остаточного просушування на повітрі.

Коли продукт висохне (через 10–20 хвилин), зважте його.

Проаналізуйте кінцевий продукт **B**, проміжну сполуку **A** та вихідну сполуку **Phe** методом ТШХ. Для цього невеликі кількості **A** і **B** розчиняють в ацетонітрилі, а **Phe** – в суміші діоксан (55%) / ацетон (45%). Нанесіть плями цих зразків на пластинку для ТШХ за допомогою капілярів. Аналіз проводиться на пластинці за один раз. Пластинку для ТШХ внесіть у 2% розчин мурашиної кислоти у етилацетаті (елюент). Після елюювання проаналізуйте пластинки за допомогою УФ лампи. Відмітьте олівцем стартову лінію, фронт розчинника та обведіть плями, що світяться в УФ випромінненні. Визначте значення R_f .

Після цього ще раз зважте кінцевий продукт **B** у чашці Петрі. Запишіть його масу.

Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей

#	Параметр	значення	од. вимір.
1	Маса одержаного бензилгідантоїну B (перше зважування)		мг
	Маса одержаного бензилгідантоїну B (друге зважування)		
2	Розрахований вихід бензилгідантоїну B		%
	Значення R_f для вихідної речовини Phe		
3	Значення R_f для сечовинної похідної A		
4	Значення R_f для бензилгідантоїну B		

Який висновок можна зробити з ТШХ аналізу?

Відповіді на питання 1-5 підтвердіть відповідними схемами реакцій чи структурними формулами.

1. Навіщо на 1 стадії додають NaOH?

2. Навіщо у кінці 1 стадії додають 12% HCl?

3. Чому вихідна амінокислота краще розчинна у воді, ніж у органічних розчинниках.

4. Навіщо при проведенні 2 стадії у реакційну суміш додають HBF_4 ?

Практикум з органічної хімії

5. Ми проводимо реакції при 80 °С. Чому не бажано допускати перегрів?
6. Який тип ізомерії характерний для амінокислот? Намалюйте обидва ізомери фенілаланіну.
7. Чи буде отриманий за нашим методом гідантоїн оптично активним, якщо для синтезу ми використовували оптично активний фенілаланін?
8. Аналогічний гідантоїн можна отримати іншими методами, наприклад, з фенілоцтового альдегіду. Наведіть схему цієї реакції.
9. Чи буде гідантоїн, отриманий в п.8., оптично активним?
10. Запропонуйте метод синтезу фенілаланіну з бензальдегіду.

Практикум з органічної хімії

Коментарі:

Аналіз:

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №3

Синтез заміщеного дигідро-1,3-бензоксазину

Мета: засвоєння та поглиблення теоретичних знань та оволодіння практичними навичками роботи в хімічній лабораторії, такими як: метод екстракції та навчитися користуватися роторним випарювачем і льодяною банею.

Обладнання та посуд:

1. Стакан на 50 мл – 1 од.
2. Стакан на 25 мл – 2 од.
3. Фільтр Шотта – 2 од.
4. Колба Бунзена – 1 од.
5. Круглодонна колба на 25 мл – 1 од.
6. Круглодонна колба на 50 мл – 1 од.
- 7 Зворотній холодильник – 1 од.
8. Воронка для сипучих речовин – 1 од.
9. Промивалка з дистильованою водою – 1 од.
- 10 Промивалка з етанолом – 1 од.
11. Магнітна мішалка – 2 од.
12. Якір для магнітної мішалки маленький – 1 од.
- 13 Якір для магнітної мішалки великий – 1 од.
14. Піпетка на 5 мл – 2од.
- 15 Піпетка на 10 мл – 1 од.
16. Чашка Петрі – 1 од.
17. Шпатель – 1 од.
18. Пінцет – 1 од.
19. Затискач Кохера – 1 од.
20. Камера для ТШХ – 1 од.
21. Пробірки Флоринського з кришками – 6 од.
22. Віала з кришкою, що щільно закривається – 1 од.
23. Гумова груша – 1 од.
24. Гумовий ущільнювач для фільтрування під вакуумом – набір з 6 шт.
25. Льодова баня – 1 од. (у холодильниках)
26. Шпатель з ложечкою – 1 од.
27. Ножиці – 2 од.
28. Терези – 2 од.
29. Олівець – 5 од.
30. Самплер (0.1 – 1 мл) – 4 од.
31. Носики для самплерів – 50 од.
32. Роторний випарювач – 2 од.
33. Вакуумна система – 2 од.


Практикум з органічної хімії

Реактиви:

Назва	Стан	Концен-трація	Кіль-кість	Маркування
1-аміно-4-метилбензен	твердий	чиста речовина	10 г	TolNH ₂
2-гідрокси-бензальдегід	рідина	чиста речовина	10 г	SalCHO
натрій боргідрид	твердий	чиста речовина	10 г	NaBH ₄
триоксан	твердий	чиста речовина	10 г	(CH ₂ O) ₃
KOH	розчин у етанолі	1 н.	30 мл	1 Н KOH в C ₂ H ₅ OH
етанол	рідина	96 %	25 мл	Етанол
метил-третбутиловий етер	рідина	чиста речовина	30 мл	MTBE
етанол охолоджений	рідина в холодильнику	96 %	30 мл	Етанол
Na ₂ SO ₄	твердий	чиста речовина	25 г	Na ₂ SO ₄

Техніка безпеки:

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	1-аміно-4-метилбензен		H301, H311, H317, H319, H331, H351, H400, H411
	2-гідрокси-бензальдегід		H302, H312, H315, H319, H341
NaBH ₄	натрій боргідрид		H260, H301, H314
	параформальдегід		H228, H302, H332, H315, H317, H318, H335, H351, H412
KOH	калій гідроксид (розчин)		H314, H318, H402
C ₂ H ₅ OH	етанол		H225, H319
	Метилтретбутиловий етер		H225, H303, H304, H315, H320, H335, H336, H351
Na ₂ SO ₄	натрій сульфат		H315, H317, H319, H412

Опис кодів небезпеки

Практикум з органічної хімії

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара

H228 – Займиста тверда речовина

H260 – При контакті з водою виділяються гази, що можуть самозайматися

Небезпека для здоров'я людини

H301 – Токсична при проковтуванні

H302 – Шкідливо при проковтуванні

H303 – Може спричинити шкоду при проковтуванні

H304 – Може бути смертельна при проковтуванні або вдиханні

H311 – Токсична при контакті зі шкірою

H312 – Спричиняє шкоду при контакті зі шкірою

H314 – Викликає серйозні опіки шкіри та пошкодження очей

H315 – Викликає подразнення шкіри

H317 – Може викликати алергічну реакцію шкіри

H318 – Викликає серйозні пошкодження очей

H319 – Викликає серйозне подразнення очей

H320 – Викликає подразнення очей

H331 – Токсична при вдиханні

H332 – Спричиняє шкоду при вдиханні

H335 – Може викликати подразнення дихальних шляхів

H336 – Може викликати сонливість або запаморочення

H341 – Ймовірно викликає генетичні дефекти

H351 – Ймовірно може викликати рак

Небезпека для навколишнього середовища

H400 – Досить токсично для водних організмів

H411 – Токсично для водних організмів з довготривалими наслідками

H412 – Шкідливо для водних організмів з довготривалими наслідками

Практикум з органічної хімії

Методика

Стадія 1.

Зважте 440 мг 1-аміно-4-метилбензену у стакані на 25 мл та розчиніть у 5 мл етанолу. Аналогічно приготуйте у другому стакані розчин 0,50 г 2-гідрокси-бензальдегіду у 5 мл етанолу. При перемішуванні до розчину 1-аміно-4-метилбензену на магнітній мішалці з маленьким якорем додайте по краплям розчин 2-гідрокси-бензальдегіду, що ви приготували. Для повного перенесення 2-гідроксибензальдегіду в реакційну суміш, після того, як ви перенесли чисту речовину піпеткою додайте у стакан 1 мл етанолу, сполосніть його та перенесіть утворений розчин в реакційну суміш, використовуючи ту ж саму піпетку, якою ви перенесли чистий 2-гідроксибензальдегід. Через невеликий проміжок часу утвориться жовтий осад, який є проміжним продуктом **A**. Відділіть жовтий осад **A** вакуумним фільтруванням, промийте охолодженим етанолом (+4 °C), після чого витримайте на фільтрі протягом щонайменше 5 хвилин для висушування. Відберіть зразки на ЯМР (приблизно 10 мг) та для ТШХ аналізу у пробірки Флоринського.

За час проходження реакції вимийте стакани для подальшого використання.

Стадія 2.

Перенесіть продукт **A** з першої стадії у колбу на 25 мл, та додайте 3 мл етанолу. Опустіть реактор у воду з льодом, та при перемішуванні через воронку для сипучих речовин обережно додайте шпателем невеликі порції NaNH_4 (загалом 250 мг) протягом ~5 хвилин до зникнення яскраво-жовтого забарвлення та після цього перемішуйте ще 15 хвилин. Буде спостерігатись виділення газу з реакційної суміші. Виділіть проміжний продукт **B** наступним чином: на роторному випарювачі випарите етанол (перед цим вийміть якір з колби). До залишку в ту ж колбу додайте піпеткою 4 мл дистильованої води та перемішайте. Потім перенесіть водний розчин у віалу 8 мл. До залишку у колбі додайте 4 мл МТБЕ та перенесіть у віалу. Отриману двофазну систему ретельно перемішайте та залиште до моменту чіткого розшарування. Органічну фазу відділіть піпеткою у стакан на 50 мл. Повторіть екстракцію 4-5 разів, використовуючи ще по 4 мл МТБЕ. Ефірні фракції об'єднайте, додайте в стакан безводний Na_2SO_4 та почекайте, поки розчин не стане повністю прозорим. Декантуйте розчин з гранул в чисту круглодонну колбу на 50 мл. Видаліть МТБЕ на роторному випаровувачі. Отриманий продукт **B** залиште в колбі, але відберіть зразки на ЯМР (приблизно 10 мг) та для ТШХ аналізу у пробірки Флоринського.

Стадія 3.

Розрахуйте, скільки параформальдегіду потрібно, щоб в реакційній суміші був двократний надлишок. Зважте відповідну кількість параформальдегіду та розчиніть у 5 мл етанольного розчину КОН, додаючи параформальдегід в стакан на 25 мл, в якому вже міститься розчин КОН. Перемішуйте до повного розчинення (кімнатна температура). Після повного розчинення параформальдегіду отриманий розчин перенесіть у колбу на 50 мл з продуктом **B**, який попередньо був розчинений у 5 мл етанолу. Перемішуйте суміш до одержання прозорого розчину (приблизно 15 хвилин) при кипінні з оберненим холодильником. Видаліть етанол на роторному випаровувачі. Додайте до залишку 2 мл охолодженого етанолу (+4 °C) та твердий залишок сирого продукту **C** швидко відфільтруйте. Перекристалізуйте неочищений продукт з етанолу у чистому стакані на 25 мл. Висушіть кристали протягом 15 хвилин. Відберіть зразок на ЯМР. Помістіть увесь продукт, що залишився на чашку Петрі маркованою номером робочого місця та «продукт **C**» для здачі викладачу.

Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей

1. Розрахуйте кількість триоксану, необхідну для використання у стадії 3.

$$m = \text{_____} \text{ г}$$

2. Заповніть таблицю

#	Параметр	значення	од. вимір.
1	Маса продукту С (перше зважування)		мг
2	Розрахований вихід продукту С		%
3	Значення R_f для речовини А		
4	Значення R_f для речовини В		
5	Значення R_f для речовини С		

3. Намалюйте структурні формули у порядку зростання стабільності відповідних геміаміналів:
Формальдегід, бензальдегід, анісовий альдегід, пара-нітробензальдегід, хлораль, гексафторацетон

1	2	3
4	5	6

4. Заповніть таблицю. У відповідних комірках наведіть структурні формули продуктів реакції. У випадку, якщо Ви вважаєте, що реакція не відбувається, поставте НР.

	PhCHO	PhCH=NMe	PhCH=N ⁺ Me ₂ Cl ⁻	PhCO ₂ Me
NaBH ₄				
LiAlH ₄				
NaBH ₃ CN				

Практикум з органічної хімії

$\text{NaBH}(\text{OAc})_3$				

5. Наведіть продукт реакції аланіну з формальдегідом та механізм цього перетворення.

6. Наведіть продукт реакції саліцилового альдегіду з етилендіаміном та структурну формулу комплексної сполуки цього продукту з купрум(II).

7. Серед набору розчинників оберіть ті, якими можна екстрагувати продукт **B** з води та наведіть структурні формули всіх розчинників:

діетиловий етер <input type="checkbox"/>	Етанол <input type="checkbox"/>	Хлороформ <input type="checkbox"/>
Толуен <input type="checkbox"/>	Тетрагідрофуран <input type="checkbox"/>	діоксан <input type="checkbox"/>

Практикум з органічної хімії

Коментарі:

Аналіз:

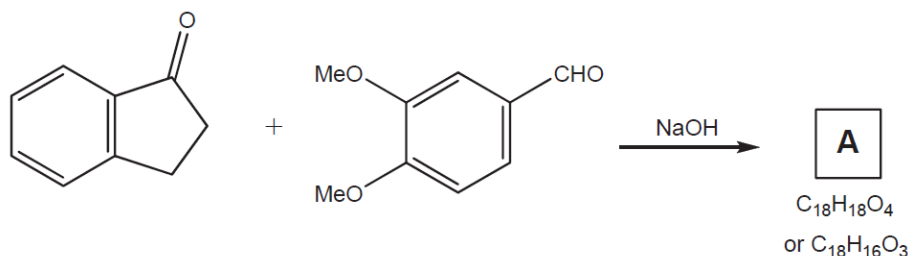
Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №4

Альдольна конденсація

Екологічно безпечна альдольна конденсація

З метою зробити процеси екологічно безпечнішими значну увагу приділяють мінімізації кількостей розчинників, що використовуються у хімічних реакціях. У даному випадку реакція альдольної конденсації проходить взагалі без розчинника.



Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
3,4-диметоксибензальдегід	твердий	-	0,50 г	флакони біля вагів, 30 мл	DMBA
1-інданон	твердий	-	0,40 г	флакони біля вагів, 30 мл	1-інданон
NaOH	твердий	-	0,10 г	флакони біля вагів, 30 мл	NaOH
HCl	водний розчин	3,0 М	10 мл	Флакони на робочому місці	HCl
Гідразин-гідрат	розчин в етанолі		150 μ L	4 флакони на загальному столі, 30 мл	N_2H_4
Діоксан : гептан	рідина	1 : 1	25 мл	4 флакони на загальному столі, 30мл	$Et_2O : C_7H_{16}$
Етилацетат	рідина	-	1 мл	2 флакони на загальному столі, 100 мл	EtCOOMe
Етиловий спирт	рідина	96 %	40 мл	Промивалка на робочому місці	EtOH

Практикум з органічної хімії

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

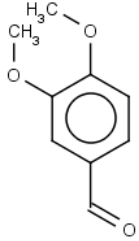

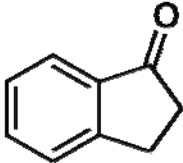



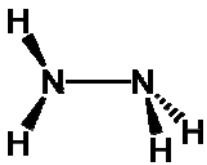

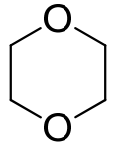



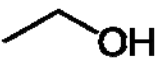

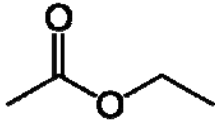

1. Стакан на 25 мл – 2 од
2. Стакан на 100 мл – 1 од
3. Колба круглодонна на 100 мл – 1 од
4. Піпетка на 1 мл – 1 од
5. Піпетка на 5 мл – 1 од
6. Лійка для сипучих – 1 од
7. Шприц інсуліновий на 100 μL – 1 од
8. Фільтр Шотта – 3 од
9. Шпатель – 2 од
10. Пінцет – 1 од
11. Скляна паличка – 1 од
12. Якір для магнітної мішалки – 1 од
13. Пробірка Флоринського – 7 од
14. Конічна колба на 100 мл – 1 од
15. Затискач Кохера
16. Магнітна мішалка
17. Гумова груша для піпеток
18. Колба Бунзена
19. Холодильник
20. Індикаторний папір
21. Льодяна баня
22. Водяна баня
23. Камера для ТШХ
24. Пластинка для ТШХ
25. Гумовий ущільнювач для фільтрування під вакуумом – 1 набір
26. Чашка Петрі – 1 од

Перелік обладнання загального користування

1. Індикаторний папір
2. Ваги
3. УФ лампа

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	3,4-диметокси-бензальдегід		H302, H315, H319, H335
	1-інданон		H302, H315, H319, H335
NaOH	Натрій гідроксид		H290, H314
HCl	Гідроген хлорид		H280, H314, H331
	Гідразин-гідрат		H226, H301, H311, H314, H317, H331, H350, H410
	Діоксан		H225, H319, H335, H351
	Гептан		H225, H304, H315, H336, H410
	Етанол		H225, H319
	Етилацетат		H225, H319, H336

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара

H226 – Займиста рідина і пар

H280 – містить гази під тиском: під час нагрівання можливий вибух

H290 – може спричинити корозію металів

Практикум з органічної хімії

Небезпека для здоров'я людини

H301 – токсично у разі ковтання

H302 – шкідливо у разі ковтання

H304 – може бути смертельним у разі ковтання і потрапляння в дихальні шляхи

H311 – токсично у разі контакту зі шкірою

H314 – спричиняє важкі опіки шкіри та ушкодження очей

H315 – спричиняє подразнення шкіри

H317 – може спричинити алергійні реакції шкіри

H319 – спричиняє суттєве подразнення

H331 – токсично у разі вдихання

H335 – може спричинити подразнення дихальних шляхів

H336 – може спричинити сонливість чи запаморочення

H350 – може спричинити рак

H351 – можливо спричиняє рак

Небезпека для навколишнього середовища

H410 – вкрай токсично для водних організмів із довготривалими наслідками

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

У стакан на 25 мл додайте 3,4-диметоксибензальдегід (DMBA 0.50 г, 3.0 ммоль) та 1-інданон (0.40 г, 3.0 ммоль). Використовуйте металічний шпатель для перетирання та перемішування двох твердих речовин до утворення прозорого масла.

Додати NaOH (0.1 г, 2.5 ммоль) до реакційної суміші, розтерти утворені грудки та продовжувати розтирання та перемішування поки суміш не перетвориться однорідну масу. Залиште продукт протягом 3-5 хвилин до утворення твердої однорідної маси. Потім розбийте всі грудки металічним шпателем до порошкоподібної однорідної маси, ретельно відділяючи залишки продукту від стінок та дна стакана.

Додайте 4 мл водного розчину HCl ($c = 3 \text{ M}$) та відділіть продукт від стінок стакана. Виміряйте та запишіть рН розчину.

Відокремте неочищений продукт за допомогою вакуумного фільтрування через фільтр Шотта. Двічі змийте залишки продукту зі стакана 1 мл водного розчину HCl ($c = 3 \text{ M}$). Просушіть на фільтрі Шотта протягом 10 хвилин.

Визначте масу продукту, як тару для зважування використовуйте пробірку Флоринського, попередньо зважену та підписану А. Відберіть невелику кількість продукту у пробірку Флоринського та розчиніть в етилацетаті для проведення ТШХ.

У стакані на 100 мл приготуйте 50 мл суміші EtOH : H₂O (9 : 1).

Для перекристалізації розчиніть продукт в приготовленій суміші в конічній колбі на 100 мл на мішалці при нагріванні до температури $\sim 70^\circ\text{C}$. Після повного розчинення речовини охолодіть колбу до кімнатної температури, а потім помістіть її у льодяну баню. Виділіть кристали за допомогою вакуумного фільтрування на фільтрі Шотта та просушіть 10 хвилин.

Визначте масу продукту, як тару для зважування використуйте пробірку Флоринського попередньо зважену та підписану В.

Відберіть частину продукту у пробірку Флоринського з відповідним кодом В XX (№ робочого місця) для ЯМР та кілька кристалів продукту у іншу пробірку Флоринського та розчиніть в етилацетаті для проведення ТШХ.

Перенесіть речовину з пробірки Флоринського з позначенням В у круглодонну колбу на 100 мл, налейте 30 мл етанолу, встановіть холодильник і нагривайте до повного розчинення осаду (приблизно $240\text{-}250^\circ\text{C}$). Якщо осад не розчиняється впродовж 20 хвилин, долийте ще 5-10 мл етанолу та продовжуйте розчиняти. Після розчинення осаду зменшіть температуру до 100°C та зачекайте 10-15 хв.

У стакані на 25 мл приготуйте розчин 150 μL гідразин-гідрату в 1 мл етанолу та додайте його до реакційної суміші. Встановіть холодильник і залиште на 1 годину

Через годину охолодіть колбу у льодовій бані впродовж 15 хв і відфільтруйте осад на фільтрі Шотта. Просушіть 10 хвилин. Помістіть продукт у попередньо зважену та підписану чашку Петрі позначену С та вашим кодом студента. Визначте масу продукту С. Запишіть масу сирого продукту С.

Практикум з органічної хімії

Відберіть невелику кількість продукту у іншу пробірку Флоринського та розчиніть в етилацетаті для проведення ТШХ.

Зробіть ТШХ щоб визначити повноту проходження реакції, використовуючи діоксан : гептан (1:1) як елюент. Речовини А, В та С розчиніть у етилацетаті.

Повторно зважте чашку Петрі з продуктом С та запишіть його масу.

Здайте викладачу позначену С та вашим кодом студента пробірку Флоринського та лист для відповідей.

Заповніть таблицю

Параметр	Значення
pH	
m(A)	
Вихід, %	
m(B)	
Вихід, %	
m(C)	
Вихід, %	
R_f (A)	
R_f (B)	
R_f (C)	

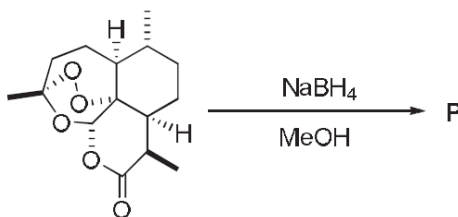
Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №5

Артемізинін

Артемізинін є протималарійним препаратом, виділеним з квіток рослини *Artemisia Annuua L.* у В'єтнамі. Ці ліки є високоефективними проти мікроорганізмів *Plasmodium falsiparum*, які стійкі до хлорохіну. Однак, сам артемізинін погано розчиняється як у воді, так і у маслі, тому одержання нових похідних необхідне для створення препарату з покращеними характеристиками. Відновлення артемізиніну є перспективним методом одержання нових похідних.

У даній роботі Вам запропоновано провести відновлення артемізиніну у продукт **P**, встановити його структуру і перевірити чистоту продукту методом тонкошарової хроматографії (ТШХ).



Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
Артемізинін	тв.	чиста речовина	0,5 г	Флакони біля вагів	Artemisinin
Метанол	Рід.	чиста речовина	25 мл	На робочому місці	R1
NaBH ₄	тв.	чиста речовина	0,25 г	Флакони біля вагів	NaBH ₄
Оцтова кислота	рід	концентрована	5 мл	На робочому місці	CH ₃ COOH
Вода дистильована	Рід.	чиста речовина	100 мл	В холодильнику	Дистильована вода
Гексан	Рід.	чиста речовина	50 мл	В холодильнику	Hexane
Елюент (гексан/етилацетат, 7/3)	рід	суміш	100 мл	2 флакони на загальному столі	гексан/етилацетат 7/3
Лід/сіль (NaCl)	Тв./тв.	суміш		Холодильник/Для загального користування	NaCl

Практикум з органічної хімії

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

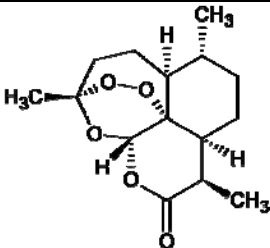

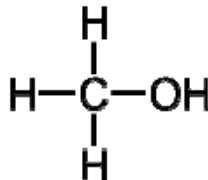

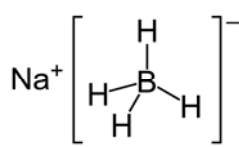

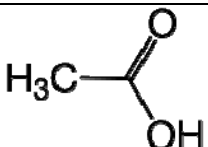



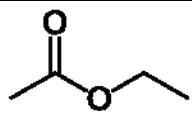

1. Колба круглодонна на 50 мл – 1 од
2. Стакан на 100 мл – 1 од
3. Стакан на 25 мл – 2 од
4. Якір магнітний – 1 од
5. Термометр – 1 од
6. Пробка на 14 шліфу – 1 до
7. Лійка для сипучих – 1 од
8. Шпатель – 1 од
9. Хлоркальцієва трубка – 1 од
10. Піпетка Пастера – 1 од
11. Груша мала – 1 од
12. Гумова груша для піпеток - 1 од
13. Скляна паличка – 1 од
14. Магнітна мішалка – 1 од
15. Фільтр Шотта – 1 од
16. Індикаторний папір
17. Чашка Петрі – 1 од
18. пробірка Флоринського – 3 од
19. Пінцет – 1 од
20. Колба Бунзена
21. Камера для ТШХ – 1 од
22. Баня лід/сіль
23. Піпетка на 10 мл – 1од

Перелік обладнання загального користування

1. Пластинки для ТШХ
2. УФ лампа
3. Суміш сіль:лід 1:3
4. Капіляри для ТШХ

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	Артемізинін		H242, H410
	Метиловий спирт		H225, H301, H311, H331, H370
	Натрій боргідрид		H260, H301, H311, H314
	Оцтова кислота		H226, H314
	гексан		H225, H304, H315, H336, H373, H411
	етилацетат		H225 H319 H336

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара

H226 – Займиста рідина і пар

H260 – При контакті з водою випускає легкозаймисті гази, які можуть спалахнути спонтанно.

Небезпека для здоров'я людини

H301 – Токсично при проковтуванні

H304 – Може бути смертельно при ковтанні і вдиханні

H311 – Токсично при контакті зі шкірою

H314 – Викликає серйозні опіки шкіри та пошкодження очей

H315 – Викликає подразнення шкіри

H319 – Викликає серйозне подразнення очей

H331 – Токсично при вдиханні

H336 – Може викликати сонливість або запаморочення

Практикум з органічної хімії

H360F - Може вплинути на родючість

H370 – Завдає шкоди органам

H373 - Може завдавати шкоди органам в результаті тривалого або багаторазового впливу

Небезпека для навколишнього середовища

H411 – Токсично для водних організмів з довготривалими наслідками

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

УВАГА! *Весь посуд та інструменти для роботи мають бути сухими. До додавання оцтової кислоти (пункт 5) колба має бути закрита хлоркальцієвою трубкою увесь час, коли Ви не додаєте реагенти до реакційної суміші.*

1. Шляхом змішування льоду з сіллю (приблизне співвідношення сіль:подрібнений лід = 1:3) у алюмінієвій каструлі приготуйте льодову баню з температурою $-15\div-20$ °С. Для контролю температури в бані використовуйте термометр. Поставте баню на магнітну мішалку, підклавши під дно 3 серветки.

2. Покладіть магнітний якір в круглодонну колбу на 50 мл та занурте колбу у льодову баню.

3. Зважте 0,5 г (2,0 ммоль) артемізиніну та висипте у круглодонну колбу на 50 мл. Невелику кількість артемізиніну (близько 2 мг) помістіть в одну з пробірок Флоринського для проведення ТШХ.

4. Через воронку прилийте в колбу 15 мл метанолу. Закрийте пробкою та увімкніть перемішування.

5. У пробірку Флоринського зважте 0,25 г (6,5 ммоль) NaBH_4 . Через 5 хв, не вимикаючи перемішування, витягніть пробку та обережно, маленькими порціями (за допомогою шпателя), протягом 10-15 хвилин додайте наважку NaBH_4 до реакційної суміші. Після додавання кожної порції боргідриду закривайте колбу хлоркальцієвою трубкою.

УВАГА! *Швидке додавання натрій боргідриду призведе до проходження побічних реакцій і викиду реакційної суміші.*

Після додавання всього натрій боргідриду залиште реакційну суміш перемішуватись ще на 50 хв, підтримуючи температуру бані приблизно $-7\div-5$ °С. За необхідності ви можете видаляти частину рідини з бані і/або додавати нові порції суміші солі та льоду.

Трохи охолодіть флакон з 1 мл оцтової кислоти в льодовій бані. Після проходження реакції додайте по краплях при перемішуванні оцтову кислоту до реакційної суміші, контролюючи рН, так щоб він становив 6-7 (в цілому об'єм доданої оцтової кислоти 0,3-0,5 мл). Додавайте оцтову кислоту при температурі нижче 0 °С.

УВАГА! *Важливо довести реакційну суміш саме до вказаного значення рН.*

6. У стакан на 100 мл налийте 50 мл дистильованої води з холодильника. По закінченні реакції тримайте реакційну суміш при температурі нижче 0 °С. Вилийте з колби реакційну суміш у стакан з 50 мл охолодженої води.

У стакан на 25 мл налийте 20-22 мл гексану з холодильника.

7. Зберіть установку для вакуумного фільтрування. Перенесіть на фільтр реакційну суміш і видаліть з неї магнітний якір. Осад на фільтрі два рази промийте порціями холодної дистильованої води по 5-7 мл (охолодженої в холодильнику), потім два рази порціями гексану по 10 мл (охолодженого в холодильнику). Протягом 5 хвилин продовжуйте сушити осад на фільтрі, після чого обережно перенесіть підсушений порошок на чашку Петрі з вашим кодом.

Практикум з органічної хімії

8. Відберіть декілька кристалів продукту в пробірку Флоринського для проведення ТШХ. Артемизинін та продукт реакції розчиніть в метанолі, як елюент використовуйте суміш гексан / етилацетат 7/3.

9. Проявіть хроматограму спеціальним розчином.

Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей

1) Заповніть таблицю

<i>Параметр</i>	<i>Значення</i>
m(P), г	
Вихід продукту P, %	
R _f (артемізиніну)	
R _f (P)	

2) Наведіть структурну формулу сполуки P.


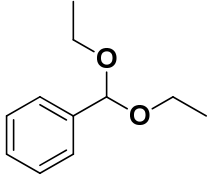
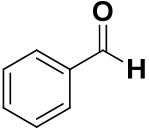
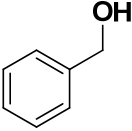
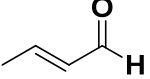
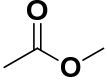

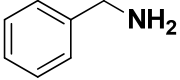
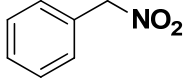
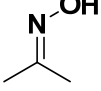
3) Чому потрібно чітко дотримуватись такого температурного режиму? Що буде у випадках переохолодження та перегріву реакційної суміші. (Відповідь підтвердіть структурними формулами).

4) Чи можна в даній реакції використовувати LiAlH₄. Відповідь підтвердіть структурними формулами.

5) Чи може продукт реакції існувати у вигляді ізомерів? Відповідь підтвердіть структурними формулами.

Практикум з органічної хімії

б) Яка з наведених нижче речовин здатна відновлюватись NaBH_4 ? LiAlH_4 ? Наведіть відповідні продукти відновлення у таблиці

Субстрат					
Продукт з NaBH_4					
Продукт з LiAlH_4					
Субстрат					
Продукт з NaBH_4					
Продукт з LiAlH_4					

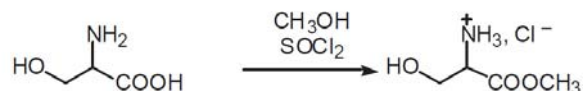
Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №6

Синтез метилового естеру γ-гідрохлориду амінокислоти

При синтезі пептидів одна амінокислота реагує з іншою з утворенням амідного зв'язку між ними. Щоб впевнитись, що амінокислоти не реагують «самі з собою» і утворюється тільки один продукт, аміногрупу у першій амінокислоті та карбоксильну у другій амінокислоті захищають перед пептидним синтезом.

Методика, описана нижче, може використовуватись для захисту карбоксильних груп в амінокислотах перед утворенням пептидів.



Експеримент потрібно проводити під витяжною шафою, оскільки тіоніл хлорид є лакриматором (речовина, що викликає посилене сльозовиділення, не завдаючи шкоди очам), а також подразнюючі гази виділяються під час реакції.

Уникайте контакту тіоніл хлориду зі шкірою та очами. Якщо бризки потрапили на шкіру чи у очі, негайно промийте водою. Тіоніл хлорид у великих кількостях бурхливо взаємодіє з водою.

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
Серин	Тверда речовини	Чиста речовина	2,5 г	Флакон біля вагів	Серин
Тіонілхлорид	рідина	Чиста речовина	4 мл	2 флакона на загальному столі	SOCl ₂
Метанол	рідина	Чиста речовина	50 мл	На робочому місці	R1
МТБЕ	рідина	Чиста речовина	30 мл	На робочому місці	МТБЕ

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

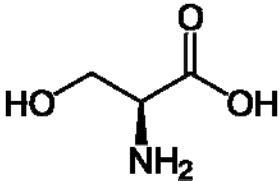
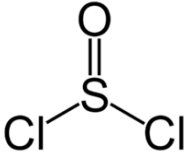

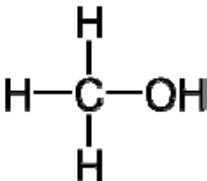

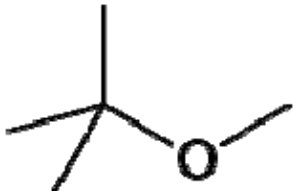

1. Реактор на 100 мл (1 шт.)
2. Колба круглодонна на 100 мл (1 шт.)
3. Якір магнітний (1 шт.)
4. Стакан на 50 мл (1 шт.)
5. Стакан на 100 мл (1 шт.)
6. Фільтр Шотта (1 шт.)
7. Піпетка на 5 мл (1 шт.)
8. Піпетка на 10 мл (1 шт.)
9. Гумова груша для піпеток
10. Шпатель (1шт)
11. Пробірка Флоринського (1 шт.)
12. Шприц на 5 мл (1шт.)
13. Септо-пробка (1 шт.)
14. Зворотній холодильник (1 шт)
15. Скляна палочка 1 шт
16. Магнітна мішалка
17. Термопара
18. Чашка Петрі (1 шт)

Перелік обладнання загального користування

- 1.Ваги

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	Серин	--	--
	Тіонілхлорид		H302 H314 H331
	Метиловий спирт		H225, H301, H311, H331, H370
	Метилтретбутиловий етер		H225, H315

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара

Небезпека для здоров'я людини

H301 – Токсично при проковтуванні

H302 – Шкідливий при проковтуванні.

H311 – Токсично при контакті зі шкірою

H314 – Викликає серйозні опіки шкіри та пошкодження очей

H315 – Викликає подразнення шкіри

H331 – Токсично при вдиханні

H370 – Завдає шкоди органам

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

Реакція синтезу метилового ефіру амінокислоти в один крок при взаємодії амінокислоти з тіонілхлоридом (SOCl_2) у метанолі. Спочатку утворюється хлорангідрид кислоти, який далі реагує з метанолом, який використовується у якості розчинника, з утворенням складного ефіру. HCl , що утворюється, зв'язується аміногрупою амінокислоти.

У двохгорлий реактор на 100 мл поміщаємо 2,5 г (0,024 моль) серину в 50 мл метанолу. В одне горло поміщаємо зворотній холодильник, а в інше – септо-пробку (у разі трьохгорлого реактора третє горло закриваємо скляною пробкою). Суміш серину та метанолу перемішуємо на магнітній мішалці з холодильником до суспензії (температура бані $72-75^\circ\text{C}$). За допомогою шприца через септо-пробку додаємо до реакційної суміші 4 мл (0,054 моль) тіонілхлориду протягом 15 – 20 хв (приблизно 1 крапля в 3 секунди). Після цього суміш кип'ятять 1 годину при перемішуванні зі зворотнім холодильником на водяній бані з термopарою (температура бані $72-75^\circ\text{C}$).

На наступному кроці суміш переносять у круглодонну колбу на 100 мл, охолоджують до кімнатної температури та упарюють на роторному випарювачі, залишок розчиняють у мінімальній кількості метанолу ~ 15 мл. Потім перенесіть розчин у стакан на 100 мл. До розчину додайте 30 мл МТБЕ та перемішуйте скляною паличкою до випадання осаду. Осад фільтрують на фільтрі Шотта, промивають осад на фільтрі 2-чі по 5 мл МТБЕ.

Зважте чашку Петрі та підпишіть її своїм кодом студента. Продукт з фільтра Шотта перенесіть в чашку Петрі та зважте її знову. Запишіть масу продукту в таблицю. Відберіть ~ 20 мг продукту в пробірку Флоринського для ЯМР).

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №7

Діазотування Синтез 4-йодбензойної кислоти по Зандмеєру.

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
4-амінобензойна кислота	Тверда речовина	Чиста речовина	1 г	Флакони біля вагів	4-АБК
HCl	Рідина	10% розчин	25 мл	Флакони на робочому місці	HCl 10%
NaNO ₂	Тверда речовина	Чиста речовина	0,6 г	Флакони біля вагів	NaNO ₂
KI	Тверда речовина	Чиста речовина	1,4 г	Флакони біля вагів	KI
Етанол	рідина	Спирт етиловий	25 мл	На робочому місці	Етанол
Дистильована вода	рідина	Чиста речовина	100 мл	На робочому місці	H ₂ O дист.
Na ₂ SO ₃	Тверда речовина	Чиста речовина	1,26 г	Флакони біля вагів	Na ₂ SO ₃

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

1. Стакан на 250 мл (1 шт.)
2. Стакан на 50 мл (1шт.)
3. Стакан на 25 мл (1шт.)
4. Колба круглодонна на 50 мл (1шт.)
5. Піпетка на 5 мл (1шт.)
6. Піпетка на 10 мл (1 шт.)
7. Шприц на 5 мл (1 шт.)
8. Якір магнітний (1 шт.)
9. Магнітна мішалка
10. Фільтр Шотта (1 шт.)
11. Скляна паличка (1 шт)
12. Шпатель (1 шт)
13. Гумова груша для піпеток
14. Фольга
15. Пінцет (1 шт.)
16. Лійка для сипучих (1 шт.)
17. Термометр (- 100 ÷ +20)
18. Термометр (0 ÷ +200)
19. Чашка Петрі

Перелік обладнання загального користування

- 1.Ваги

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	4-амінобензойна кислота		H315, H319, H335
HCl	Хлоридна кислота		H290, H314, H335
NaNO ₂	Натрій нітрит		H272, H301, H319, H400
KI	Калій йодид		H372
	етанол		H225, H319

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

- H225 – Легкозаймиста рідина та пара
- H272 – може підсилювати горіння
- H290 – може спричинити корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

- H301 – токсично у разі ковтання
- H314 – спричиняє важкі опіки шкіри та ушкодження очей
- H315 – спричиняє подразнення шкіри
- H319 – спричиняє суттєве подразнення
- H335 – може спричинити подразнення дихальних шляхів
- H372 – спричиняє ушкодження органів у наслідок тривалого або багаторазового впливу

Небезпека для навколишнього середовища

- H400 – вкрай токсично для водних організмів

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

Реакція діазотування первинного ароматичного аміна, реакція Зандмеєра (заміна NH_2 на I).

Суспензію 1 г (0,0073 моль) 4-амінобензойної кислоти у 10-12 мл 10% розчину HCl нагрівають у круглодонній колбі зі зворотнім холодильником до повного розчинення (для швидшого розчинення колбу огортають фольгою). Після чого суміш переносять у стакан на 250 мл та охолоджують до $0 \div -4^\circ\text{C}$ на бані з льодом контролюючи температуру в середині стакана термометром ($-100 \div +20$).

Готують розчин 0,6 г (0,009 моль) нітриту натрію у 5 мл води.

За допомогою шприца при перемішуванні прикапують приготовлений розчин NaNO_2 до реакційної суміші, не допускаючи підвищення температури вище $+4^\circ\text{C}$ (краще витримувати температуру в діапазоні від $-2 \div +2^\circ\text{C}$).

Після завершення прикапування суміш перемішують ще 5 хв. Готують розчин калій йодиду 1,4 г (0,008 моль) у 2,5 мл води. Промивають шприц дистильованою водою, після чого починають по краплях додавати розчин KI тим же шприцом.

Після прикапування розчину KI реакційну суміш при перемішуванні доводять до кімнатної температури та ~~огортають стакан фольгою~~, потім нагрівають до $+40 \div +50^\circ\text{C}$ протягом 10 хвилин (плитка $\sim 60^\circ\text{C}$), далі до $+70 \div +80^\circ\text{C}$ (плитка $\sim 100^\circ\text{C}$) та витримують при цій температурі 15-20 хв, контролюючи температуру в середині стакана термометром ($0 \div +200$).

Реакційну суміш охолоджують до кімнатної температури, а потім у льодовій бані.

Готують розчин 1,26 г (0,01 моль) натрій сульфіту у 10 мл води. Додають приготовлений розчин Na_2SO_3 невеликими порціями до реакційної суміші для видалення надлишку йоду (зникнення забарвлення, реакційна суміш має стати світлого жовто-рожевого кольору).

Реакційну суміш витримують 20 хвилин у бані з льодом для утворення кристалів, після чого фільтрують на фільтрі Шотта та двічі промивають холодною водою. Важливо витримати реакційну суміш на бані з льодом не менше означеного часу, інакше осад буде важко відфільтрувати. Залиште осад сушитися на фільтрі.

Зважте чашку Петрі та підпишіть її Вашим кодом студента. Коли осад просушиться перенесіть його в чашку Петрі.

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №8

Рацемізація

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
<i>L</i> -фенілгліцин	Тверда речовина	Чиста речовина	3 г	Флакони біля вагів	<i>L</i> -PG
Саліциловий альдегід	Рідина	Чиста речовина	0,1 мл	Флакони на загальному столі	Саліциловий альдегід
Оцтова кислота	Рідина	Чиста речовина	19 мл	Флакони на загальному столі	CH ₃ COOH
Метанол	Рідина	Чиста речовина	10 мл	Флакони на загальному столі	CH ₃ OH
Дистильована вода	Рідина	Чиста речовина	100 мл	На робочому місці	H ₂ O дист.
(+) - камфорсульфокислот а	Тверда речовина	Чиста речовина	1.15 г	Флакони біля вагів	CSA

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

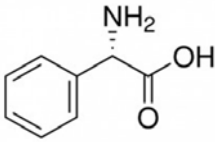
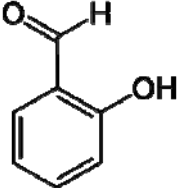

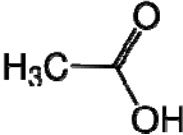

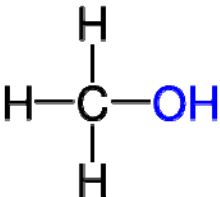

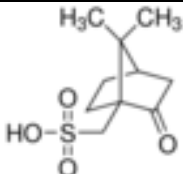

1. Стакан на 50 мл (1 шт.)
2. Піпетка на 10 мл (1 шт.)
3. Піпетка на 5 мл (1 шт.)
4. Якір магнітний (1 шт.)
5. Фільтр Шота (2 шт.)
6. Скляна палочка (1 шт.)
7. Шпатель (1 шт.)
8. Груша для піпеток
9. Колба круглодонна на 50 мл (1 шт.)
10. Колба круглодонна на 25 мл (1 шт.)
11. Магнітна мішалка
12. Самплер (піпетка-дозатор)
13. Скляна пробка (1 шт.)
14. Лійка для сипучих (1 шт.)
15. Пробірка Флоринського (1 шт.)
16. Чашка Петрі
17. Пінцет

Перелік обладнання загального користування

1. Ваги
2. Самплер (піпетка - дозатор)

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	<i>L</i> -фенілгліцин	-	-
	Саліциловий альдегід		H302, H411
	Оцтова кислота		H226, H290, H314
	Метанол		H225, H301, H311, H331, H370
	(+) – камфор-сульфо кислота		H290, H314, H318

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара
 H226 – займиста рідина та її пари
 H290 – може спричинити корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

H301 – токсично у разі ковтання
 H302 – шкідливо у разі ковтання
 H311 – токсично у разі контакту зі шкірою
 H314 – спричиняє важкі опіки шкіри та ушкодження очей
 H318 –
 H331 – токсично у разі вдихання
 H370 – спричиняє ушкодження органів

Небезпека для навколишнього середовища

H411 – вкрай токсично для водних організмів з довготривалими наслідками

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

У круглодонну колбу на 50 мл засипають 3 г (0,02 моль) L-фенілглїцину та розчиняють в 20 мл розчину вода/оцтова кислота (1V:19V відповідно), Перемішують та нагрівають на водяній бані з термопарою при 150°C до утворення суспензії. Потім приливають саліциловий альдегід 0,1 мл (0,002 моль) та нагрівають реакційну суміш протягом 2 годин при перемішуванні на водяній бані, підтримуючи температуру бані 100°C. Після завершення реакції суміш охолоджують у льодовій бані. Кристалічний осад **A** фільтрують та промивають метанолом, висушують впродовж 10 хв.

0,65 г продукту **A** переносять у круглодонну колбу на 25 мл (решту пересипають у попередньо зважену та підписану пробірку Флоринського) та додають 1,15 г (0,005 моль) (+) - камфорсульфоїкислоти та 2 мл дистильованої води і перемішують зі зворотнім холодильником. Підтримують дану температуру бані поки суміш не стане прозорою.

Після чого закривають колбу скляною пробкою та охолоджують до кімнатної температури. Ставлять колбу в баню з льодом та залишають її на 20 хв для кристалізації.

Після кристалізації продукт **B** фільтрують та сушать на фільтрі впродовж 10 хв та переносять з фільтру на попередньо зважену та підписану чашку Петрі.

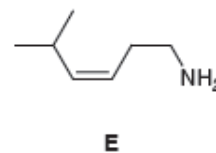
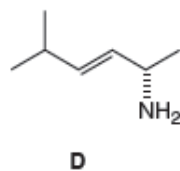
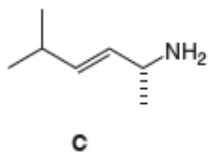
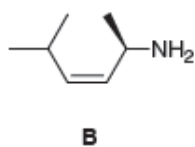
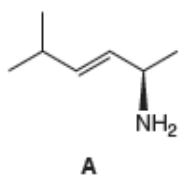
Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей

1. Наведіть формули L та D феніл гліцину. Назвіть їх за R/S номенклатурою
2. Наведіть структурні формули обох ізомерів камфорсульфоїкисоти та назвіть їх за R/S номенклатурою
3. Поясніть, чому рацемізація α -амінокислот у середовищі оцтової кислоти відбувається дуже повільно, а при додаванні саліцилового альдегіду – швидко. Відповідь підтвердіть відповідними рівняннями та механізмами.
4. Чи будуть відрізнятися за значенням та знаком кути обертання еквімолярних розчинів однакової концентрації що містять: а) D-фенілгліцин та R-камфорсульфоїкислоту; б) L - фенілгліцин та R-камфорсульфоїкислоту; в) D-фенілгліцин та S-камфорсульфоїкислоту; г) L-фенілгліцин та S-камфорсульфоїкислоту.

5.

Практикум з органічної хімії



Визначте яким чином сполуки В-Е відносяться до А? (енантиомери, діастереомери, структурні ізомери, ідентичні молекули).

Заповніть таблицю:

Параметр	Значення
m (продукту А)	
Вихід, %	
m (після перекристалізації)	
Вихід, %	

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №9

Синтез дипептиду

Синтез пептидів – це витончене мистецтво, яке, як правило, потребує складного сучасного обладнання, але, тим не менш значну кількість синтетичних методик можна адаптувати і до умов неспеціалізованої лабораторії. Хімія пептидів ніколи не втрачала своєї актуальності, але інтерес до неї посилюється завдяки нещодавньому відкриттю так званих «опіатних» пептидів, а також інших біологічноактивних пептидів.

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
N-ацетил-L-пролін	тверда речовина	чиста речовина	1,50 г	флакони біля вагів	AcPro
дихлорометан	рідина	чиста речовина	25 мл	флакони на робочому місці	DCM
N-метилморфолін	рідина	чиста речовина	2,4 мл	флакони на загальному столі	NMM
ізобутилхлороформіат	рідина	чиста речовина	1,5 мл	флакони на загальному столі	IBCF
L-фенілаланін метиловий естер гідрохлорид	тверда речовина	чиста речовина	2,15 г	флакони біля вагів	HCl·H ₂ NPheOCH ₃
Метилтрет-бутиловий етер	рідина	чиста речовина	10 мл	флакони на загальному столі	MTBE
HCl	рідина	0,2 М	10 мл	флакони на загальному столі	HCl
NaHCO ₃	рідина	1-% водний розчин	10 мл	флакони на загальному столі	NaHCO ₃
Na ₂ SO ₄	тверда речовина	чиста речовина	~2 г	флакони на загальному столі	Na ₂ SO ₄
NaCl	розчин	насичений розчин	10 мл	флакони на загальному столі	«ропа»

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

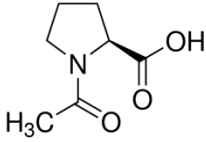
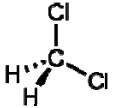

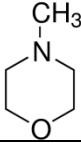

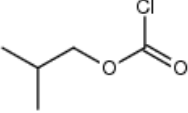

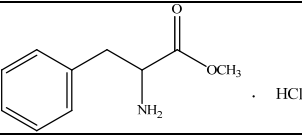

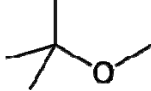


1. Колба круглодонна на 50 мл
2. Піпетка на 10 мл (1 шт.)
3. Якір магнітний (1 шт.)
4. Фільтр Шота (1 шт.)
5. Септо-пробка
6. Шпатель (1 шт.)
7. Груша для піпеток
8. Шприц на 5 мл (2 шт.)
9. Піпетка Пастера
10. Термометр
11. Магнітна мішалка
12. Стакан на 25 мл
13. Стакан на 100 мл
14. Пробірка для екстрагування
15. Конічна колба на 200 мл
16. Пінцет
17. Лійка для сипучих
18. Лійка для рідин

Перелік обладнання загального користування

1. Ваги

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	N-ацетил-L-пролін	-	-
	дихлорометан		H315, H319, H335, H336, H351, H373
	N-метилморфолін		H225, H302, H314
	ізобутилхлороформіат		H226, H302, H304, H314, H330, H331
	L-фенілаланін метиловий естер гідрохлорид		H302, H312, H315, H319, H332, H335
	Метилтрет-бутиловий етер		H225, H315
HCl	Хлоридна кислота		H290, H314, H335
NaHCO ₃	Натрій гідрогенхлорид	-	-
Na ₂ SO ₄	Натрій сульфат	-	-

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара

H226 – займиста рідина та її пари

H290 – може спричинити корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

H302 – шкідливо у разі ковтання

H304 – може бути смертельним у разі ковтання і потрапляння в дихальні шляхи

H312 – шкідливо у разі потрапляння на шкіру

H314 – спричиняє важкі опіки шкіри та ушкодження очей

H315 – спричиняє подразнення шкіри

H319 – спричиняє суттєве подразнення

H330 – смертельно у разі вдихання

H331 – токсично у разі вдихання

H332 – шкідливо у разі вдихання

H335 – може спричинити подразнення дихальних шляхів

H336 – може спричинити сонливість чи запаморочення

H351 – можливо спричиняє рак

H373 – може спричинити ушкодження органів унаслідок тривалого або багаторазового впливу

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

Шприц №1 - для N-метилморфоліну

Шприц №2 – для ізобутил-хлороформіату

У круглодонну колбу на 50 мл помістіть магнітний якір, насипте 1,50 г (0,0095 моль) N-ацетил-L-проліну та додайте 20 мл дихлорометану. Вставте септо-пробку та закріпіть колбу в лапці штатива. Охолодіть вміст колби до $-15 \div -20^\circ\text{C}$ у бані лід/сіль. Повільно через септо-пробку шприцем №1 додайте до реакційної суміші 2 мл (0,0109 моль) N-метилморфоліну. Потім шприцем №2 повільно додайте у колбу 1,5 мл (0,0116 моль) ізобутил-хлороформіату.

Зніміть септу та швидко додайте L-фенілаланін метиловий естер гідрохлорид (2,15 г, 0,0100 моль) за допомогою воронки для сипучих речовин. Закрийте колбу знову септою. Не зволікаючи, додайте 1,2 мл (0,0109 моль) N-метилморфоліну шприцем №1. (**Увага: залиште голку шприца у септі до закінчення реакції**). Залиште колбу на 60 хв для протікання реакції, підтримуючи температуру $-15 \div -20^\circ\text{C}$.

Через 60 хв при $-15 \div -20^\circ\text{C}$ заберіть круглодонну колбу з льодово-сольової бані та залиште до досягнення кімнатної температури. Перенесіть половину вмісту колби у пробірку для екстрагування через скляну воронку. Промийте органічний шар послідовно двома порціями по 5 мл водного 0,2 М розчину HCl, двома порціями по 5 мл водного 1% розчину NaHCO_3 і на завершення однією порцією насиченого розчину натрій хлориду (позначеного як «ропа»). Органічний шар збираємо в конічну колбу (промийте колбу невеликою кількістю (3-5 мл) дихлорометану з флакону). Перелийте з колби другу частину у пробірку для екстрагування. Та проекстрагуйте аналогічно першій.

Важливо: після кожного промивання закрийте колбу кришкою, струсіть її вміст та залиште пробірку для екстрагування постояти певний час для повного розділення фаз з відкритою кришкою. Також візьміть до уваги, що органічна фаза є нижнім шаром і містить продукт. Всі промивні води збирайте в один стакан на 100 мл, за необхідності вилийте його вміст у колбу Бунзена.

Після екстрагування всього об'єму додайте безводний натрій сульфат. Органічна фаза має стати прозорою. Відфільтруйте її через чисту та висушену воронку із маленьким шматочком вати від твердих домішок у чисту та висушену круглодонну колбу на 50 мл (помиту після використання). Промийте конічну колбу невеликою кількістю дихлорометану (3-5 мл). Випаровування розчинника (органічної фази) буде проведено на роторному випаровувачі.

Твердий продукт А з колби перенесіть на фільтр Шотта та промийте невеликою кількістю МТБЕ. Після чого перенесіть на чашку Петрі попередньо зважену та підписану Вашим кодом студента.

Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей

1. Наведіть формули L та D фенілаланіну та проліну. Назвіть їх за R/S номенклатурою
2. Наведіть структурну формулу кінцевого продукту.
3. Яка кількість теоретично можливих ізомерів існує для кінцевого продукту. Наведіть їх та вкажіть їх відносини (енантіомери, діастереомери, інше)
4. Наведіть структурну формулу речовини, що утворилася при додаванні ізобутилхлороформіату до L-фенілаланіну метилового естеру
5. Чи є кінцевий продукт дипептидом або його похідним? Якщо продукт не дипептид, запропонуйте метод його отримання з нього.

Практикум з органічної хімії

6. Серед списку захисних груп вкажіть ті, що можуть бути використані для захисту аміногрупи та кислотної групи. Наведіть їх структурні формули.

Захист	Boc	Fmoc	Cbz	Bn	Me естер
Формула					
NH ₂					
COOH					

7. Вкажіть, які побічні продукти можуть утворюватись у запропонованому синтезі та запропонуйте методи запобігання їх утворення.

8. У випадку відсутності у лабораторії ізобутилхлороформіату та N-метилторфоліну запропонуйте інші реагенти, що можуть їх замінити (де більше двох прикладів).

9. Запропонуйте метод отримання дипептиду, що згадується у завданні і у якому замість проліну є серін.

Практикум з органічної хімії

10. Якщо N-бензоїлглицин $C_9H_9NO_3$ нагріти до $40^\circ C$ в присутності оцтового ангідриду утворюється реакційно здатна сполука $C_9H_7NO_2$. Наведіть її структурну формулу та її реакції з водою та бензальдегідом.

11. Заповніть таблицю

Параметр	Значення
m, г	
Вихід, %	

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №10

Координаційні сполуки Мангану

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
$H_2\text{salen}$	Тверда речовина	Чиста речовина	0,5 г	Флакони біля вагів	$H_2\text{salen}$
Манган(II) ацетат тетрагідрат	Тверда речовина	Чиста речовина	0,95 г	Флакони біля вагів	$Mn(OAc)_2 \cdot 4H_2O$
Етанол	Рідина	Чиста речовина	50 мл	Флакони на робочому місці	R2
Ацетон	Рідина	Чиста речовина	1 мл	Флакони на загальному столі	$(CH_3)_2CO$
Літій хлорид	Тверда речовина	Розчин в етанолі 1М	6 мл	Флакони на загальному столі	LiCl 1M
Дистильована вода	Рідина	Чиста речовина	100 мл	На робочому місці	H_2O дист.
Аскорбінова кислота	Водний розчин	$c = 0,03M$	20 мл	На робочому місці	$C_6H_8O_6$
KI_3	Рідина	Чиста речовина	200 мл	На робочому місці	KI_3
Крохмаль	Рідина	1%	10 мл	На робочому місці	$(C_6H_{10}O_5)_n$

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

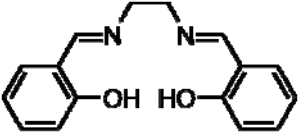

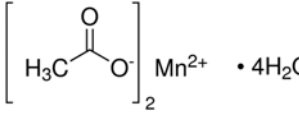

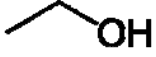

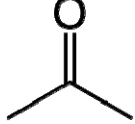


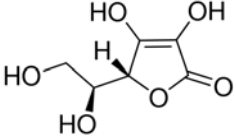


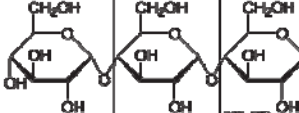
1. Конічна колба на 200 мл (2 шт.)
2. Піпетка на 10 мл (1 шт.)
3. Якір магнітний (1 шт.)
4. Фільтр Шота (1 шт.)
5. Скляна палочка (1 шт.)
6. Шпатель (1 шт.)
7. Груша для піпеток
8. Стакан на 25 мл (1 шт.)
9. Пробка (1 шт.)
10. Магнітна мішалка
11. Піпетка Пастера (1 шт.)
12. Пінцет (1 шт.)
13. Бюретка на 50 мл (1 шт.)
14. Стакан на 100 мл (1 шт.)
15. Піпетка на 5 мл (1 шт.)
16. Піпетка Мора на 10 мл (1 шт.)
17. Воронка для рідин (1 шт.)

Перелік обладнання загального користування

1. Ваги

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	H ₂ salen		H315, H319, H335-
	Манган(II) ацетат тетрагідрат		H315, H319, H335-
	етанол		H225, H319
	ацетон		H225, H301, H311, H331, H370
LiCl	Літій хлорид		H302, H315, H319, H335
	Аскорбінова кислота	-	-
KI	Калій йодид		H372
I ₂	Йод		H312+332, H315, H319, H335, H372, H400
	Крохмаль	-	-

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара

Небезпека для здоров'я людини

H301 – токсично у разі ковтання

H302 – шкідливо у разі ковтання

H312 – шкідливо у разі потрапляння на шкіру

H311 – токсично у разі контакту зі шкірою

H315 – спричиняє подразнення шкіри

H319 – спричиняє суттєве подразнення

H331 – токсично у разі вдихання

H332 – шкідливо у разі вдихання

H335 – може спричинити подразнення дихальних шляхів

H370 – спричиняє ушкодження органів

H372 – спричиняє ушкодження органів унаслідок тривалого або багаторазового впливу

Небезпека для навколишнього середовища

H400 – вкрай токсично для водних організмів

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

1. У конічну колбу на 200 мл зважте 0,5 г (0,002 моль) H_2salen та додайте 35 мл абсолютного етанолу. Покладіть в колбу магнітний якір.
2. Поставте колбу на магнітну мішалку та нагрівайте суміш при 80°C до повного розчинення (зазвичай розчинення завершується приблизно при закипанні). Потім зменшіть температуру на плитці до 70°C , щоб суміш перебувала при близькій до кипіння температурі, але не закипала.

Якщо колба є досить гарячою, щоб брати її рукою, використовуйте складений у кілька разів паперовий рушник!

3. Зважте 0,95 г (0,004 моль) манган(II) ацетат тетрагідрату, зніміть колбу з мішалки та додайте його в реакційну суміш. Колір зміниться на темно-коричневий. Поверніть колбу на плитку та продовжуйте нагрівання і перемішування протягом 15 хв. Не доводьте реакційну суміш до кипіння.
4. Зніміть колбу з плитки і додайте 6 мл розчину LiCl в етанолі ($c=1\text{M}$). Поверніть колбу на мішалку та продовжуйте нагрівання з перемішуванням ще 10 хв. Не доводьте суміш до кипіння.
5. Після цього зніміть колбу з мішалки, почекайте, поки розчин охолоне до 50°C та додайте МТБЕ, поки розчин не помутніє (помутніння відбувається від однієї краплі МТБЕ, майже як перехід у титруванні. Відбувається при розбавленні приблизно 1:1,8). Охолодіть суміш до кімнатної температури. Помістіть у льодову баню для кристалізації на 30 хвилин.
6. Відфільтруйте кристалічний продукт через фільтр Шотта. За допомогою піпетки Пастера промийте продукт кількома краплями ацетону та залишіть на фільтрі на 10–15 хв для просушування при пропусканні повітря.

Титрування

7. Приготуйте розчин 0,11 г $\text{Mn}(\text{Salen})\text{Cl}$ в 35 мл води. З цього розчину Ви будете брати 3 аліквоти по 10 мл.
8. Перенесіть 10,00 мл розчину $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ у конічну колбу на 200 мл, використовуючи піпетку Мора.
9. Додайте 5,00 мл розчину аскорбінової кислоти та добре перемішайте. Залиште розчин постояти 3–4 хв.
10. Після цього відразу ж (для запобігання окиснення аскорбінової кислоти киснем повітря) починайте титрування розчином KI_3 , додавши 8-10 крапель 1% розчину крохмалю як індикатора. Закінчити титрування, коли синє або синьо-зелене забарвлення не зникає протягом принаймні 30 секунд.
11. Якщо дозволяє час, повторити титрування ще 2 рази для збільшення точності Ваших визначень. Запишіть результати титрування у лист для відповідей у таблицю 1.
12. Визначте об'єм KI_3 , що витрачено на титрування (вибраний чи середній), у мл та використайте його для розрахунку молярної маси $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$. Концентрації $(\text{salen}^*)\text{MnCl}_x$ (в мг/мл) та аскорбінової кислоти (в моль/л) зазначені на етикетках відповідних пляшок.
13. Згідно ваших даних титрування визначте та запишіть у лист для відповідей:
 - ✓ значення x
 - ✓ ступінь окиснення мангану
14. Приготуйте розчин 0,11 г $[\text{Mn}(\text{Salen})\text{Cl}]$, що знаходиться біля вагів, в 35 мл води та протитруйте його аналогічно до свого зразка. Результати титрування запишіть до таблиці 2. (Не обов'язково проводити титрування готового зразка по завершенню лабораторної роботи, краще зробити це після п 5).

Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей

Таблиця 1. Маса, вихід та результати титрування власноруч синтезованої координаційної сполуки Марганцю:

$m(\text{Mn}(\text{Salen})\text{Cl}) = \text{_____} \text{ г}$	
Вихід _____ %	
$V(\text{KI}_3)_1 = \text{_____} \text{ мл}$	
$V(\text{KI}_3)_2 = \text{_____} \text{ мл}$	
$V(\text{KI}_3)_3 = \text{_____} \text{ мл}$	
Середнє значення:	$V(\text{KI}_3) = \text{_____} \text{ мл}$

Таблиця 2. Результати титрування готової координаційної сполуки Марганцю:

$V(\text{KI}_3)_1 = \text{_____} \text{ мл}$	
$V(\text{KI}_3)_2 = \text{_____} \text{ мл}$	
$V(\text{KI}_3)_3 = \text{_____} \text{ мл}$	
Середнє значення:	$V(\text{KI}_3) = \text{_____} \text{ мл}$

Практикум з органічної хімії

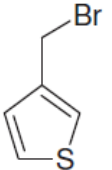
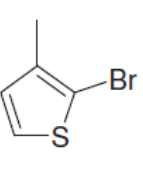
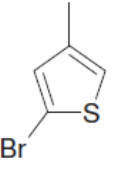
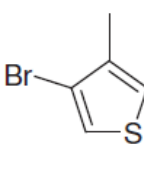
Лабораторна робота №11

Бромовання 3-метилтіофену

Зміна селективності бромовання за рахунок каталізу

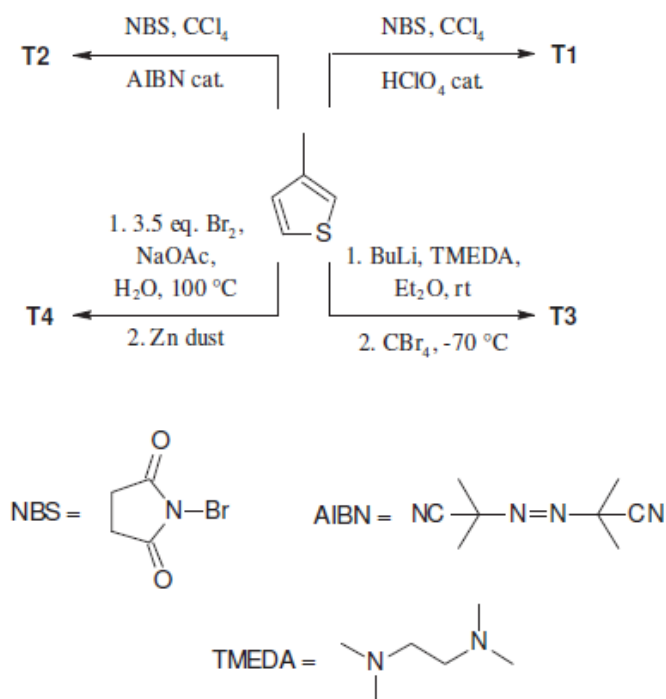
Селективність хімічних реакцій є однією з найважливіших проблем сучасних досліджень. У багатьох випадках умови реакції та використаний каталізатор є ключовими факторами для досягнення високої селективності органічних реакцій. У даній роботі ви дослідите один з таких випадків. 3-метилтіофен теоретично може бути перетворений у чотири монобромпохідні **T1–T4**, які було синтезовано та детально охарактеризовано. Структури **T1–T4** та показники заломлення n_D^{20} наведено у таблиці 1

Таблиця 1

	T1	T2	T3	T4
Структура				
n_D^{20}	1,5961	1,5706	1,5786	1,5795

Селективний синтез продуктів **T1–T4** може бути проведено, застосовуючи 3-метилтіофен у якості вихідної сполуки. Продукти **T1** і **T2** можуть бути одержані прямим бромованням із застосуванням різних каталізаторів в той час як продукти **T3** і **T4** є продуктами однореакторного багатостадійного синтезу (Схема 1).

Схема 1. Селективний синтез монобромпохідних тіофенів



Практикум з органічної хімії

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
3-метилтіофен	розчин в CCl_4	4г / 8 мл	4 г	флакон на загальному столі	3-METHYLTHTIOPHENE
N-бромсукцинімід	тверда речовина	чиста речовина	7,3 г	флакон біля вагів	NBS
тетрахлорометан	рідина	чиста речовина	40+8 мл	флакон на робочому місці	CCl_4
калій карбонат	тверда речовина	чиста речовина	0,02 г	флакон біля вагів	K_2CO_3
перхлоратна кислота	розчин в CCl_4	-	70 μL	флакон на загальному столі	HClO_4

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

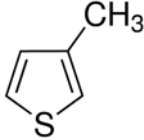

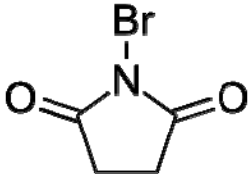

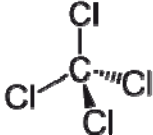

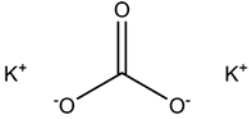

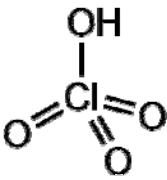

1. Трьохгорла колба на 250 мл (1 шт)
2. Магнітний якор (1шт)
3. Піпетка на 5 мл (1 шт)
4. Піпетка на 10 мл (1 шт)
5. Зворотний холодильник (1 шт)
6. Скляна пробка 14 шліф (1 шт)
7. Пластикова пробка 29 шліф (1 шт)
8. Лійка для сипучих (1 шт)
9. Лійка для рідин (1 шт)
10. Септо-пробка 14 шліф (1 шт)
11. Шприц на 20 мл (1 шт)
12. Стакан на 25 мл (1шт)
13. Стакан на 50 мл (1 шт)
14. Шпатель-ложка (1 шт)
15. Шпатель вузький (1 шт)
16. Пінцет (1 шт)
17. Скляна паличка (1 шт)
18. Круглодонна колба на 100 мл (1 шт)
19. Насадка Вюрца (1 шт)
20. Термометр 0÷+250 (1 шт)
21. Насадка «павук» на 3 колби (1 шт)
22. Круглодонна колба на 50 мл (1 шт)
23. Круглодонна колба на 25 мл (2 шт)
24. Підйомний столик (2 шт)
25. Термос (1 шт)
26. Уловлювач (1 шт)
27. Затискач Кохера (1 шт)

Перелік обладнання загального користування

1. Ваги
2. Лід
3. Вата
4. Фольга

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	3-метилтіофен		H225, H302, H312, H315, H319, H332, H335
	N-бромсукцинімід		H290, H302, H314, H315, H319, H335, H400
	тетрахлорометан		H301, H311, H317, H331, H351, H372, H412, H420
	калій карбонат		H302, H315, H319, H335
	Перхлоратна кислота		H271, H290, H302, H314, H318, H371,

Фізична небезпека

H225 – легкозаймиста рідина та пара
H271 – може спричинити пожежу або вибух; сильний окисник
H290 – може спричинити корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

H301 – токсично у разі ковтання
H302 – шкідливо у разі ковтання
H311 – токсично у разі контакту зі шкірою
H312 – шкідливо у разі потрапляння на шкіру
H314 – спричиняє важкі опіки шкіри та ушкодження очей
H315 – спричиняє подразнення шкіри
H317 – може спричинити алергійні реакції шкіри
H318 – спричиняє суттєве ушкодження очей
H319 – спричиняє суттєве подразнення

H331 – токсично у разі вдихання

H332 – шкідливо у разі вдихання

H335 – може спричинити подразнення дихальних шляхів

H351 – можливо, спричиняє рак

H371 – може спричинити ушкодження органів

H372 – спричиняє ушкодження органів унаслідок тривалого або багаторазового впливу

Небезпека для навколишнього середовища

H400 – вкрай токсично для водних організмів

H412 – шкідливо для водних організмів із довготривалими наслідками

H420 – заподіює шкоду здоров'ю людини та довкіллю шляхом руйнування озонового шару

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

Реакція бромовання

Закріпіть трьохгорлу колбу в лапці штатива над поверхнею магнітної мішалки. Помістіть в колбу магнітний якір. В перше горло вставте септо-пробку, в друге помістіть зворотній холодильник. Ввімкніть воду для зворотнього холодильника. Візьміть невеличкий шматок вати та затуліть ним отвір холодильника зверху.

Зважте 7,3 г (0,04 моль) NBS та кількісно перенесіть у колбу за допомогою лійки для сипучих через вільну горловину (лійку не виймати). У стакан на 50 мл налейте 30 мл CCl_4 . Через лійку вилийте $2/3$ об'єму CCl_4 в колбу так, щоб змити з лійки залишки NBS. У стакан із залишком розчинника самплером додайте 70 μL каталізатора (HClO_4 в CCl_4), перемішайте та додайте суміш в колбу через ту ж саму лійку. Заберіть лійку з горловини та закрийте горловину скляною пробкою.

Покладіть на поверхню магнітної мішалки 2-3 паперових серветки. Опустіть колбу в льодову баню та ввімкніть перемішування.

У стакані на 25 мл приготуйте розчин 3-метилтіофену в тетрахлорометані: піпеткою на 5 мл відберіть 3,9 мл (0,04 моль) 3-метилтіофену та вилийте у стакан, піпеткою на 10 мл відберіть 8 мл CCl_4 і вилийте в той самий стакан. Приготовлений розчин наберіть в шприц на 20 мл та прикапайте його в колбу через септо-пробку протягом 10 хв при інтенсивному перемішуванні. Після прикапування витягніть голку з септо-пробки. Витягніть колбу з льодової бані та протріть її паперовою серветкою, потім обгорніть колбу алюмінієвою фольгою. Доведіть суміш до кипіння і продовжуйте кип'ятити протягом 35-40 хв. Температура поверхні магнітної мішалки $\sim 250^\circ\text{C}$.

Обробка реакційної суміші

Вимкніть нагрівання та охолодіть колбу, опустивши її в баню з холодною водою; після того як колба охолола опустіть її із зворотнім холодильником та пробками у льодяну баню на 3-5 хв. По тому заберіть зворотній холодильник та внесіть в колбу 0,02 г (10^{-4} моль) K_2CO_3 через чисту лійку для сипучих. Закрийте горловину пластиковою пробкою та обережно перемішайте вміст колби кілька разів. Вимкніть подачу води до зворотнього холодильника. Залиште колбу стояти в льодовій бані.

У круглодонну колбу на 100 мл помістіть лійку для рідин зі шматочком вати та перелийте через неї вміст трьохгорлої колби.

Перегонка реакційної суміші і виділення продукту

Зважте колбу-приймач на 25 мл та скляну пробку для Вашого продукту, позначені Вашим кодом студента. Запишіть масу у лист для відповідей.

Зберіть установку для вакуумної перегонки як показано на фото, де: **1** – колба з фільтратом на 100 мл; **2** – насадка Вюрца; **3** – термометр $0\div+250^\circ\text{C}$; **4** - зворотній холодильник; **5** – перехідник «павук» на 3 колби; **6** – круглодонна колба на 50 мл; **7, 8** - круглодонна колба на 25 мл; **9** – уловлювач; **10** – термос з льодом; **11** – магнітна мішалка; **12, 13** – підйомний столик.

Практикум з органічної хімії



Щільно обгорніть круглодонну колбу (у колбі має бути магнітний якір) з фільтратом та насадку Вюрца алюмінієвою фольгою до місця з'єднання із термометром. Увімкніть нагрівання (температура поверхні магнітної мішалки $\sim 50^{\circ}\text{C}$) з перемішуванням, **Не вмикайте водяний насос та холодильник!** Зберіть першу фракцію (до 40°C на термометрі) у колбу-приймач на 50 мл (6). Увімкніть воду для зворотного холодильника та водяний насос (при ввімкненні водяного насосу шланг між уловлювачем та «павуком» має бути перетиснутий затискачем Кохера, за тим повільно розтиснути затискач Кохера) та продовжуйте збирати розчинник до 30°C на термометрі у колбу 6. Коли температура почне збільшуватися, поверніть «павук» на колбу 7, а коли температура буде $\sim 85^{\circ}\text{C}$ починайте збирати основну фракцію у колбу 8.

Коли основна фракція буде зібрана, вимкніть нагрів та зніміть фольгу. Охолодіть апарат до кімнатної температури за допомогою водяної бані. Напустіть повітря в систему та вимкніть вакуумну лінію. Від'єднайте колбу-приймач з основною фракцією та негайно закрийте її скляною пробкою, позначеною вашим кодом студента.

Практикум з органічної хімії

Лист для відповідей
Група 1

№ робочого місця 1

Параметр	Значення	Одиниці вимірювання
m(колба 8 + скляна пробка)		г
m(колба 8 + скляна пробка + продукт)		г
Вихід		%
T _{кип} (продукту)		°C

Практикум з органічної хімії

Лабораторна робота №12

Ацетилфероцен

Перелік реактивів

Назва	Стан	Концентрація	Кількість	Знаходиться у	Маркування
фероцен	Твердий	-	1,0 г	флакон, біля вагів	Ferrocene
ацетилхлорид	рідина	-	0,36 г	флакон, на загальному столі	CH ₃ COCl
дихлорометан	рідина	-	0,10 г	флакон, на робочому місці	CH ₂ Cl ₂
алюмінію хлорид	твердий	-	0,61 г	флакон, біля вагів	AlCl ₃
хлоридна кислота	рідина	10%	3 мл	флакон на робочому місці	HCl
натрій хлорид	насичений розчин	-	5 мл	флакон, на загальному столі	NaCl
натрій сульфат	твердий	-	~5 г	флакон на загальному столі	Na ₂ SO ₄

Перелік обладнання та посуду на робочому місці

1. Двогорла або трьохгорла колба (реактор) – 1 шт
2. Піпетка на 5 мл – 1 шт
3. Піпетка на 10 мл – 1 шт
4. Якір магнітний – 1 шт
5. Хлоркальцієва трубка – 1 шт
6. Септо-пробка – 1 шт
7. Шприц на 5 мл – 1 шт
8. Шприц на 20 мл – 1 шт
9. Термометр +20÷-100 – 1 шт
10. Стакан на 25 мл – 1 шт
11. Воронка для сипучих – 1 шт
12. Стакан на 100 мл – 1 шт
13. Воронка для рідин – 1 шт
14. Круглодонна колба на 50 мл – 1 шт
15. Скляна паличка – 1 шт
16. Мірний циліндр на 50 мл – 1 шт
17. Шпатель – 1 шт
18. Пінцет – 1 шт

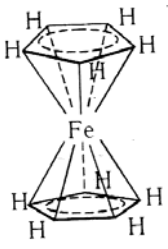

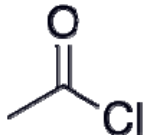

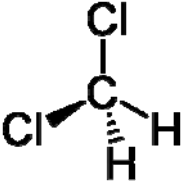





Перелік обладнання загального користування

1. Ваги

2. УФ лампа

Практикум з органічної хімії

Коди небезпеки, надані Глобально гармонізованою системою класифікації та маркування хімічних речовин (GHS)

Сполука	Назва	Піктограми небезпеки	GHS код небезпеки
	фероцен		H228, H302, H411
	ацетилхлорид		H225, H302, H314, H318, H335, H402, H412
	дихлорометан		H315, H319, H335, H336, H351, H373
AlCl ₃	алюміній хлорид		H314
HCl	хлоридна кислота		H290, H314, H335
NaCl	натрій хлорид		H319
Na ₂ SO ₄	натрій сульфат		H315, H317, H319, H412

Опис кодів небезпеки

Фізична небезпека

H225 – Легкозаймиста рідина та пара
H228 – легкозаймиста тверда речовина
H290 – може спричинити корозію металів

Небезпека для здоров'я людини

H302 – шкідливо у разі ковтання
H304 – може бути смертельним у разі ковтання і потрапляння в дихальні шляхи
H314 – спричиняє важкі опіки шкіри та ушкодження очей
H315 – спричиняє подразнення шкіри
H317 – може спричинити алергійні реакції шкіри

Небезпека для навколишнього середовища

H402 – шкідливо для водних організмів

H318 – спричиняє суттєве ушкодження очей

H319 – спричиняє суттєве подразнення

H335 – може спричинити подразнення дихальних шляхів

H336 – може спричинити сонливість чи запаморочення

H351 – можливо спричиняє рак

H373 – може спричинити ушкодження органів унаслідок тривалого або багаторазового впливу

H411 – токсично для водних організмів із довготривалими наслідками

H412 – шкідливо для водних організмів і довготривалими наслідками

Практикум з органічної хімії

Хід роботи

У двогорлу колбу з магнітним якорем налейте 10 мл сухого CH_2Cl_2 . Одне горло закрийте хлоркальцієвою трубкою, а інше – септо-пробкою, у разі трьохгорлої колби, третє горло закрийте скляною пробкою. Реактор охолодіть в льодовій бані до $0 \pm 5^\circ\text{C}$. Контролюйте температуру за допомогою термометра $+20 \pm 100$, опустивши його в баню.

Зважте 0,61 г (0,0046 моль) алюміній хлориду. Зніміть хлоркальцієву трубку, вставте в отвір воронку для сипучих та по порціях додайте алюміній хлорид у реактор. Відберіть піпеткою 1-2 мл дихлорометану та змийте алюміній хлорид з воронки. Заберіть ліжку та вставте в отвір хлоркальцієву трубку.

У шприц на 5 мл відберіть 0,36 г (0,0046 моль) ацетилхлориду (до третьої, **відміченої**, позначки на шприці). До утвореної суспензії при перемішуванні через септо-пробку по краплях додайте ацетилхлорид зі шприца.

Утворений розчин (буде не велика кількість осаду, який не треба фільтрувати) використовують на наступному етапі, його переносять у стакан на 25 мл, вміст колби промивають 1 – 1,5 мл сухого CH_2Cl_2 та виливають його у той же стакан.

Промиту дихлорометаном колбу з якорем поміщаємо в нову льодяну баню, одне горло закриваємо хлоркальцієвою трубкою, а інше септо-пробкою. Зважте 1,0 г фероцену (0,0054 моль) та додайте його в колбу через воронку для сипучих, змийте воронку 6 мл сухого CH_2Cl_2 .

Вміст стакана на 25 мл переносимо у шприц на 20 мл. До розчину фероцену по краплях зі шприца на 20 мл через септо-пробку прикапуємо розчин, що містить ацетилхлорид та алюміній хлорид при $\sim 0^\circ\text{C}$ на протязі 15 – 20 хв. Після прикапування суміш залишають перемішуватися при кімнатній температурі 1 год. Після закінчення реакції реакційну суміш виливають у стакан на 100 мл з 25 мл крижаної води, що підкислена 3 мл 10% розчину хлоридної кислоти.

Реакційну суміш перемішайте скляною паличкою та перелийте в мірний циліндр на 50 мл. Верхній шар (водний) відберіть піпеткою в стакан на 25 мл та вилийте в колбу Бунзена (для того аби побачити межу поділу фаз підсвітіть собі ліхтариком). Після цього перелийте реакційну суміш назад у стакан на 100 мл та додайте ще 5 мл крижаної води, розмішайте вміст скляною паличкою та перелийте назад в мірний циліндр, промийте органічний раз ще раз 5 мл крижаної води та один раз 5 мл BRAINE.

Перелийте реакційну суміш в стакан на 100 мл та сушіть безводним Na_2SO_4 протягом 5 хв. Потім декантуйте розчин в круглодонну колбу на 50 мл через воронку для рідин зі шматочком вати. Розчинник видаляють на роторному випарювачі.