

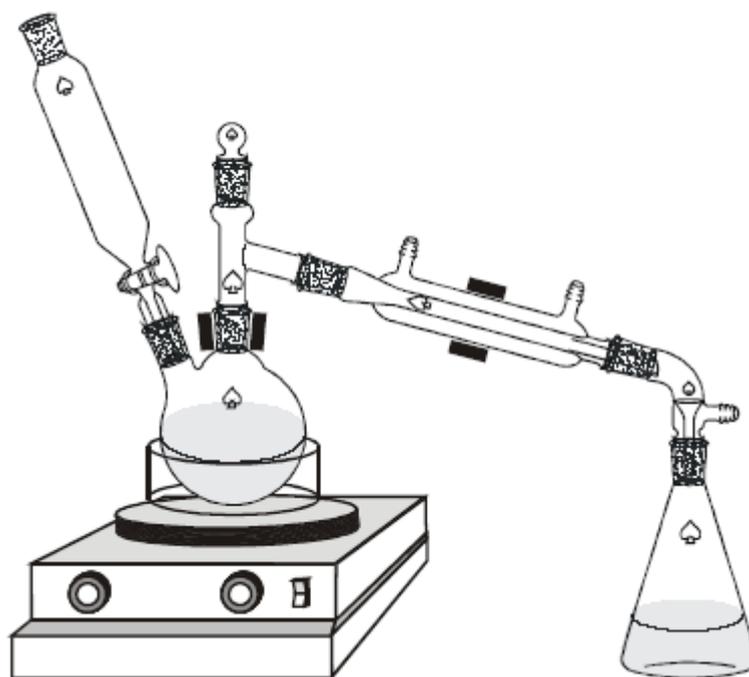
Федеральное агентство по образованию
Ульяновский государственный университет
Институт медицины, экологии и физической культуры
Экологический факультет

МИХЕЕВА Л.А., БРЫНСКИХ Г.Т., ШРОЛЬ О.Ю.

**ЛАБОРАТОРНО – ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ
ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

часть II

**Для студентов II курса факультета последипломного
медицинского и фармацевтического образования
специальности «ФАРМАЦИЯ»**



Ульяновск – 2016

ББК: 24.1

***Печатается по решению учебно-методической комиссии
института медицины, экологии и физической культуры***

***Рецензенты: д.б.н., профессор Чураков Б.П.
д.б.н., доцент Слесарев С.М.***

Михеева Л.А., Брынских Г.Т., Шроль О.Ю.

Лабораторно-практические работы по органической химии: Пособие для студентов II курса факультета последипломного медицинского и фармацевтического образования специальности «ФАРМАЦИЯ» /Составители: Михеева Л.А., Брынских Г.Т., Шроль О.Ю. – Ульяновск: УлГУ, 2016. – 64 с.

Методическое пособие составлено в соответствии с программой по органической химии и является руководством для практических занятий для студентов специальности 060301 – «Фармация».

© Михеева Л.А., Брынских Г.Т., Шроль О.Ю.

© Ульяновский государственный университет, 2016 г.

Лабораторная работа №13

КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах альдегидов и кетонов.

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, фарфоровая чашка, пипетки, стакан, газоотводная трубка, водяная баня, держатель для пробирок, лопаточка, предметное стекло, стеклянные палочки, микроскоп, спиртовка, деревянные или стеклянные пластинки.

Реактивы: этиловый спирт, бихромат калия (крист.) и 10%-ный раствор, глицерин, 1%-ный раствор нитрата серебра, 10%-ный раствор гидроксида натрия, концентрированный и 10%-ный раствор аммиака, 1%-ный, 10%-ный и 40%-ный раствор формальдегида, 2%-ный раствор сульфата меди (II), ацетон, 0,5%-ный раствор резорцина, 10%-ный раствор серной кислоты, раствор йода в иодиде калия, гидрохлорид гидроксиламина, карбонат натрия (крист.), 5%-ный раствор нитропруссид натрия, уксусная кислота, 2,4-динитрофенилгидразин, фуксинсернистая кислота, соляная кислота (конц.), гидросульфит натрия (крист.), солянокислый семикарбазид (крист.), ацетат калия (крист.), 3%-ный раствор брома в четыреххлористом углероде, метиловый оранжевый, метиловый красный, медная проволока, фото- или киноплёнка, ацетатный шелк (ткань), лакмусовая бумага.

Опыт 1. Получение уксусного альдегида окислением этилового спирта оксидом меди (II)

Смочите этиловым спиртом стенки сухой пробирки. Нагрейте медную проволоку в пламени спиртовки до образования на ее поверхности черного налета оксида меди (II). Раскаленную докрасна проволоку опустите в подготовленную пробирку. Эту операцию повторите несколько раз. Уксусный альдегид в небольшой концентрации пахнет яблоками. Обнаруживается с помощью цветной реакции с фуксинсернистой кислотой (опыт 4).

Напишите уравнение реакции окисления этилового спирта в уксусный альдегид оксидом меди (II).

Опыт 2. Получение уксусного альдегида окислением этилового спирта дихроматом калия

В пробирку насыпьте 0,5 г $K_2Cr_2O_7$, прилейте 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты и постепенно при встряхивании – 2 мл этилового спирта. Происходит разогревание смеси и изменение ее окраски. Пробирку закройте пробкой с газоотводной изогнутой трубкой, конец которой опустите в пробирку-приемник с 2 мл воды. Приемник должен находиться в стакане с ледяной водой. Осторожно нагрейте пробирку с реакционной смесью и отгоните летучие продукты в течение 2–3 мин. Часть полученного водного раствора, содержащего уксусный альдегид, используйте для реакции с серебряного зеркала, вторую – для реакции с фуксинсернистой кислотой, третью – для реакции с гидроксидом меди (II).

Напишите уравнение реакции окисления этилового спирта в уксусный альдегид действием дихромата калия.

Опыт 3. Получение глицеринового альдегида окислением глицерина дихроматом калия

В пробирку налейте 1 мл 10%-ного раствора $K_2Cr_2O_7$, 1 мл 10-ного раствора серной кислоты и 1 мл глицерина. Смесь встряхните, пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и осторожно нагрейте. Пары образующегося глицеринового альдегида пропустите в 1 мл фуксинсернистой кислоты, налитой в пробирку-приемник. Появляется красно-фиолетовое окрашивание.

Напишите уравнение реакции окисления глицерина в глицериновый альдегид хромовой смесью.

Опыт 4. Окисление формальдегида гидроксидом диамминсеребра

Реакция носит название *реакции «серебряного зеркала»* и служит для качественного обнаружения альдегидной группы.

Для получения «серебряного зеркала» необходимо сначала хорошо вымыть пробирку. Для этого в пробирке прокипятите (осторожно!) в течение 1–2 мин около 5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия, а затем сполосните ее дистиллированной водой.

В чисто вымытую пробирку налейте по 1 мл 1%-ного раствора нитрата серебра и 10%-ного раствора гидроксида натрия. К полученному бурому осадку гидроксида серебра $AgOH$ добавьте по каплям 10%-ный водный раствор аммиака до полного растворения осадка. Избыток аммиака в растворе снижает чувствительность реакции. В растворе аммиака гидроксид серебра образует комплексное соединение, называемое гидроксидом диамминсеребра и известное как *реактив Толленса*. Затем прибавьте 2 капли 40%-ного раствора формальдегида. Пробирку опустите на несколько минут в водяную баню с температурой воды 60–70°C. Образующееся серебро либо выпадает в виде черного осадка, либо при осторожном нагревании выделяется на стенках пробирки в виде блестящего зеркального налета.

Напишите уравнения реакций: образования аммиачного раствора гидроксида серебра и окисления им формальдегида до муравьиной кислоты. Подберите коэффициенты. Можно ли с помощью реакции «серебряного зеркала» обнаружить ацетон?

Опыт 5. Окисление карбонильных соединений гидроксидом меди (II)

Возьмите две пробирки и в каждую из них поместите по 2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и воды, добавьте по 1 капле 2%-ного раствора сульфата меди (II). К выпавшему голубому осадку гидроксида меди (II) прибавьте в первую пробирку 1 мл 40%-ного раствора формальдегида, а во вторую – 1 мл ацетона.

Пробирки осторожно нагрейте до кипения. В первой пробирке осадок приобретает сначала желтую окраску, затем красную, и, если пробирка очень чистая, на ее стенках может выделиться металлическая медь («медное зеркало»). Наблюдаемое изменение окраски осадка объясняется различной степенью окисления меди.

Напишите уравнение реакции окисления формальдегида гидроксидом меди (II) в муравьиную кислоту. В какой последовательности изменяется степень окисления меди в процессе реакции? Меняется ли окраска осадка во второй пробирке? Чем это объясняется?

Опыт 6. Окислительно-восстановительная реакция формальдегида

Налейте в пробирку 1–2 мл 40%-ного раствора формальдегида. Добавьте 1 каплю индикатора метилового красного, диапазон изменения окраски которого лежит в интервале pH 4,8–6,0. Что при этом наблюдается?

Опыт 7. Цветная реакция альдегидов с фуксинсернистой кислотой

Реакция с фуксинсернистой кислотой характерна только для альдегидов. При взаимодействии альдегидов с бесцветным раствором фуксинсернистой кислоты наблюдается появление красного окрашивания. Это происходит вследствие изменения хромофорной структуры трифенилметанового красителя – фуксина.

Налейте в пробирку 1 мл раствора фуксинсернистой кислоты и добавьте несколько капель 10%-ного раствора формальдегида. Пробирку поставьте в штатив. Во вторую пробирку к фуксинсернистой кислоте добавьте такое же количество уксусного альдегида и тоже оставьте ее. Через несколько минут в пробирке с формальдегидом появляется фиолетовая окраска, а в пробирке с уксусным альдегидом – розово-фиолетовая.

При добавлении к окрашенным растворам по 0,5 мл концентрированной соляной кислоты происходят следующие изменения: окраска в пробирке с формальдегидом переходит в фиолетово-синюю, а в пробирке с уксусным альдегидом через несколько минут она исчезает.

Объясните результаты опыта. Что собой представляет фуксинсернистая кислота? Почему при добавлении альдегидов к бесцветной фуксинсернистой кислоте появляется окраска?

Опыт 8. Цветная реакция на формальдегид с резорцином

В пробирку налейте 3 мл 0,5%-ного раствора резорцина и 1 мл 10%-ного раствора формальдегида. Пипеткой осторожно по стенке добавьте 1–2 мл концентрированной серной кислоты. Что при этом наблюдается? Чем это объясняется?

Опыт 9. Получение гексаметилентетрамина (уротропина) и его гидролиз

В фарфоровую чашку налейте 4–6 мл 1%-ного раствора формальдегида и при помешивании стеклянной палочкой добавьте 8–10 мл раствора концентрированного аммиака до появления запаха. Упарьте полученную смесь сначала на асбестовой сетке, затем досуха на водяной бане. В процессе выпаривания смесь помешивайте палочкой. Наблюдается образование кристаллов уротропина.

Напишите уравнение реакции получения уротропина (гексаметилентетрамина), составьте его структурную формулу.

Внесите по 0,1–0,2 г уротропина в две пробирки. В одну пробирку добавьте 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты, в другую – 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Нагрейте пробирки до кипения и по запаху (осторожно!) определите вещества, выделяющиеся из реакционной смеси.

Напишите уравнение реакции гидролиза уротропина в кислой среде.

Опыт 10. Получение 2,4-динитрофенилгидразона формальдегида

Налейте в пробирку 3 мл 3%-ного раствора 2,4-динитрофенилгидразина и добавьте 1–2 мл 40%-ного раствора формальдегида до появления желтого осадка. Напишите уравнение реакции образования 2,4-динитрофенилгидразона формальдегида.

Опыт 11. Иодоформная проба на ацетон

Реакция в клинических лабораториях называется *пробой Либена* и применяется для открытия ацетона в моче. Она позволяет обнаружить ацетон в водных растворах при концентрациях его около 0,04%.

В пробирку налейте 1 мл раствора йода в иодиде калия и прибавьте почти до обесцвечивания по каплям 10%-ный раствор гидроксида натрия. К обесцвеченному раствору добавьте 1 каплю ацетона. При слабом нагревании от теплоты рук выпадает осадок йодоформа с характерным запахом. Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции образования йодоформа из ацетона.

Опыт 12. Получение оксима ацетона

В пробирку поместите по 1 г гидрохлорида гидросиламина и карбоната натрия и растворите в 3–5 мл воды. После выделения основной массы диоксида углерода раствор хорошо охладите (лучше в ледяной воде) и при встряхивании добавьте к нему 1 мл ацетона. Смесь разогревается, и выпадают белые кристаллы оксима ацетона.

Смесь охладите в стакане с ледяной водой и оставьте стоять на некоторое время. В холодном растворе растворимость оксима ацетона понижается, и он лучше выпадает в осадок. Оксим ацетона имеет слабый запах.

Напишите уравнение реакции образования оксима ацетона.

Опыт 13. Присоединение гидросульфита натрия к ацетону

На предметное стекло поместите 1 каплю насыщенного раствора гидросульфита натрия и добавьте 1 каплю ацетона. Размешайте стеклянной палочкой и наблюдайте появление кристаллов продукта присоединения гидросульфита натрия к ацетону.

Поместите предметное стекло под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов при увеличении в 120 раз. Они имеют вид неправильных четырехугольных табличек.

Напишите уравнение реакции взаимодействия ацетона с гидросульфитом натрия.

Опыт 14. Цветная реакция ацетона с нитропруссидом натрия

Реакция носит название *пробы Легалья* и применяется наряду с иодоформной пробой для открытия ацетона в моче. Цветная реакция с нитропруссидом натрия часто используется для обнаружения альдегидов и кетонов.

В пробирку налейте 1–2 мл ацетона, 1 мл свежеприготовленного 5%-ного раствора нитропрусида натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ и 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Появляется темно-красное окрашивание, переходящее в оранжевое. Затем прибавьте по каплям ледяной уксусной кислоты. Отметьте окраску содержимого пробирки.

Опыт 15. Реакция с солянокислым гидроксиламином

К 5 мл 5%-ного раствора солянокислого гидроксиламина прибавьте 0,5 мл ацетальдегида или ацетона. Смесь нагрейте на водяной бане и добавьте 1 каплю метилового оранжевого. Объясните изменение цвета индикатора.

Опыт 16. Получение семикарбазона ацетона

Растворите 0,5 г солянокислого семикарбазида в 2 мл воды, затем добавьте 0,5 мл ацетона и 0,4 г ацетата калия. Пробирку закройте пробкой и смесь энергично встряхните. Через 2 мин пробирку охладите холодной водой. Выпадает осадок семикарбазида с ацетоном.

Напишите уравнение реакции взаимодействия семикарбазида с ацетоном.

Опыт 17. Свойства ацетона как растворителя

В пробирки положите по небольшому кусочку фото– или киноплёнки, ацетатного шелка и добавьте по 3–4 мл ацетона. Помешивая стеклянной палочкой, растворите образцы. Вязким раствором, полученным при растворении плёнки, смазывают стеклянную или деревянную пластинку. После испарения ацетона образуется слой лака. Смочите ацетоном концы двух кусочков киноплёнки, через 1–2 мин накладывают их друг на друга и сдавливают. После высыхания ацетона кусочки киноплёнки склеиваются.

Опыт 18. Реакция ацетона с бромом (Тяга!)

В сухую пробирку налейте 1 мл 3%-ного брома в четыреххлористом углероде и добавьте несколько капель ацетона. Пробирку слегка нагрейте, выделяющийся бромоводород обнаруживается по покраснению влажной лакмусовой бумаги, поднесенной к отверстию пробирки. Когда жидкость обесцветится, смочите ею полоску фильтровальной бумаги и после испарения растворителя (четырёххлористого углерода) осторожно нюхают: бромацетон имеет специфический запах и обладает слезоточивым действием. Остатки бромацетона гидролизуйте 10%-ным раствором гидроксида натрия.

Напишите уравнение реакции получения бромацетона. Почему водород в α -положении к карбонильной группе обладает повышенной подвижностью?

Лабораторная работа №14

КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ АРОМАТИЧЕСКОГО РЯДА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических альдегидов и кетонов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, стакан на 25-50 мл, воронки, водяная баня, держатель для пробирок, лопаточка, часовые стекла, стеклянная палочка, спиртовка, газоотводная трубка, баня со льдом и солью.

Реактивы: бензойный альдегид, ацетофенон, аммиачный раствор оксида серебра, раствор гидроксида калия (конц. – 0,8 г в 1 мл воды), этиловый спирт, раствор гидросульфита натрия, 20%-ный раствор соляной кислоты, солянокислый семикарбазид (крист.), ацетат натрия (крист.), 2,4-динитрофенилгидразин, серная кислота (конц.), 3%-ный раствор гидрохлорида гидроксиламина, 15%-ный и 40%-ный растворы гидроксида натрия, гидроксид натрия (крист.), анилин, гидрохлорид фенилгидразина (крист.), нитрометан.

Опыт 1. Окисление альдегидов

А) На одно часовое стекло поместите 1–2 капли бензойного альдегида, а на другую – 1–2 капли ацетофенона и оставьте стоять на воздухе. Через 1–2 часа на одном из стекол появляются кристаллы бензойной кислоты. Изменяется ли вещество на втором стекле?

Б) В две тщательно вымытые пробирки поместите по 1 мл аммиачного раствора оксида серебра и добавьте 1–2 капли бензальдегида в первую пробирку, а во вторую – 1–2 капли ацетофенона. Содержимое пробирок нагрейте на водяной бане. Сравните изменения, происходящие в каждой пробирке.

Какие процессы происходят с карбонильными соединениями в описанных выше опытах? Чем объяснить различное поведение бензальдегида и ацетофенона в проведенных опытах? Напишите уравнения реакций.

Опыт 2. Взаимодействие ароматических альдегидов со щелочами (реакция Канницаро)

Смешайте 1 мл концентрированного раствора едкого кали с 4 мл этилового спирта и при встряхивании добавьте 1 мл бензальдегида. Смесь разогревается, после охлаждения выделяется осадок. Отфильтруйте осадок. Фильтрат перелейте в пробирку и нагрейте ее на кипящей водяной бане для испарения спирта. Капли оставшейся жидкости имеют неприятный запах, раздражающий слизистые оболочки, характерный для бензилового спирта.

Объясните, что происходит с бензальдегидом в процессе реакции. В результате каких реакций образуется бензойная кислота и бензиловый спирт?

Опыт 3. Конденсация бензальдегида с кетонами

В стакане растворите 0,4 г гидроксида натрия в 4 мл воды и 3 мл этилового спирта. В полученный раствор прибавьте 1 г ацетофенона. Смесь охладите во

льду до 5°C и при перемешивании прибавьте 1 г бензальдегида. Смесь оставьте стоять на 1 час, часто перемешивая и поддерживая температуру в стакане до 20–30°C. Затем смесь охладите солью со льдом. Полученный осадок отфильтруйте (бензальацетофенон плавится при 53–55°C). Напишите уравнение реакции. Объясните механизм данной реакции. Какова роль гидроксида натрия в этом процессе?

Опыт 4. Конденсация бензальдегида с нитрометаном

К раствору 1 г нитрометана в 1 мл спирта прибавьте 2 г бензальдегида в 3 мл спирта. К полученной смеси добавьте 1 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия. Через 20 мин смесь вылейте в 20 мл 20%-ного раствора соляной кислоты. Выпавший осадок γ -нитростирола отфильтруйте (температура плавления γ -нитростирола 57–58°C). Напишите уравнение реакции.

Опыт 5. Конденсация бензальдегида с анилином

В пробирке смешайте по 1 мл анилина и бензальдегида. Пробирку закройте пробкой и сильно встряхните в течение нескольких минут. После чего оставьте стоять на 10 мин, а затем добавьте 1 мл спирта. При охлаждении пробирки из смеси выделяются кристаллы основания Шиффа (азометин).

Напишите уравнение реакции.

Опыт 6. Взаимодействие альдегидов с гидросульфитом натрия

В пробирке смешайте 2 мл раствора гидросульфита натрия с 0,5 мл бензальдегида. Пробирку закройте пробкой и интенсивно встряхните. Выделяется белый осадок. Отфильтруйте его. В две пробирки поместите полученный осадок. В одну из них прибавьте соляную кислоту, а в другую – раствор щелочи. Пробирки слегка нагрейте.

Какое соединение выпадает в осадок? Объясните, что происходит с этим соединением. Отметьте запах выделяющихся веществ в каждой пробирке. Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Взаимодействие альдегидов и кетонов с семикарбазидом

В пробирке растворите 0,5 г солянокислого семикарбазиды и 1 г ацетата натрия. К получившемуся раствору прибавьте 0,5 г ацетофенона в 15 мл спирта. Затем смесь закройте пробкой с длинной стеклянной трубкой и нагрейте на кипящей водяной бане 15 мин. После охлаждения в ледяной бане и потирания стеклянной палочкой (по стенкам пробирки) выпадает осадок семикарбазона ацетофенона.

Повторите опыт с бензальдегидом. Напишите уравнения реакций.

Опыт 8. Взаимодействие с 2,4-динитрофенилгидразином

Растворите 0,5 мл бензальдегида в 5 мл этилового спирта и прилейте 3 мл раствора 2,4-динитрофенилгидразина (ДНФГ) в серной кислоте (0,4 г ДНФГ + 2 мл серной кислоты + 3 мл воды). Смесь прокипятите 3–5 мин. Выпадает осадок 2,4-динитрофенилгидразона ($t_{\text{плавл.}} = 235^{\circ}\text{C}$).

Повторите опыт с ацетофеноном (температура плавления 2,4-динитрофенилгидразона ацетофенона 250°C). Напишите уравнения реакций.

Опыт 9. Взаимодействие альдегидов и кетонов с гидроксиламином

А) В пробирку налейте 2 мл 3%-ного раствора гидрохлорида гидроксиламина (отметьте цвет универсального индикатора при нанесении на него капли раствора) и прибавьте приблизительно 0,3 г карбонильного соединения в 1 мл спирта. Смесь нагрейте на водяной бане, затем каплю смеси нанесите на универсальную индикаторную бумагу. Сравните окраски индикатора в первом и во втором случаях. Объясните причину изменения окраски индикатора (если карбонильные соединения загрязнены карбоновыми кислотами, то опыт может не получиться). Напишите уравнение реакции.

Б) К раствору 0,5 г гидрохлорида гидроксиламина в 3 мл воды добавьте 2 мл 15%-ного раствора гидроксида натрия и 0,5 мл ацетофенона в 2 мл спирта. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и нагрейте на водяной бане 10–15 мин. Затем смесь охладите во льду и потрите стеклянной палочкой по стенкам пробирки для лучшего выделения оксима ($t_{\text{плавл.}} = 60^{\circ}\text{C}$).

Опыт 10. Взаимодействие с фенилгидразином

В пробирке растворите 0,2 г ацетата натрия и 0,1 г гидрохлорида фенилгидрозиона в 3 мл воды и добавьте 2–3 капли бензальдегида. Пробирку закройте пробкой и встряхните. Какое вещество образуется? Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции.

Лабораторная работа №15

ПРЕДЕЛЬНЫЕ ОДНООСНОВНЫЕ КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах предельных одноосновных карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, водяная баня, обратный холодильник, газоотводная трубка, предметное стекло, воронки, спиртовка, держатель для пробирки, лопаточка, стеклянная палочка, стаканы, рН-метр.

Реактивы: уксусная кислота, универсальная лакмусовая бумага), метиловый оранжевый ($\text{pH} = 3,1\text{--}4,4$), 1%-ный раствор фенолфталеина ($\text{pH} = 8,2\text{--}10,0$) или универсальная лакмусовая бумага, муравьиная кислота, масляная (олеиновая), кислота, стеариновая (пальмитиновая) кислота, диэтиловый эфир (бензол), 10%-ный раствор соляной кислоты, хлороформ, 10%-ный раствор гидроксида натрия, 1%-ный раствор нитрата серебра, 5%-ный раствор аммиака, 10%-ный раствор и концентрированная серная кислота, известковая вода, оксид хрома (VI), 2%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный и безводный ацетат натрия, 3%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор карбоната натрия, натрий метал., магний метал.

Опыт 1. Кислотные свойства карбоновых кислот

В три пробирки поместите по 1 капле уксусной кислоты и воды. В первую пробирку опустите универсальную лакмусовую бумагу (интервал рН перехода окраски 5–8), во вторую – метилового оранжевого (интервал рН 3,1–4,4), в третью – 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина (интервал рН 8,2–10,0). Отметьте, в каких пробирках происходит изменение окраски индикатора, и определите приблизительное значение рН раствора уксусной кислоты.

Опыт 2. Растворимость предельных карбоновых кислот в воде и в органических растворителях

В 4 пробирки налейте по 1 мл муравьиной, уксусной, масляной, стеариновой кислот и добавьте в каждую пробирку по 2 мл воды. Содержимое пробирок взболтайте. Если кислота не растворяется, то пробирку нагрейте. После охлаждения отметьте растворимость в воде взятых для опыта кислот.

Опыт повторите, но в качестве растворителя используйте диэтиловый эфир (или бензол). Отметьте полученные результаты.

Опыт 3. Сравнение силы карбоновых и минеральных кислот

На полоску индикаторной бумаги нанесите по капле растворов органических кислот (муравьиной, уксусной, масляной, стеариновой) и соляной кислоты. С помощью шкалы определите рН этих растворов. Далее определите рН данных кислот с помощью прибора. Что можно сказать о силе этих кислот?

Опыт 4. Получение и свойства муравьиной кислоты

В пробирку налейте 5–6 капель хлороформа, добавьте 2–3 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия, закройте пробирку пробкой с обратным холодильником и при встряхивании осторожно нагрейте в течение 3–4 мин. Смесь не должна кипеть, так как хлороформ может испариться.

Напишите уравнение реакции получения муравьиной кислоты гидролизом хлороформа (в щелочной среде образуется формиат натрия).

Опыт 5. Взаимодействие муравьиной кислоты с аммиачным раствором гидроксида серебра

В пробирку налейте 1 мл 1%-ного раствора нитрата серебра и 1 каплю 10%-ного раствора гидроксида натрия. Образовавшийся осадок оксида серебра растворите, прилив по каплям 5%-ный раствор аммиака. К полученному прозрачному раствору добавьте 1 мл муравьиной кислоты и осторожно нагрейте пробирку на водяной бане (температура 60–70°C). Металлическое серебро выделяется в виде зеркального налета на стенках пробирки или в виде темного осадка. Напишите уравнение реакции окисления муравьиной кислоты.

Опыт 6. Окисление муравьиной кислоты перманганатом калия

Поместите в первую пробирку 2 мл муравьиной кислоты, 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 3 мл 2%-ного раствора перманганата калия. Плотно закройте пробирку пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите во

вторую пробирку с 2 мл известковой воды. Осторожно нагрейте первую пробирку до появления осадка во второй пробирке.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Окисление муравьиной кислоты оксидом хрома (VI) (Тяга!)

В пробирку поместите около 1 г оксида хрома (VI) и 2,5 мл муравьиной кислоты. Через несколько минут начинается энергичная реакция, смесь закипает. Отметьте изменение окраски реакционной смеси.

Напишите уравнение реакции окисления муравьиной кислоты оксидом хрома (VI).

Опыт 8. Разложение муравьиной кислоты при нагревании (Тяга!)

В сухую пробирку налейте 1 мл муравьиной кислоты и 1 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте газоотводной трубкой и осторожно нагрейте. Что наблюдается? Образующийся газ подожгите у отверстия газоотводной трубки. Обратите внимание на характер пламени.

После окончания работы пробирку с реакционной смесью необходимо охладить, чтобы прекратить выделение ядовитого газа. Напишите уравнение реакции разложения муравьиной кислоты в условиях описанного опыта.

Опыт 9. Получение уксусной кислоты (Тяга!)

В пробирку поместите 1 г ацетата натрия и добавьте 2–3 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте газоотводной трубкой и осторожно нагрейте реакционную смесь. Выделяющуюся уксусную кислоту определяют по запаху (*осторожно!*) и по изменению цвета влажной синей лакмусовой бумаги, поднесенной к отверстию газоотводной трубки.

Напишите уравнение реакции.

Опыт 10. Кристаллизация уксусной кислоты

Уксусная кислота имеет температуру плавления $+16,6^{\circ}\text{C}$. При охлаждении она кристаллизуется, причем кристаллы ее похожи на лед, поэтому безводную уксусную кислоту принято называть ледяной.

Пробирку с 1–2 мл ледяной уксусной кислоты поставьте на несколько минут в стакан со льдом. Отметьте вид кристаллов.

Опыт 11. Взаимодействие уксусной кислоты с карбонатом натрия

К 3–4 мл 10%-ного раствора карбоната натрия прилейте 2–3 мл ледяной уксусной кислоты. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции. Какой вывод можно сделать о кислотных свойствах уксусной и угольной кислот? Будет ли уксусная кислота реагировать с растворами сульфата натрия и хлорида натрия?

Опыт 12. Взаимодействие уксусной кислоты с натрием

В пробирку налейте 2–3 мл уксусной кислоты, добавьте небольшой кусочек металлического натрия. Что наблюдается? Напишите уравнение реакции.

Опыт 13. Взаимодействие уксусной кислоты с магнием

В пробирку налейте 2–3 мл уксусной кислоты, добавьте небольшой кусочек металлического магния. Закройте пробирку газоотводной трубкой. Через некоторое время подожгите выделяющийся газ. Напишите уравнение реакции.

Опыт 14. Образование и гидролиз ацетата железа (III)

В пробирку налейте по 3 капли уксусной кислоты и воды. Прибавьте к раствору 2–3 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия до полной нейтрализации раствора по синему лакмусу. После этого добавьте 2–3 капли 3%-ного раствора хлорида железа (III). Что при этом наблюдается? Подогрейте раствор до кипения. Выделяется красно-бурый осадок нерастворимого в воде вещества. Что это за вещество? При отстаивании раствор над осадком становится бесцветным. Напишите уравнения реакций.

Опыт 15. Отношение уксусной кислоты к действию окислителей

В пробирку налейте 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты и 3 мл 2%-ного раствора перманганата калия. Реакционную смесь перемешайте. Происходит ли изменение окраски раствора? Сделайте вывод об отношении уксусной кислоты к окислителям.

Лабораторная работа №16

ДВУХОСНОВНЫЕ КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах двухосновных карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, рН-метр, спиртовка, держатель для пробирок, пробка с газоотводной трубкой, предметное стекло, микроскоп, стеклянная палочка, лопаточка, скальпель, пинцет.

Реактивы: 0,1 н растворы кислот (в капельницах) щавелевой, малоновой, янтарной, глутаровой, адипиновой, уксусной, соляной, 1 н раствор щавелевой кислоты, малоновая кислота (крист.), формиат натрия (муравьинокислый натрий), щавелевая кислота (крист.), 10%-ный раствор хлорида кальция, 1 н раствор гидроксида калия, 10%-ный раствор ацетата свинца, 10%-ный раствор сульфата меди (II), 10%-ный раствор оксалата аммония (можно получить, добавляя по каплям раствор аммиака к 10%-ному раствору щавелевой кислоты до нейтральной реакции по лакмусу), серная кислота (конц.), 10%-ный раствор серной кислоты, известковая вода (насыщ. раствор), 5%-ный раствор перманганата калия, натрий (метал.), малоновый эфир, универсальная индикаторная бумага,

Опыт 1. Сравнение силы органических и минеральных кислот

На полоску индикаторной бумаги нанесите по капле 0,1 н растворов кислот: уксусной, щавелевой, малоновой, янтарной, глутаровой, адипиновой и соляной. С помощью шкалы определите рН растворов кислот. Далее определите рН данных кислот более точно рН-метром. Сравните силу кислот.

Опыт 2. Получение щавелевой кислоты

В сухую пробирку поместите 1–1,5 г формиата натрия и нагрейте ее пламенем спиртовки. Кристаллы соли плавятся, после удаления кристаллизационной воды формиат натрия становится твердым. В этот момент пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой и продолжите нагревание. Соль разлагается с выделением газообразного продукта. Подождите выделяющийся газ у отверстия газоотводной трубки. Нагревание продолжайте до прекращения выделения газа. Какой газ образуется в результате этой реакции?

Напишите уравнение реакции термического разложения формиата натрия.

Опыт 3. Обнаружение щавелевой кислоты

В пробирку поместите лопаточку щавелевой кислоты и прибавьте 3–4 мл воды до полного растворения. Пипеткой возьмите 1 каплю полученного раствора и нанесите на предметное стекло. Добавьте к ней 1 каплю 10%-ного раствора хлорида кальция, при этом выпадают кристаллы соли щавелевой кислоты. Предметное стекло поместите под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов.

Напишите уравнение реакции образования соли щавелевой кислоты.

С помощью стеклянной палочки разделите кристаллы на предметном стекле на две части. К одной части прибавьте 1 каплю раствора уксусной кислоты, к другой – 1 каплю 10%-ной соляной кислоты. В каком случае наблюдается растворение кристаллов? Чем это объясняется?

Опыт 4. Получение калиевых солей щавелевой кислоты

В пробирку налейте 2 мл (точно) 1 н раствора щавелевой кислоты и добавьте 1 мл 1 н раствора гидроксида калия. Выпадает осадок кислой калиевой соли щавелевой кислоты (*большое количество такой соли содержится в щавеле*). Что происходит при дальнейшем прибавлении раствора гидроксида калия?

Напишите уравнения реакций образования калиевых солей (кислой и средней) щавелевой кислоты.

Опыт 5. Получение солей щавелевой кислоты

В три пробирки налейте по 1 мл 10%-ных растворов хлорида кальция, ацетата свинца, сульфата меди (II) и в каждую из них добавьте 10%-ный раствор оксалата аммония. Отметьте изменения, происходящие в пробирках.

Напишите уравнения реакций.

Опыт 6. Разложение щавелевой кислоты (Тяга!)

В пробирку с газоотводной трубкой поместите 1–1,5 г кристаллов щавелевой кислоты и 1–2 мл концентрированной серной кислоты. Пробирку закройте пробкой с газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку,

содержащую известковую воду. Реакционную смесь осторожно нагрейте, щавелевая кислота разлагается, известковая вода мутнеет. После этого выньте газотводную трубку из пробирки с известковой водой и у отверстия ее подожгите другое газообразное вещество, которое горит характерным пламенем – голубоватыми вспышками. Какой это газ?

Напишите уравнения всех протекающих реакций.

Опыт 7. Декарбоксилирование щавелевой кислоты

В сухую пробирку 1 г щавелевой кислоты, закройте пробкой с газотводной трубкой и опустите конец ее во вторую пробирку с 1–2 мл известковой воды. Нагрейте первую пробирку до появления осадка во второй пробирке. Удалите конец газотводной трубки из жидкости и, продолжая нагревание первой пробирки, подожгите у отверстия трубки выделяющийся газ. Он горит характерным голубым пламенем.

Напишите уравнения реакций.

Опыт 8. Окисление щавелевой кислоты

Поместите в первую пробирку 1 г щавелевой кислоты, добавьте 2 мл 5%-ного раствора перманганата калия и 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты. Отверстие пробирки закройте пробкой с газотводной трубкой, конец которой опустите во вторую пробирку с известковой водой. Осторожно нагрейте реакционную смесь в первой пробирке. Отметьте изменения, происходящие в обеих пробирках.

Напишите уравнение реакции окисления щавелевой кислоты перманганатом калия в кислой среде и подберите коэффициенты.

Опыт 9. Декарбоксилирование малоновой кислоты

В сухую пробирку поместите около 0,5 г малоновой кислоты. Пробирку закройте пробкой с газотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку с известковой водой. Нагрейте пробирку. При нагревании малоновая кислота декарбоксилируется, образующийся при этом газ обнаруживается реакцией с известковой водой. Какой это газ? Напишите уравнение реакции термического разложения малоновой кислоты.

Опыт 10. Получение натриймалонового эфира

В сухую пробирку налейте 1 мл малонового эфира и внесите небольшой кусочек металлического натрия, хорошо отжатого от керосина фильтровальной бумагой. Пробирку осторожно подогрейте. Начинается энергичная реакция с выделением газа. В конце реакции натриймалоновый эфир выпадает в виде белого осадка.

Напишите уравнение реакции образования натриймалонового эфира. Какой газ при этом образуется? Как объясняют высокую подвижность водорода в CH_2 -группе малонового эфира?

Лабораторная работа №17

АРОМАТИЧЕСКИЕ КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, воронка, водяная баня, спиртовка, держатель для пробирок, фильтровальная бумага, колба или стакан на 100 мл, лопаточка, пробки с газоотводной трубкой, рН-метр.

Реактивы: бензальдегид, 5%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор гидроксида натрия, серная кислота (разб. и конц.), 10%-ный раствор соляной кислоты, этиловый спирт, загрязненная и чистая бензойная кислота, коричневая кислота, салициловая кислота, 10%-ный раствор карбоната натрия, бромная вода, раствор хлорида железа (III), раствор известковой воды, 5%-ный раствор уксусной кислоты, раствор йода в иодиде калия, универсальная лакмусовая бумага.

Опыт 1. Сравнение силы органических кислот

На полоску индикаторной бумаги нанесите по капле 0,1 н растворов кислот: бензойной, салициловой, фталевой, уксусной. С помощью шкалы определите рН растворов кислот. Далее определите рН данных кислот более точно рН-метром. Сравните силу кислот.

Опыт 2. Получение бензойной кислоты окислением бензальдегида

В пробирку налейте 2–3 мл раствора перманганата калия и 1 мл бензальдегида. При встряхивании нагрейте пробирку на водяной бане до исчезновения запаха бензальдегида. После этого добавьте несколько капель этилового спирта. Как при этом меняется окраска раствора? Затем горячий раствор отфильтруйте от бурого осадка через складчатый фильтр. При подкислении бесцветного фильтрата разбавленной серной кислотой выделяются кристаллы бензойной кислоты. Определите как растворяется бензойная кислота в горячей и холодной воде, щелочах.

Напишите уравнение реакции получения бензойной кислоты.

Опыт 3. Очистка бензойной кислоты

Небольшое количество (около 1 г) загрязненной бензойной кислоты растворите в 30–50 мл кипящей воды в открытой колбе или химическом стакане. Полученный горячий раствор быстро отфильтруйте через складчатый фильтр, помещенный в стеклянную воронку. Собранный в стакан или коническую колбу фильтрат охладите ледяной водой при перемешивании. Выделяются кристаллы бензойной кислоты. Через 30 мин осадок отфильтруйте на воронке Бюхнера с

использованием водоструйного насоса и сушите при 60°C. (Т. пл. чистой бензойной кислоты 122°C). Отметьте, какого цвета кристаллы.

Опыт 4. Получение бензоата натрия

В пробирку поместите 0,5 г бензойной кислоты и 1 мл воды. Затем при встряхивании прибавьте 1–2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия до полного растворения кристаллов.

К полученному прозрачному раствору прибавьте 1–2 мл 10%-ной соляной кислоты. Какие изменения наблюдаются в пробирке?

Напишите уравнения реакций.

Опыт 5. Взаимодействие бензойной и салициловой кислот с перманганатом калия

В одну пробирку поместите 0,1 г бензойной кислоты, а в другую – 0,1 г салициловой кислоты и растворите их в минимальном количестве воды. Затем в каждую пробирку добавьте равный объем раствора карбоната натрия и по каплям при встряхивании прибавьте раствор перманганата калия. Опишите, что происходит в каждой пробирке при добавлении первых капель перманганата калия, что происходит при дальнейшем его добавлении? Объясните различие в поведении кислот по отношению к перманганату калия.

Напишите уравнения реакций.

Опыт 6. Взаимодействие коричной кислоты с перманганатом калия

Несколько кристаллов коричной кислоты растворите в минимальном количестве 10%-ного раствора карбоната натрия. Затем по каплям прибавьте раствор перманганата калия. Опишите, что при этом происходит. Объясните происходящие изменения. Напишите уравнение реакции.

Опыт 7. Взаимодействие ароматических карбоновых кислот с бромом

В трех пробирках приготовьте насыщенные растворы бензойной, салициловой и коричной кислот в 3 мл воды. В каждую из пробирок добавьте несколько капель бромной воды и наблюдайте за происходящими изменениями. К каждой пробирке поднесите влажную лакмусовую бумагу. Что при этом наблюдается?

Напишите уравнения реакций.

Опыт 8. Взаимодействие ароматических карбоновых кислот с йодом

Опыт проделайте аналогично опыту 7, но вместо бромной воды используйте раствор йода в иодиде калия. Что наблюдается? Напишите уравнения реакций.

Опыт 9. Взаимодействие ароматических карбоновых кислот с хлоридом железа (III)

В одну пробирку поместите несколько кристаллов бензойной кислоты, в другую – салициловой, затем прилейте несколько капель воды и пробирки нагрейте для растворения кислот. К полученным растворам кислот добавьте по каплям раствор хлорида железа (III). Что при этом наблюдается? Объясните результаты опытов. Напишите уравнения реакций.

Опыт 10. Отношение бензойной и салициловой кислот к нагреванию

В одну пробирку поместите несколько кристаллов бензойной кислоты, в другую – салициловой. Закройте пробирки пробками с газоотводными трубками и почти вертикально закрепите лапке штатива. Концы газоотводных трубок опустите в пробирки с 1 мл раствора известковой воды. Пробирки с кислотами осторожно нагрейте пламенем спиртовки. Наблюдается расплавление кислот и возгонка их с образованием белого налета на стенках пробирок. Усиьте нагрев всей пробирки, при этом в одной из пробирок с известковой водой раствор мутнеет, а в пробирке с реакционной массой после открывания пробки ощущается характерный запах.

Сравните и объясните происходящие процессы при нагревании кислот.

Опыт 11. Получение эфира бензойной кислоты

В сухой пробирке смешайте 0,5 г бензойной кислоты, 3 мл этилового спирта и 2 мл концентрированной серной кислоты. Осторожно нагрейте пробирку на кипящей водяной бане до кипения. Полученную бесцветную жидкость вылейте в стакан с 15 мл холодной воды. Часть бензойной кислоты, не вступившая в реакцию выпадает в осадок. А на поверхности появляется слой вещества с сильным характерным запахом. Что это за вещество?

Напишите уравнение реакции этерификации бензойной кислоты. Рассмотрите механизм реакции.

Опыт 12. Получение эфира салициловой кислоты

В сухой пробирке смешайте 0,5 г салициловой кислоты, 3 мл этилового спирта и 2 мл концентрированной серной кислоты. Осторожно нагрейте пробирку на кипящей водяной бане до кипения. Полученную бесцветную жидкость вылейте в стакан с 15 мл холодной воды. На поверхности появляется слой сложного эфира с сильным характерным запахом.

Напишите уравнение реакции этерификации бензойной кислоты. Рассмотрите механизм реакции.

Лабораторная работа №18

АМИНЫ АЛИФАТИЧЕСКОГО РЯДА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах алифатических аминов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, рН-метр, пипетки, воронка, водяная баня, спиртовка, держатель для пробирок, пробка с газоотводной трубкой, колба Вюрца, кипятильники, водяной холодильник, асбестовая сетка, фарфоровые чашки, воронки, стаканы (100 мл), фильтровальная бумага, лед.

Реактивы: ацетамид, этиловый спирт, бром, натрий металл., цинк гранулированный, нитрометан, 0,2 н растворы (в капельницах): аммиака, первичного, вторичного и третичного аминов, иодид тетраметиламмония, иодид тетраэтиламмония, хлорид метиламмония, 10%-ный и конц. растворы гидроксида натрия, 5%-

ный раствор нитрата серебра, 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина (в капельнице), натронная известь, конц. соляная кислота, ледяная уксусная кислота, 15%-ный спиртовой раствор гидроксида калия, 3%-ный раствор хлорида железа (III), 5%-ный раствор сульфата меди, хлороформ, 10%-ный раствор нитрита натрия, пикриновая кислота (насыщ. раствор), красная лакмусовая бумага, универсальная индикаторная бумажка со шкалой pH.

Опыт 1. Получение метиламина из ацетамида (Тяга!)

В колбу Вюрца емкостью 50–100 мл внесите 1 г ацетамида, 4 мл воды и 1 мл брома. (*Осторожно!*) При встряхивании в смесь прилейте по каплям концентрированный раствор гидроксида натрия до исчезновения окраски брома, а затем еще такой же объем NaOH. При этом колбу охладите в бане со льдом. Через 10–15 мин в реакционную смесь опустите кипятильники, присоедините водяной холодильник с алонжем и отгоните метиламин в пробирку, содержащую 1–2 мл воды. Пробирку-приемник погрузите в стакан с ледяной водой, конец алонжа должен быть опущен в воду примерно на 0,5 см. Колбу Вюрца насухо вытрите и затем нагрейте на асбестовой сетке (рис. 1). Перегонку прекращают, когда объем жидкости и пробирке-приемнике увеличивается в 3–4 раза. Обратите внимание на резкий запах метиламина.

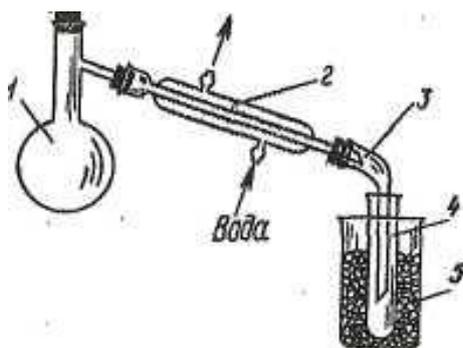


рис. 1. Прибор для получения метиламина из ацетамида

1. – колба Вюрца; 2. – водяной холодильник; 3. – алонж; 4. – пробирка-приемник; 5. – стакан с ледяной водой.

Напишите уравнение реакции получения метиламина из ацетамида (перегруппировка Гофмана, 1879 г.).

Опыт 2. Получение этиламина из ацетамида

В пробирке растворите примерно 0,5 г ацетамида в 5 мл этилового спирта. Затем внесите в раствор 2 кусочка металлического натрия размером с горошину и быстро закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой, конец которой опустите в пробирку-приемник, содержащую 2 мл этилового спирта. Пробирку с реакционной смесью периодически встряхивайте. Реакцию ведут до полного исчезновения металлического натрия. Отметьте запах раствора в пробирке-приемнике. Полученный спиртовой раствор этиламина можно использовать в последующих опытах.

Напишите уравнение реакции восстановления ацетамида.

Опыт 3. Восстановление нитрометана

Растворите в пробирке (при встряхивании) несколько капель нитрометана в 1–2 мл концентрированного раствора гидроксида натрия. Затем внесите в раствор немного цинковой пыли и нагрейте реакционную смесь пламенем спиртовки. К отверстию пробирки поднесите влажную красную лакмусовую бумагу. Что с ней происходит? Осторожно понюхайте пары, выделяющиеся из пробирки.

Напишите уравнение реакции восстановления нитрометана металлическим цинком в щелочной среде.

Опыт 4. Горение аминов и взаимодействие их с водой

В сухую пробирку поместите примерно 0,5 г хлорида метиламмония и 1 г натронной извести. Смесь тщательно перемешайте стеклянной палочкой. Пробирку закройте пробкой с прямой газоотводной трубкой, и нагрейте реакционную смесь пламенем спиртовки. Выделяющийся метиламин подожгите у конца газоотводной трубки. В отличие от аммиака амины горят на воздухе. Затем поднесите к отверстию газоотводной трубки влажную красную лакмусовую бумагу. Что при этом происходит?

Напишите уравнения реакций: образования метиламина из хлорида метиламмония и гидроксида натрия, горения метиламина, взаимодействия метиламина с водой.

Опыт 5. Сравнение основных свойств первичных, вторичных, третичных аминов и аммиака

.На полоску универсальной индикаторной бумаги нанесите по капле растворов аммиака и первичного, вторичного, третичного аминов. Сравните окраску пятен со шкалой рН, определите значение рН исследуемых аминов и аммиака. Далее определите рН данных аминов и аммиака более точно рН-метром. Сравните основность данных соединений.

Опыт 6. Образование гидроксидов четырехзамещенных производных аммония

Сначала получите влажный оксид серебра. Для этого к 2–3 мл 5%-ного раствора нитрата серебра добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия до щелочной реакции. Выпадает осадок темно-бурого цвета. Отфильтруйте его и промойте на фильтре дистиллированной водой до тех пор, пока фильтрат, вначале прозрачный, не станет мутным вследствие пептизации оксида серебра.

В две пробирки налейте по 2 мл воды и внесите небольшие количества солей: в одну пробирку – иодида тетраметиламмония, в другую – иодида тетраэтиламмония. При встряхивании соли растворяются. В каждую пробирку добавьте по 2 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина, а затем внесите полученный влажный осадок оксида серебра (его снимают с фильтра). Содержимое пробирок сильно встряхните, разбавьте водой до объема 5–7 мл и оставьте в штативе на несколько минут. Отметьте цвет образовавшегося осадка и цвет раствора.

Напишите уравнение реакции иодида тетраметиламмония с влажным оксидом серебра (AgOH), а также схему диссоциации полученного основания. Какое вещество выпадает в осадок?

Опыт 7. Образование солей аминов

Метиламин получают нагреванием хлорида метиламмония с натронной известью (см. опыт 4). К отверстию пробирки, из которой выделяется газообразный метиламин, поднесите стеклянную палочку, смоченную концентрированной соляной кислотой. Что при этом наблюдается?

Объясните опыт и напишите уравнение реакции.

В две пробирки налейте по 1–2 мл: в одну – 3%-ный раствор хлорида железа (III), в другую – 5%-ный раствор сульфата меди. В каждую пробирку пропустите газообразный метиламин. Что при этом наблюдается в пробирке с раствором хлорида железа (III) и в пробирке с раствором сульфата меди. Напишите уравнения реакций (с FeCl_3 в ионном виде).

Опыт 8. Изонитрильная реакция (Тяга!)

Эта реакция специфична для первичных аминов.

В пробирку внесите несколько кристаллов хлорида метиламмония, добавьте 2–3 капли хлороформа и 1 мл 15%-ного спиртового раствора гидроксида калия. Смесь осторожно нагрейте. Появляется характерный очень неприятный запах изонитрила. (*Нюхать осторожно!*) Изонитрил ядовит, поэтому после окончания опыта его гидролизуют. Для этого в охлажденную пробирку, содержащую изонитрил, прилейте 3–4 мл концентрированной соляной кислоты или 10%-ного раствора серной кислоты.

Напишите уравнения реакций: образования изонитрила при взаимодействии метиламина, хлороформа и гидроксида калия; гидролиза изонитрила в присутствии соляной кислоты.

Опыт 9. Реакция первичных аминов с азотистой кислотой

Эту реакцию используют как качественную реакцию на первичные амины алифатического ряда.

В пробирке растворите в 1 мл воды 0,2 г хлорида метиламмония, затем прилейте 1 мл 10%-ного раствора нитрита натрия. При добавлении к реакционной смеси нескольких капель ледяной уксусной кислоты наблюдается выделение газа в виде мелких пузырьков. Какой это газ?

Напишите уравнение реакции.

Опыт 10. Реакция аминов с пикриновой кислотой

Большинство аминов дает с пикриновой кислотой хорошо кристаллизующиеся соединения (темп. пл. 150–220°C). Аммиак и соли аммония подобных соединений не образуют.

В пробирку налейте 1,5 мл насыщенного водного раствора пикриновой кислоты и пропустите в раствор метиламин (см. опыт 3). Смесь перемешайте, затем пробирку поместите в стакан с ледяной водой. Через некоторое время выделяются кристаллы пикрата метиламмония.

Лабораторная работа №19

АРОМАТИЧЕСКИЕ АМИНЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах ароматических аминов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, воронка, водяная баня, спиртовка, держатель для пробирок, газетная и фильтровальная бумага, предметное стекло, стаканы на 50 мл, 200 мл и 250 мл, термометр, стеклянные палочки.

Реактивы: нитробензол, соляная кислота (конц.) и 2 н раствор, металлический цинк, железные опилки, 10%-ный раствор дихромата калия, 10%-ный раствор серной кислоты, насыщ. раствор хлорной извести, анилин, дифениламин, диметиланилин, этиловый спирт, хлороформ, гидроксид натрия (конц.) и 10%-ный раствор, бромная вода, нитрит натрия (крист.) и 30%-ный раствор, м-нитроанилин, п-нитроанилин, п-толуидин, бензальдегид, бензидин, насыщенный раствор карбоната натрия, ацетат натрия (крист.), сульфаниловая кислота (крист.), β-нафтол, нафтионат натрия, лакмусовая бумага, йодкрахмальная бумага, лед.

Опыт 1. Получение анилина

А). В пробирку налейте 0,5 мл нитробензола, прибавьте 1 мл концентрированной соляной кислоты и маленькую гранулу металлического цинка. Пробирку энергично встряхните. Если реакция начнет замедляться, то слегка подогрейте пробирку над пламенем спиртовки. Реакцию продолжайте до полного растворения цинка (для этого может быть придется еще прибавить 1–2 капли соляной кислоты). После окончания реакции образуется жидкость, содержащая растворимую соль анилина и не имеющая специфического запаха. Полученный раствор сохраните для опыта 2.

Б) Анилин можно получить также при восстановлении нитробензола железными опилками в кислой среде. Для этого возьмите 0,5 мл нитробензола, 1 г железных опилок и 5 мл концентрированной соляной кислоты. При постоянном встряхивании реакционную массу слегка нагрейте над пламенем спиртовки до исчезновения слоя (и запаха) нитробензола.

Напишите уравнение реакции восстановления нитробензола до анилина. Какие металлы можно применять в качестве восстановителей?

Опыт 2. Обнаружение анилина (проба с лигнином)

В основе *лигниновой пробы* лежит реакция соединений, содержащих аминогруппу, с ароматическими альдегидами, выделяющимися при кислотном гидро-

лизе лигнина, например сиреневым альдегидом (4-гидрокси-3,5-диметокси-бензальдегидом).

По 1 капле раствора анилийхлорида, полученного в опыте 1, с помощью пипетки нанесите на кусочки газетной и фильтровальной бумаги. Что происходит с газетной и фильтровальной бумагой? С чем это связано?

Опыт 3. Образование изонитрила (Тяга!)

В пробирку поместите 1 мл анилина, 1 мл хлороформа, 1 мл концентрированного раствора гидроксида натрия и 2 мл этилового спирта. Смесь осторожно нагрейте до начала реакции. Появляется характерный, неприятный запах изонитрила. После окончания опыта пробирку с содержимым поместите в соляную или разбавленную серную кислоту для разложения изонитрила.

Напишите уравнение соответствующей реакции.

Опыт 4. Образование и разложение солей анилина

К 2 мл анилина добавьте 2–3 мл воды и смесь сильно встряхните. В полученную эмульсию опустите универсальную лакмусовую бумагу. Как меняется окраска индикатора?

Эмульсию анилина разделите на две части. К одной прибавьте по каплям при встряхивании концентрированную соляную кислоту. Что при этом наблюдается? Прибавьте к жидкости раствор гидроксида натрия. Что происходит?

К другой части эмульсии анилина прибавьте по каплям при встряхивании разбавленную серную кислоту. Выпадает осадок. Отметьте его цвет. Добавьте 1 мл раствора гидроксида натрия. Что происходит? Объясните все происходящие процессы. Напишите уравнения реакций получения солей анилина.

Опыт 5. Образование и разложение солей дифениламина

В пробирке растворите 0,1 г дифениламина в 2 мл этилового спирта. К раствору добавьте воду до появления белой мути от выделения дифениламина. Прибавьте по каплям концентрированную соляную кислоту. Что при этом наблюдается? Затем разбавьте раствор водой. Что при этом происходит?

Объясните все происходящие процессы. Сравните основные свойства ароматических аминов (оп.4 и оп.5). Напишите уравнение реакции.

Опыт 6. Бромирование анилина

В пробирку поместите 1 каплю анилина и 2 мл воды. Взболтайте содержимое пробирки и прибавьте несколько капель бромной воды до исчезновения желтого окрашивания раствора и появления осадка. Отметьте цвет осадка.

Объясните легкость образования трибромзамещенного анилина и место вступления электрофильного агента в молекулу. Напишите уравнение реакции бромирования анилина. Рассмотрите механизм бромирования.

Опыт 7. Окисление анилина

В пробирку поместите 0,5 мл анилина с 5 мл воды и хорошо встряхните. В две чистые пробирки отберите по 1 мл полученной эмульсии. К эмульсии в пер-

вой пробирке прибавьте 1 мл 10%-ного раствора дихромата калия и 1 мл 10%-ного раствора серной кислоты. К эмульсии во второй пробирке добавьте 1 мл насыщенного раствора хлорной извести.

При окислении хромовой смесью образуется нерастворимый в воде краситель – черный анилин. Что происходит во 2-ой пробирке?

Напишите уравнения реакций.

Опыт 8. Конденсация анилина с ароматическими альдегидами

В пробирке смешайте при встряхивании 2 мл анилина с 2 мл бензальдегида. Сразу же начинается реакция с выделением теплоты. По окончании разогревания смесь оставьте на 15 мин, затем прилейте 2,5 мл этилового спирта и сильно охладите. Выпадает осадок бензальанилин (темп. плавл. 52°C).

Напишите уравнение реакции образования бензальанилина.

Опыт 9. Нитрозирование дифениламина

В пробирке растворите 1 г дифениламина в 5–8 мл этилового спирта и охладите до 0°C в стакане со льдом. Добавьте 1 мл концентрированной соляной кислоты и 0,6 г нитрита натрия, растворенного в минимальном количестве воды. Смесь постепенно окрашивается в зеленый цвет, а затем выделяется масло, которое постепенно закристаллизовывается. Дифенил-N-нитрозамин плавится при температуре 66°C. Напишите уравнение реакции нитрозирования дифениламина.

Опыт 10. Нитрозирование диметиланилина

В стакане на 50 мл растворите 0,5 г диметиланилина в 15 мл концентрированной соляной кислоты. Смесь охладите во льду и добавьте 5 г толченого льда. Медленно при перемешивании добавьте раствор 0,6 г нитрита натрия в 2 мл воды. Температура не должна повышаться выше 5°C и не должны выделяться оксиды азота. Смесь оставьте во льду на 10–15 мин, а затем отфильтруйте желто-коричневые кристаллы солянокислой соли *para*-нитрозодиметиланилина.

Часть полученной солянокислой соли *para*-нитрозодиметиланилина поместите в пробирку и по каплям прибавьте 3–4 мл насыщенного раствора карбоната натрия. Что при этом наблюдается?

Напишите уравнение реакции нитрозирования диметиланилина.

Опыт 11. Диазотирование анилина

В пробирку налейте 1 мл анилина, 0,5 мл концентрированной соляной кислоты и добавьте кусочек льда. Реакционную массу охладите. В полученный раствор при встряхивании по каплям добавьте 0,5 мл охлажденного раствора нитрита натрия. Температура смеси не должна быть выше 5°C. Полноту диазотирования анилина проверяют йодкрахмальной бумажкой, если анилин продиазотирован полностью, то на бумаге появляется голубое или синее окрашивание, указывающее на присутствие в растворе свободной азотистой кислоты. Пробу производят через 2–3 минуты после прибавления нитрита натрия. Если йодкрахмальная бумажка не синее, добавьте еще 1–2 капли раствора нитрита натрия и вновь повторите пробу.

Напишите уравнения соответствующих реакций.

Опыт 12. Диазотирование м-нитроанилина

В стакане на 25 мл растворите 2 г м-нитроанилина в смеси 3 мл концентрированной серной кислоты и 5 мл воды при нагревании. Затем полученный раствор охладите во льду до 3–5°C. К выпавшему сульфату анилина прибавьте кусочек льда и прилейте постепенно при перемешивании в течение 4–5 мин 3,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия, проверяя при этом по конго кислотность среды. Смесь оставьте на 10 мин, а затем пробой с йодкрахмальной бумагой проверьте присутствие свободной азотистой кислоты. Для этого каплю раствора поместите на йодкрахмальную бумагу. Если она синее, то диазотирование закончите.

Напишите уравнение реакции диазотирования м-нитроанилина.

Опыт 13. Диазотирование п-толуидина

В стакане смешайте 3 мл концентрированной соляной кислоты с 7 мл воды. К полученному раствору добавьте 1,5 г п-толуидина и нагрейте до полного растворения. Затем смесь охладите во льду, в стакан добавьте кусочек льда и при перемешивании по каплям прибавьте 2,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия. После приливания ½ объема раствора нитрита натрия проверьте кислотность раствора по конго. Для этого стеклянной палочкой возьмите пробу из реакционной смеси и нанесите ее на йодкрахмальную бумагу. Если на бумаге не появляется сразу синее пятно, то продолжите прикапывать раствор нитрита натрия. Затем смесь оставьте при охлаждении на 10 мин, после чего проверьте конец диазотирования по йодкрахмальной бумаге. Посинение бумаги свидетельствует об окончании диазотирования.

Раствор соли п-толилдiazония оставьте стоять во льду и используйте в дальнейших опытах. Напишите уравнение реакции диазотирования п-толуидина.

Опыт 14. Получение красителя п-нитроанилинового красного

В начале необходимо приготовить раствор п-нитрофенилдиазоний хлорида (один на группу). Для этого в стакане на 250 мл растворите при нагревании 7 г п-нитроанилина в 12,5 мл концентрированной соляной кислоты и 150 мл воды. Раствор охладите до 0°C в воде со льдом и затем быстро, при энергичном перемешивании прилейте к нему охлажденный раствор 3,5 г нитрита натрия в 20 мл воды. Реакционную смесь оставьте в ледяной воде на 30–40 мин. Раствор диазотированного пара-нитроанилина (желтого цвета) должен быть прозрачным.

Затем в стакан поместите 12 мл охлажденного раствора п-нитрофенилдиазоний хлорида и добавьте 1 г ацетата натрия в 4 мл воды. Во втором стакане растворите 0,5 г β-нафтола в минимальном объеме 10%-ного раствора гидроксида натрия. К раствору соли diaзония прибавьте приготовленный щелочной раствор β-нафтола. Выпавший краситель отфильтруйте.

Напишите уравнение реакции диазотирования п-нитроанилина и реакции азосочетания с β-нафтолом.

Опыт 15. Получение красителя метилового оранжевого (гелиантин)

В пробирке растворите 0,4 мл диметиланилина в смеси, состоящей из их 1,5 мл 2 н соляной кислоты и 1 мл воды. А в другой пробирке растворите 0,5 г сульфаниловой кислоты в 1,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и добавьте туда раствор 0,2 г нитрита натрия в 2,5 мл воды. Содержимое второй пробирки постепенно влейте в стакан с 2 мл охлажденного раствора 2 н соляной кислоты и кусочком льда. В полученный в стакане раствор соли диазония при охлаждении прилейте при перемешивании содержимое первой пробирки (соль диметиланилина). В полученную смесь при перемешивании добавьте раствор гидроксида натрия до щелочной реакции. Что при этом наблюдается?

Несколько капель смеси отлейте в чистую пробирку и по каплям добавьте 2 н раствор соляной кислоты. Что при этом наблюдается? Часть этого раствора налейте в пробирку и добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия. Опишите, что происходит в пробирке. Какие выводы можно сделать из наблюдаемых явлений?

Опыт 16. Получение красителя нафтолового оранжевого

В одном стакане растворите 0,7 г β -нафтола в 10 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия при нагревании. В другом стакане растворите при нагревании 1 г сульфаниловой кислоты в 2,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. К этому раствору прибавьте раствор 0,4 г нитрита натрия в 5 мл воды. Полученный раствор охладите и прилейте его при перемешивании в третий стакан, содержащий 10 мл охлажденной 2 н соляной кислоты. К получившейся при этом соли диазония добавьте щелочной раствор β -нафтола, находящийся в первом стакане. Что при этом наблюдается?

Напишите уравнение реакции азосочетания соли диазония с β -нафтолом.

Опыт 17. Получение красителя Конго красного

В стакане растворите при нагревании 0,5 г бензидина в 1 мл концентрированной соляной кислоты, разбавленной 10 мл воды. Затем раствор охладите до 2–3°C, добавьте 10 мл воды и при перемешивании и охлаждении прилейте по каплям раствор 0,4 г нитрита натрия в 2 мл воды. Полученный раствор соли диазония оставьте стоять при охлаждении во льду в течение нескольких минут, после чего сделайте иодкрахмальную пробу на присутствие свободной азотистой кислоты. Затем раствор постепенно прибавьте при перемешивании в другой стакан, содержащий охлажденный раствор 1,6 г нафтионата натрия и 2 г ацетата натрия в 15 мл воды. Выпадает темно-синий осадок красителя. Смесь оставьте стоять в течение 5 мин, а затем к ней добавьте при нагревании 2 н раствор карбоната натрия. К красному раствору натриевой соли красителя добавьте кристаллы хлорида натрия (высаливание), выпадает красный осадок натриевой соли красителя.

Напишите уравнения всех протекающих реакций. Какое строение имеет краситель в кислой и щелочной средах?

Лабораторная работа №20

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах функциональных производных карбоновых кислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, стакан (100 мл), делительная воронка,

Реактивы: этиловый спирт, ледяная уксусная кислота, серная кислота (конц.), насыщенный раствор хлорида натрия, изоамиловый спирт, амиловый спирт, бутиловый спирт, пропиловый спирт, изопропиловый спирт, третбутиловый спирт, октанол-1, бензиловый спирт, муравьиная кислота, масляная кислота (бутановая), $K_2Cr_2O_7$ (крист.), 10%-ный раствор соды, бензойная кислота, салициловая кислота.

Опыт 1. Получение этилацетата

Катализаторами реакции этерификации служат минеральные кислоты (серная, соляная). Для выяснения роли минеральной кислоты реакцию этерификации проводят в двух вариантах: с катализатором и без него.

В первой пробирке (сухой) смешайте 2 мл этилового спирта, 2 мл ледяной уксусной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты. Во вторую пробирку (сухую) к аналогичной смеси этилового спирта и уксусной кислоты катализатор (серную кислоту) не добавляйте. Смеси в обеих пробирках перемешайте встряхиванием и нагрейте пробирки в течение 5–8 минут в водяной бане при температуре воды 65–70°C. (реакционная смесь не должна кипеть). Затем обе пробирки охладите. Для выделения из раствора этилацетата добавьте по 3–4 мл насыщенного раствора хлорида натрия (высаливание). Этилацетат всплывает в виде бесцветной жидкости с приятным запахом. Каким запахом он обладает?

В одинаковых ли количествах образуется этилацетат в двух пробирках? Напишите уравнение протекающей реакции и рассмотрите ее механизм.

Опыт 2. Получение изоамилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл изоамилового спирта, 2 мл ледяной уксусной кислоты и 1 каплю концентрированной серной кислоты. Смесь перемешайте встряхиванием. Реакционную смесь нагрейте в кипящей водяной бане 8–10 мин, после чего охладите и вылейте в пробирку с холодной водой. Изоамилацетат всплывает. Обратите внимание на его запах. Пары изоамилацетата вызывают раздражение дыхательных путей, они могут вызвать кашель, поэтому нюхать изоамилацетат нужно осторожно. Отметьте запах.

Напишите уравнение реакции образования изоамилацетата.

Опыт 3. Получение муравьиноамилового эфира

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл амилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Каким запахом обладает продукт реакции? Напишите уравнение реакции образования муравьиноамилового эфира.

Опыт 4. Получение масляноэтилового эфира

В сухой пробирке смешайте 2 мл масляной кислоты, 2 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Каким запахом обладает продукт реакции? (нюхать осторожно!)

Напишите уравнение реакции образования масляноэтилового эфира.

Опыт 5. Получение маслянобутилового эфира

В сухой пробирке смешайте 2 мл масляной кислоты, 2 мл бутилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Каким запахом обладает продукт реакции? (нюхать осторожно!).

Напишите уравнение реакции образования бутилбутаноата.

Опыт 6. Получение бутилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксусноэтилового эфира.

Опыт 7. Получение пропилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл пропилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксуснопропилового эфира.

Опыт 8. Получение изопропилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл изопропилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксусноизопропилового эфира.

Опыт 9. Получение третбутилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл третбутилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования третбутилового эфира.

Опыт 10. Получение октилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл октанола-1 и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования уксусноактилового эфира.

Опыт 11. Получение изоамилформиата

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл изоамилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 12. Получение амилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл амилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах. Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 13. Получение этилформиата

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл этилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 14. Получение изовалерианового эфира

К 2 мл воды добавьте 2 мл концентрированной серной кислоты, раствор охладите. Затем прилейте 2 мл изоамилового спирта и постепенно в течение 10–15 мин добавьте 4 г кристаллического $K_2Cr_2O_7$, осторожно взбалтывая. Объем раствора доведите до 50 мл водой и дайте постоять 15–20 мин. Образовавшийся

эфир отделите делительной воронкой, промойте водой, 10%-ным раствором соды и снова водой. Отметьте его запах.

Напишите уравнение протекающей реакции.

Опыт 15. Получение бензилацетата

В сухой пробирке смешайте 2 мл уксусной кислоты, 2 мл бензилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 16. Получение бензойноэтилового эфира

К 2 мл этилового спирта добавьте 1 г кристаллической бензойной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Полученный раствор вылейте в пробирку с 5 мл воды. Отделите эфир делительной воронкой. Отметьте его запах.

Напишите уравнение образования эфира.

Опыт 17. Получение изоамилбензоата

К 2 мл изоамилового спирта добавьте 1 г кристаллической бензойной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 18. Получение пропилформиата

В сухой пробирке смешайте 2 мл муравьиной кислоты, 2 мл пропилового спирта и 1 мл концентрированной серной кислоты. Поместите пробирку на 3–5 мин в кипящую водяную баню. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах. Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 19. Получение изоамилсалицилата

К 2 мл изоамилового спирта добавьте 1 г кристаллической салициловой кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в стакан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах.

Напишите уравнение реакции образования эфира.

Опыт 20. Получение бензилового эфира бензойной кислоты

К 2 мл бензилового спирта добавьте 1 г кристаллической бензойной кислоты, 1 мл концентрированной серной кислоты и нагрейте в течение 3–5 мин в кипящей водяной бане. Затем пробирку охладите и вылейте ее содержимое в ста-

кан с холодной водой. Полученный эфир соберется на поверхности воды. Отметьте его запах. Напишите уравнение реакции образования эфира.

Лабораторная работа №21

МОЧЕВИНА

Цель: Закрепить представление о химических свойствах мочевины

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, спиртовка, держатель для пробирок, предметные стекла, микроскоп, пробка с газоотводной трубкой, стаканы на 100 мл.

Реактивы: мочевина (крист.), азотная кислота (конц.), серная кислота (конц.), щавелевая кислота, известковая вода, 10%-ный раствор нитрита натрия, конц. и 10%-ный растворы гидроксида натрия, 2%-ный раствор сульфата меди, бром, универсальная лакмусовая бумага.

Опыт 1. Растворимость мочевины в воде

В пробирку поместите 0,5 г кристаллической мочевины и постепенно добавляйте воду до полного растворения мочевины. По капле полученного раствора нанесите на красную и синюю лакмусовую бумагу. Какую реакцию (кислую, нейтральную или щелочную) имеет водный раствор мочевины?

В водном растворе мочевина находится в виде двух таутомерных форм. Напишите схему таутомерных превращений мочевины.

Опыт 2. Основные свойства мочевины

В две пробирки поместите по 1 лопаточке мочевины и добавьте по 1–2 мл воды. В первую пробирку добавьте 2 капли концентрированной азотной кислоты, во вторую – 2 капли насыщенного раствора щавелевой кислоты, приготовленного в отдельной пробирке путем растворения 1 лопаточки щавелевой кислоты в 1–2 мл воды. Через несколько секунд начинается выделение кристаллов нитрата мочевины и оксалата мочевины, которые труднее растворяются в воде по сравнению с мочевиной. Форму кристаллов нитрата мочевины и оксалата мочевины рассмотрите в микроскоп при увеличении в 120 раз.

Способность мочевины давать труднорастворимую соль с азотной кислотой используют для обнаружения мочевины в моче. В сутки с мочой человека выделяется около 30 г мочевины.

Напишите уравнения реакций образования нитрата и оксалата мочевины.

Опыт 3. Гидролиз мочевины

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины и добавьте 2–3 мл известковой воды так, чтобы не смочить верхнюю часть пробирки. Смесь нагрейте до кипения и, продолжая нагревание, к верхнему краю пробирки поднесите полос-

ку красной лакмусовой бумаги, смоченную водой. Происходит изменение окраски лакмусовой бумаги. Что происходит с реакционной смесью?

Напишите уравнение реакции гидролиза мочевины.

Опыт 4. Взаимодействие мочевины с азотистой кислотой

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины, добавьте 1–2 мл воды. К полученному раствору прилейте 1–2 мл 10%-ного раствора нитрита натрия и 1–2 капли концентрированной серной кислоты. Закройте пробирку пробкой с газотводной трубкой, конец которой опустите в пробирку с 2 мл известковой воды. Содержимое пробирки встряхните, начинается бурное выделение пузырьков газа. Какие газы выделяются? Один из них обнаруживается по выпадению осадка в пробирке. Эта реакция подобна реакции с азотистой кислотой первичных аминов алифатического ряда.

Напишите уравнение реакции взаимодействия мочевины с азотистой кислотой.

Опыт 5. Реакция мочевины с гипобромитом натрия (Тяга!)

Раствор гипобромита натрия готовится непосредственно перед проведением опыта. Для этого налейте в пробирку 1–2 мл концентрированного раствора гидроксида натрия и при охлаждении в стакане с холодной водой осторожно добавьте 3–4 капли брома. Смесью встряхните до растворения брома и исчезновения его окраски.

В пробирку поместите 1 лопаточку мочевины, добавьте 1–2 мл воды. В полученный раствор по каплям добавляйте раствор гипобромита натрия. Происходит энергичная реакция, сопровождающаяся выделением газов. Какие газы выделяются?

Реакция с гипобромитами характерна для амидов кислот. При расщеплении мочевины в данных условиях на промежуточной стадии реакции образуется гидразин, который окисляется избытком гипобромита натрия.

Напишите соответствующие уравнения реакций. Эта реакция лежит в основе одного из методов количественного определения мочевины.

Опыт 6. Образование биурета

В сухую пробирку поместите 1 лопаточку мочевины и осторожно нагрейте. Сначала мочевина плавится, а затем при дальнейшем нагревании разлагается с выделением аммиака. Аммиак обнаруживают по запаху (осторожно!) и по универсальной лакмусовой бумаге. Для этого поднесите к отверстию пробирки полоску лакмусовой бумаги, смоченную водой. Отметьте изменение окраски лакмуса. Пробирку нагревайте до тех пор, пока плав не затвердеет. После остывания добавьте в пробирку 5–6 капель воды и прокипятите в течение 2–3 мин. Дайте содержимому пробирки отстояться, раствор осторожно декантируйте в другую пробирку и добавьте к нему 1–2 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и 1 мл 2%-ного раствора сульфата меди (II). Отметьте окраску комплексной соли биурета с ионами меди (II).

Напишите уравнения реакций образования биурета из мочевины и схему таутомерных превращений биурета, затем составьте уравнение реакции биурета с гидроксидом меди (II).

Лабораторная работа №22

Жиры

Цель: Закрепить представление о химических свойствах липидов

Приборы, оборудование, химическая посуда: фильтровальная бумага, пробирки, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирки, стакан, водяная баня, стеклянная палочка, фарфоровая ступка с пестиком, коническая колба на 50-100мл.

Реактивы: растительное масло, 5%-ный раствор карбоната натрия, животный жир (масло), маргарин, 2%-ный раствор перманганата калия, этанол, диэтиловый эфир, хлороформ, тетрахлорметан, 5%-ный и 40%-ный растворы гидроксида натрия, насыщ. раствор хлорида натрия, 1%-ный водный раствор мыла, раствор белка, 10%-ный раствор серной кислоты, 1%-ный раствор фенолфталеина, 5%-ный раствор брома в тетрахлорметане, семена подсолнечника, 2%-ный раствор крахмала, 0,05%-ный спиртовой раствор иода, бензол, 0,1 н раствор гидроксида калия.

Опыт 1. Растворимость жиров и масел в органических растворителях

В четыре пробирки налейте по 2 капли подсолнечного масла и добавьте по 2 мл органических растворителей: в первую пробирку – этиловый спирт, во вторую пробирку – диэтиловый эфир, в третью – хлороформ, в четвертую – четыреххлористый углерод. Содержимое всех пробирок энергично встряхните.

В каких растворителях масло растворяется?

Пробирку, в которой образовалась эмульсия нагрейте на водяной бане до начинающегося кипения и встряхните. Увеличивается ли растворимость масла при нагревании?

Опыт повторите, но вместо подсолнечного масла в пробирки с органическими растворителями внесите небольшое количество животного жира.

Опыт 2. Экстрагирование жира из масличных семян

Смешайте 2 г семян подсолнечника с песком и тщательно разотрите в ступке. Измельченные семена перенесите в пробирку, прилейте 5 мл хлороформа (или тетрахлорметана) и перемешайте содержимое пробирки стеклянной палочкой. Пробирку нагрейте в водяной бане при 75–80°C в течение 10–15 мин. После охлаждения отфильтруйте немного раствора и нанесите несколько капель его на фильтровальную бумагу. Что происходит после испарения растворителя?

Опыт 3. Эмульгирование жиров и масел

В пять пробирок внесите по 2–3 капли подсолнечного масла, затем добавьте в первую пробирку 3 мл воды, во вторую – 3 мл 5%-ного раствора гидроксида натрия, в третью – 3 мл 5%-ного раствора карбоната натрия, в четвертую – 3 мл раствора мыла, в пятую – 3 мл раствора белка. Содержимое всех пробирок энергично встряхните, происходит образование эмульсий. Пробирки поставьте в штатив на 3–5 мин, после чего отметьте, в каких пробирках образовалась устойчивая эмульсия и в каких – неустойчивая (произошло расслоение).

Опыт 4. Доказательство ненасыщенности олеиновой кислоты

В пробирку поместите 3 капли олеиновой кислоты и растворите ее в 1 мл тетрахлорметана. Добавьте в пробирку 4–5 капель 5%-ного раствора брома в тетрахлорметане. Что происходит с бромной водой.

Напишите уравнение реакции бромирования триолеина. Какие высшие жирные кислоты можно обнаружить с помощью реакции бромирования?

Опыт 5. Взаимодействие растительного масла с водным раствором перманганата калия (реакция Вагнера)

В пробирку поместите по 2 капли растительного масла, 5%-ного раствора карбоната натрия и 2%-ного раствора перманганата калия. Энергично встряхните пробирку и отметьте изменение первоначальной окраски раствора. Напишите уравнение реакции диолеоила с перманганатом калия в водной среде.

Опыт 6. Сравнение ненасыщенности различных триацилглицеринов

Возьмите 2 сухие пробирки. В первую поместите 1 каплю подсолнечного масла, во вторую – 1 каплю предварительно расплавленного маргарина (можно использовать также животный жир или сливочное масло). Растворите содержимое пробирок в 1 мл тетрахлорметана. В каждую из пробирок добавьте из бюретки или градуированной пипетки 5%-ный раствор брома в тетрахлорметане до прекращения исчезновения окрашивания. Отметьте в каждом случае объемы раствора брома, необходимые для достижения одинакового светло-желтого окрашивания. Сделайте вывод о степени непредельности исследуемых жиров.

Напишите уравнение реакции бромирования олеодилолеата. Рассчитайте, сколько мл 5%-ного раствора брома ($\rho=1,6$ г/мл) будет израсходовано для бромирования 100 г данного масла.

Опыт 7. Определение кислотного числа масла

В конической колбе емкостью 50 мл растворите 2 г растительного масла в смеси спирта с бензолом (1:1) и прибавьте 2 капли спиртового раствора фенолфталеина. К раствору масла по каплям при встряхивании добавьте из бюретки 0,1 н раствор гидроксида калия до появления бледно-розовой окраски, не исчезающей после взбалтывания. Определите, сколько мл 0,1 н раствора гидроксида калия израсходовано на нейтрализацию свободных жирных кислот, содержащихся в 2 г масла.

Рассчитайте кислотное число исследуемого жира. Для чего его определяют? Какие реакции протекают в процесс титрования масла гидроксидом калия?

Опыт 8. Определение степени непредельности жира иодным числом

Иодное число – это количество граммов иода, присоединяющегося к 100 г жира. Чем больше величина иодного числа, тем больше двойных связей находится в остатках высших кислот, входящих в состав жира.

В коническую колбу емкостью 50–100 мл налейте 10 мл 10%-ного раствора растительного масла в хлороформе, добавьте 2 капли 2%-ного раствора крахмала и по каплям при энергичном встряхивании прилейте из бюретки 0,05%-ный спиртовой раствор иода до появления синего окрашивания (на поверхности смеси появляется синее кольцо). Рассчитайте иодное число взятого для опыта растительного масла.

Напишите уравнение реакции присоединения иода к стеариолдиолеину.

Опыт 9. Омыление жира

В пробирку поместите кусочек маргарина величиной с горошину, 1 мл этанола и 1 мл 40%-ного раствора гидроксида натрия. Нагрейте пробирку при встряхивании или перемешивании палочкой на кипящей водяной бане. Через 5–10 мин смесь становится однородной. Перенесите 2–3 капли раствора в другую пробирку, добавьте 1 мл воды и нагрейте на бане. Если проба полностью растворяется, омыление можно считать законченным.

К густой однородной массе добавьте при перемешивании горячий насыщенный раствор хлорида натрия, чтобы выделившийся слой мыла поднялся до верха пробирки. Дайте смеси отстояться, погрузите пробирку почти целиком в стакан с холодной водой и извлеките мыло палочкой или шпателем. Отожмите его между листами фильтровальной бумаги и сохраните для опыта 10.

Напишите схему реакции щелочного гидролиза на примере 2-О-олеоил-1-О-пальмитоил-3-О-стеариолглицерина. На чем основана проба, с помощью которой устанавливается полнота омыления? С какой целью к реакционной смеси добавляется насыщенный раствор хлорида натрия?

Опыт 10. Получение жирных кислот из мыла

В пробирку к 25 мл 1%-ного водного раствора мыла добавьте 5 мл 10%-ного раствора серной кислоты по каплям. Смесь нагрейте до кипения. На поверхности выделяются свободные жирные кислоты (образуется жирная плёнка). Раствор охладите.

Напишите уравнение гидролиза мыла на примере пальмитата натрия.

Опыт 11. Гидролиз мыла

В пробирку поместите кусочек мыла (0,1–0,2 г), добавьте 1–2 мл воды и нагрейте до растворения. Высаливание и извлечение мыла проведите, как описано в опыте 9.

В пробирку поместите крупинку полученного очищенного мыла и добавьте 1–2 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Что при этом наблюдается? Добавьте в пробирку 5 капель воды и отметьте изменения.

О чем свидетельствует первоначальное отсутствие окрашивания индикатора и появление окрашивания после добавления воды?

Лабораторная работа №23

ГИДРОКСИКИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах гидроксикислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: штатив с пробирками, пипетки, изогнутые газоотводные трубки, стаканы химические (50-100 мл), кипяильники, бюретки, спиртовка, держатель для пробирок, стеклянная палочка, штатив.

Реактивы: 0,1 н растворы кислот: серной, муравьиной, уксусной, щавелевой, винной, лимонной, 0,5 % раствор индикатора метилового оранжевого, цинк гранулированный, молочная кислота, 10%-ный и конц. (1 часть кислоты + 2 части воды) растворы серной кислоты, фуксинсернистая кислота, салициловая кислота, ацетилсалициловая кислота, 1%-ный раствор $FeCl_3$, 1%-ный раствор фенола, 5% раствор перманганата калия, молочная сыворотка (от простокваши или творога), 5%-ный и 10%-ный растворы винной кислоты, 1 н раствор гидроксида калия, 5%-ный раствор сульфата меди, 10%-ный раствор гидроксида натрия, 35%-ный раствор сегнетовой соли (смешанной натриево-калиевой соли винной кислоты) или двузамещенной (средней) соли винной кислоты, 5%-ный раствор хлорида кальция, 10%-ный раствор аммиака, лакмусовая бумага (красная), лимонная кислота (крист.), известковая вода, раствор йода в йодиде калия, бромная вода, 10%-ный раствор иодида калия, бензол.

Опыт 1. Реакция кислот с металлическим цинком

В 6 пробирок налейте по 2 мл 0,1 н растворов кислот: серной, муравьиной, уксусной, щавелевой, винной и лимонной. Внесите в каждую пробирку по кусочку цинка одинаковой величины. Расположите пробирки с кислотами (в штативе) в порядке уменьшения интенсивности реакции с цинком.

Сопоставьте интенсивность взаимодействия растворов кислот с цинком.

Опыт 2. Реакция растворов кислот с метиловым оранжевым.

В 6 пробирок налейте по 2 мл 0,1 н растворов кислот: серной, муравьиной, уксусной, щавелевой, винной и лимонной. Внесите в каждую пробирку по 2 капли индикатора метилового оранжевого. Сравните окраску растворов. Совпадает ли ряд по окраске с рядом по интенсивности взаимодействия с цинком?

Опыт 3. Реакция молочной кислоты с хлоридом железа (III)

К 3–4 мл 1%-ного раствора фенола добавьте несколько капель 1% го раствора хлорида железа (III). Отметьте окраску раствора. Разделите его на 3 части.

К одной части прилейте 0,5 мл молочной кислоты, к другой – 0,5 мл уксусной кислоты и к третьей – 0,5 мл молочной сыворотки. Какие изменения происходят? Почему?

Напишите уравнение реакции образования лактата железа (III) (молочно-кислого железа).

Опыт 4. Разложение молочной кислоты при нагревании с концентрированной серной кислотой. (Тяга!)

В пробирке, закрытой пробкой с газоотводной трубкой нагрейте до кипения смесь из 0,5 мл молочной кислоты и 1 мл концентрированной серной кислоты. Для равномерного кипения в реакционную смесь положите кипятивнички (2-3 кусочка битого фарфора). Выделяющийся газ подожгите у отверстия газоотводной трубки.

Напишите уравнение реакции разложения молочной кислоты концентрированной серной кислотой. Какие вещества должны получиться при нагревании с серной кислотой α -оксимасляной кислоты?

Опыт 5. Разложение молочной кислоты при нагревании с разбавленной серной кислотой (1:2)

В пробирку поместите кипятивнички и налейте 1 мл молочной кислоты, 1 мл разбавленной серной кислоты (1:2). Закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой. Конец газоотводной трубки опустите в другую пробирку с 2 мл фуксинсернистой кислоты, погруженную в стакан с холодной водой. Реакционную смесь нагрейте до кипения. Через 2–3 минуты отметьте окраску раствора фуксинсернистой кислоты.

Напишите уравнение реакции и объясните, почему появляется окраска в пробирке с фуксинсернистой кислотой.

Опыт 6. Окисление молочной кислоты перманганатом калия в кислой среде

В пробирку налейте 0,5 мл молочной кислоты, 0,5 мл разбавленной (1:2) серной кислоты и 1 мл 5 %-ного раствора перманганата калия. Смесь осторожно нагрейте.

Что происходит с реакционной смесью? (*Нюхайте осторожно содержимое пробирки*). Напишите уравнение реакции разложения молочной кислоты при нагревании с разбавленной серной кислотой и уравнение реакции окисления муравьиной кислоты перманганатом калия в кислой среде.

Опыт 7. Образование калиевых солей винной кислоты

Налейте в пробирку из бюретки 2 мл 1 н раствора винной кислоты и из другой бюретки добавьте 1 мл 1 н раствора гидроксида калия. Встряхните пробирку. Что происходит? Если изменений не происходит, то стенки пробирки потрите стеклянной палочкой. Затем продолжите добавлять из бюретки 1 н раствор гидроксида калия до полного растворения осадка (при встряхивании). Напишите уравнения реакций и объясните опыт.

Половину полученного раствора отлейте в пробирку и добавьте к нему по каплям 10%-ный раствор серной кислоты. Что происходит? Отметьте изменения, происходящие при добавлении избытка серной кислоты. Напишите уравнение реакции.

Опыт 8. Получение кальциевой соли винной кислоты

В пробирку налейте 1 мл 5%-ного раствора винной кислоты и добавьте по каплям 10%-ный раствор аммиака до нейтральной реакции по лакмусу. Затем прилейте небольшое количество 5%-ного раствора хлорида кальция. Появляется осадок труднорастворимой кальциевой соли винной кислоты. Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции образования средней соли винной кислоты.

Опыт 9. Взаимодействие соли винной кислоты с гидроксидом меди (II)

К 1 мл 35%-ного раствора сегнетовой соли добавьте 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия и при встряхивании по каплям добавьте 5%-ный раствор сульфата меди (II). От каждой капли вначале получается осадок голубого цвета – гидроксид меди (II), при встряхивании он растворяется. Как изменяется окраска раствора?

Винная кислота содержит две гидроксильные группы и способна в щелочном растворе образовывать комплексные соединения типа алкоголятов с гидроксидом меди (II) подобно многоатомным спиртам. Щелочной раствор комплексного соединения двухвалентной меди с солью винной кислоты называют фелинговой жидкостью. Она легко окисляет многие альдегиды. Фелингову жидкость широко используют для качественного и количественного анализа восстанавливающих сахаров.

Напишите уравнения реакций: образования гидроксида меди (II) и взаимодействия сегнетовой соли с гидроксидом меди (II).

Опыт 10. Получение цитрата кальция

Налейте в пробирку 1 мл 5%-ного раствора лимонной кислоты и добавьте по каплям 10%-ный раствор аммиака до нейтральной реакции по лакмусу. После этого прилейте 1 мл 5%-ного раствора хлорида кальция и осторожно нагрейте реакционную смесь до кипения. Выпадает осадок цитрата кальция. проверьте растворимость данной соли в горячей и холодной воде.

Напишите уравнение реакции образования цитрата кальция (средней соли).

Опыт 11. Разложение лимонной кислоты при нагревании с концентрированной серной кислотой (Тяга!)

В сухую пробирку с изогнутой газоотводной трубкой поместите около 1 г кристаллической лимонной кислоты, прилейте 2 мл концентрированной серной кислоты, затем укрепите пробирку в лапке штатива. Осторожно нагрейте реакционную смесь. Подожгите у отверстия газоотводной трубки выделяющийся газ, он горит характерным голубоватым пламенем. Какой это газ? Затем опустите конец газоотводной трубки в пробирку с известковой водой. Происходит ли ее помутнение? После этого опустите конец газоотводной трубки в пробирку, где

находится заранее подготовленный щелочной раствор йода (к 2 мл раствора йода в йодиде калия по каплям добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия до почти полного обесцвечивания раствора йода). Образуется осадок со специфическим запахом. Что это за осадок?

Напишите уравнение реакции разложения лимонной кислоты при нагревании ее с концентрированной серной кислотой. Какие продукты при этом получаются? Напишите, какие продукты образуются при декарбонизации ацетондикарбоновой кислоты.

Напишите также уравнение реакции образования йодоформа из ацетона.

Опыт 12. Декарбонизация салициловой кислоты

В сухую пробирку поместите несколько кристаллов салициловой кислоты. Закройте пробирку пробкой с изогнутой газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку, содержащую 3 мл насыщенного раствора гидроксида кальция. Нагрейте первую пробирку. Происходят ли изменения во второй пробирке? Напишите уравнение реакции.

Опыт 13. Гидролиз ацетилсалициловой кислоты

В пробирку поместите несколько кристаллов ацетилсалициловой кислоты и добавьте 10 капель воды при встряхивании до полного их растворения. Разделите раствор на две пробирки. В первую пробирку прибавьте 1 мл 1%-ного раствора хлорида железа (III). Раствор во второй пробирке прокипятите в течение 30 сек на небольшом пламени спиртовки, охладите и прибавьте 1 мл 1%-ного раствора хлорида железа (III). Что происходит?

Напишите уравнение реакции гидролиза ацетилсалициловой кислоты. Как экспериментально доказать наличие одного из продуктов реакции гидролиза?

Опыт 14. Бромирование салициловой кислоты

В фармацевтической практике эта реакция лежит в основе броматометрического метода определения салициловой кислоты.

В пробирку поместите 2 лопаточки салициловой кислоты и 1 мл воды. К полученному раствору медленно по каплям прибавляйте бромную воду. Уже после прибавления первой капли выпадает белый осадок малорастворимой и неокрашенной 3,5-дибромосалициловой кислоты. Что происходит при добавлении еще 12–13 капель бромной воды? С чем это связано?

Реакционную смесь осторожно прокипятите в течение 1 мин для удаления избытка брома. Осадок при этом растворяется. После охлаждения раствора он выпадает вновь. Добавьте к реакционной смеси 5 капель 10%-ного раствора йодида калия и 10 капель бензола. Как изменяется окраска при встряхивании бензольного слоя? Почему? Напишите уравнение реакции образования 3,5-дибромосалициловой кислоты. По какому механизму протекает эта реакция? Напишите уравнение реакции образования трибромфенола из 3,5-дибромосалициловой кислоты. Напишите уравнение окислительно-восстановительной реакции, протекающей при прибавлении йодида калия.

Лабораторная работа №24

КЕТОКИСЛОТЫ. АЦЕТОУКСУСНЫЙ ЭФИР

Цель: Закрепить представление о химических свойствах оксокислот и ацетоуксусного эфира

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, фильтровальная бумага, химические воронки, пинцеты, скальпель, стаканы химические (50-100 мл), лед, изогнутые газоотводные трубки, предметные стекла, микроскоп, стеклянные палочки.

Реактивы: 5%-ный раствор молочной кислоты, 1%-ный раствор перманганата калия, 10%-ный раствор карбоната натрия, 2%-ный и 10%-ные растворы гидроксида натрия, уксусная кислота, гидросульфит натрия (насыщ. раствор), 10%-ный раствор нитропруссиды натрия, ацетоуксусный эфир (свежеперегнанный), 2%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор серной кислоты, известковая вода (насыщ. раствор), 10%-ный раствор соляной кислоты, натрий (метал.), бромная вода, бумага Конго, лакмусовая бумага (красная).

Опыт 1. Получение пировиноградной кислоты окислением молочной кислоты

В пробирку налейте 3 мл 5%-ного раствора молочной кислоты и добавьте по каплям при встряхивании 10%-ный раствор карбоната натрия до нейтральной реакции по лакмусу. Затем прилейте 2 мл 1%-ного раствора перманганата калия и смесь нагрейте до кипения. В условиях опыта молочная кислота окисляется до пировиноградной кислоты. Напишите уравнение реакции.

Содержимое пробирки отфильтруйте. Пировиноградную кислоту обнаруживают в фильтрате качественными реакциями на карбонильную группу (с гидросульфитом натрия и нитропруссидом натрия). Фильтрат оставьте для дальнейших опытов.

Опыт 2. Взаимодействие пировиноградной кислоты с нитропруссидом натрия

В пробирку налейте 1 мл фильтрата из опыта 1, 1 каплю 10%-ного раствора нитропруссиды натрия $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ и 1 каплю 10%-ного раствора гидроксида натрия. Проследите за последовательными изменениями окраски раствора в пробирке. Затем прибавьте 1 каплю ледяной уксусной кислоты. Отметьте окраску содержимого пробирки.

Опыт 3. Взаимодействие пировиноградной кислоты с гидросульфитом натрия

На предметное стекло поместите 1 каплю насыщенного раствора гидросульфита натрия и добавьте 1 каплю фильтрата. Размешайте стеклянной палочкой и наблюдайте появление кристаллов продукта присоединения гидросульфита натрия к пировиноградной кислоте. Поместите предметное стекло под микроскоп и рассмотрите форму кристаллов при увеличении в 120 раз.

Напишите уравнение реакции пировиноградной кислоты с гидросульфитом натрия.

Опыт 4. Свойства ацетоуксусного эфира

Опыт 4.1. Реакция ацетоуксусного эфира с раствором гидроксида натрия

В пробирку налейте 1 мл ацетоуксусного эфира и по каплям при встряхивании добавьте 2%-ный раствор гидроксида натрия до полного растворения ацетоуксусного эфира. Напишите схему таутомерных превращений ацетоуксусного эфира и уравнение реакции его с гидроксидом натрия. Какая форма ацетоуксусного эфира – кетонная или енольная – вступает в реакцию с гидроксидом натрия?

К полученному прозрачному раствору прилейте 10%-ный раствор соляной кислоты до кислой реакции по Конго. Ацетоуксусный эфир выделяется в виде маслянистого слоя. Напишите уравнение реакции.

Опыт 4.2. Получение натрийацетоуксусного эфира

В пробирку налейте 1 мл свежепрепегнанного ацетоуксусного эфира и бросьте в него небольшой кусочек (с четверть горошины) металлического натрия, очищенного от оксидной пленки и отжатого в фильтровальной бумаге. Когда весь натрий прореагирует, пробирку охладите в стакане с ледяной водой. В каком виде получается натрийацетоуксусный эфир?

Напишите уравнение реакции образования натрийацетоуксусного эфира.

Опыт 4.3. Реакция ацетоуксусного эфира с хлоридом железа (III) и бромом (кетто-енольная таутомерия ацетоуксусного эфира)

Растворите 1–2 капли ацетоуксусного эфира в 2 мл воды и прибавьте 1 каплю 2%-ного раствора хлорида железа (III). Какое окрашивание постепенно появляется? Чем это обусловлено? Добавьте несколько капель бромной воды. Что происходит? Добавьте повторно несколько капель бромной воды. Отметьте происходящие изменения. Объясните опыт. Напишите уравнение реакции ацетоуксусного эфира с бромом.

Опыт 4.4. Кетонное расщепление ацетоуксусного эфира

В пробирку налейте 1 мл ацетоуксусного эфира и 2 мл 10%-ного раствора серной кислоты. Пробирку закройте пробкой с изогнутой газоотводной трубкой, конец которой опустите в другую пробирку, содержащую 3 мл известковой воды. Реакционную смесь перемешайте встряхиванием и осторожно нагрейте до кипения. Что происходит? Выделяющийся газ пропустите через известковую воду? Происходит ли ее помутнение?

Затем отгоните несколько капель жидкости в пустую пробирку, охлаждаемую снаружи ледяной водой. Разделите содержимое на 2 пробирки.

К 1-ой пробирке добавьте 1 мл нитропруссид натрия. По образующейся окраске сделайте вывод о полученном веществе.

Во 2-ой пробирке проведите иодоформную пробу. Для чего добавьте в пробирку немного растертого в порошок иода и по каплям при встряхивании добавьте 10%-ный раствор гидроксида натрия до обесцвечивания иода. Происходит ли выпадение осадка?

Напишите уравнения реакций кетонного расщепления ацетоуксусного эфира и образования йодоформа из ацетона.

Лабораторная работа № 25

АМИНОКИСЛОТЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах аминокислот

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, штатив, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, пинцет, скальпель, фильтровальная бумага, стеклянные палочки, асбестовая сетка.

Реактивы: 0,1%-ный и конц. растворы соляной кислоты, индикаторы: Конго, метиловый красный, метиловый оранжевый, лакмус, фенолфталеин, 0,1%-ный и 10%-ный раствор гидроксида натрия, формалин, сульфат меди (крист.), 0,1%-ный раствор нингидрина в ацетоне, 5%-ный раствор нитрита натрия, азотная кислота (конц.), раствор аммиака (конц.), 10%-ный раствор ацетата свинца, 1%-ный раствор аланина, 1%-ный раствор тирозина, 1%-ный раствор глицина, 1%-ный раствор цистеина, (вместо аминокислот берем раствор белка: 1 часть белка + 9 частей воды), натрий (метал.), ϵ -капролактан, 25%-ный раствор серной кислоты, ацетон, кусочки ткани: шерсть, капрон, лавсан, нитрон.

Опыт 1. Амфотерные свойства α -аминокислот

В две пробирки поместите по 1 мл 1%-ного раствора аланина. В первую пробирку добавьте по каплям 0,1%-ную соляную кислоту, подкрашенную индикатором Конго в синий цвет, а во вторую пробирку добавьте по каплям 0,1%-ный раствор гидроксида натрия, подкрашенный фенолфталеином, до изменения окраски.

Напишите уравнения реакций аланина с соляной кислотой и с гидроксидом натрия. О чем свидетельствует изменение окраски индикатора в каждой из пробирок?

Опыт 2. Отношение α -аминокислот к индикаторам

В три пробирки налейте по 1 мл 1%-ного раствора глицина и добавьте по 2 капли растворов индикаторов: в одну пробирку – метилового оранжевого, в другую метилового красного, в третью – лакмуса.

Меняется ли окраска индикаторов? Объясните результаты опыта.

Опыт 3. Реакция α -аминокислот с формальдегидом

Эта реакция носит название формольного титрования (метод Серенсена) и используется в количественном анализе аминокислот.

В пробирку поместите 2–3 мл 1%-ного раствора глицина и добавьте 1 мл индикатора метилового красного. Какую окраску приобретает раствор? Этот индикатор применяют для обнаружения в растворах кислот: в кислой среде в интервале рН 4,2–6,2 желтая окраска индикатора меняется на красную. Водный раствор глицина имеет нейтральную реакцию.

Добавьте к раствору глицина равный объем формалина. Что происходит с окраской раствора? Сделайте вывод о рН среды.

Напишите уравнения реакций глицина с 1 моль формальдегида (образование N-монооксиметиламиноуксусной кислоты) и с 2 моль формальдегида (образование N, N-диоксидиметиламиноуксусной кислоты).

Опыт 4. Образование комплексных солей меди (II)

В пробирку поместите около 2 мл 1%-ного раствора глицина. Добавьте на кончике лопаточки сульфата меди (II) и смесь нагрейте при встряхивании. Через 2–3 мин пробирку поставьте в штатив. После отстаивания раствора отметьте его окраску.

Отлейте примерно 1 мл раствора и добавьте к нему 1–2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия. Выпадает ли осадок гидроксида меди (II)?

Напишите уравнение реакции образования комплексной медной соли глицина. Для каких классов соединений характерна подобная реакция с солями меди (II)?

Опыт 5. Реакция α -аминокислот с нингидрином

Реакция с нингидрином очень чувствительна. Ее применяют для качественного и количественного анализа α -аминокислот.

В пробирку поместите 2 мл 1%-ного раствора глицина и 2 капли 0,1%-ного раствора нингидрина. Содержимое пробирки нагрейте до появления окрашивания. Укажите цвет раствора.

Опыт 6. Реакция с азотистой кислотой

Аминокислоты, как и первичные амины, реагируют с азотистой кислотой с выделением азота. Эту реакцию используют для количественного определения аминокислот.

В пробирку поместите по 2 мл 1%-ного раствора глицина и 5%-ного раствора нитрита натрия. Добавьте 2 капли концентрированной соляной кислоты и осторожно взболтайте. Наблюдается выделение пузырьков газа.

Напишите уравнение реакции взаимодействия глицина с азотистой кислотой. Органические соединения каких классов будут мешать определению аминокислот этим методом?

Опыт 7. Ксантопротеиновая реакция

В пробирку поместите 2–3 мл 1%-ного раствора тирозина и 2 мл концентрированной азотной кислоты. Смесь нагрейте до изменения окраски. Пробирку охладите и добавьте концентрированный раствор аммиака или 10%-ный раствор гидроксида натрия до появления окрашивания. Отметьте цвет.

Напишите уравнение реакции взаимодействия тирозина с азотной кислотой. Какая аминокислота – тирозин или фенилаланин – легче вступает в данную реакцию? Почему при добавлении аммиака или щелочи происходит изменение окраски?

Опыт 8. Качественная реакция обнаружения цистеина

В пробирку поместите 2 мл 1%-ного раствора цистеина и 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия. Нагрейте смесь до кипения и добавьте 2 капли 10%-ного раствора ацетата свинца (II). Наблюдается выпадение осадка сульфида свинца (II). Отметьте цвет осадка.

Напишите уравнение реакции взаимодействия цистеина с ацетатом свинца (II).

Опыт 9. Полимеризация ϵ -капролактама (Тяга!)

В сухую пробирку поместите небольшой кусочек (размером с рисовое зернышко) металлического натрия, отжатого от керосина в фильтровальной бумаге и 2 г ϵ -капролактама. Пробирку с реакционной смесью нагрейте над пламенем спиртовки в течение 10–15 мин до образования вязкой расплавленной массы. В процессе нагревания реакционную смесь не перемешивайте, так как в противном случае продукт может окислиться. После остывания в пробирке образуется прозрачная твердая смола – поликапролактама.

Напишите схему полимеризации ϵ -капролактама.

Опыт 10. Свойства шерсти и синтетических волокон

В 4 пробирки налейте по 2 мл: концентрированной азотной кислоты, 25%-ного раствора серной кислоты, 10%-ного раствора гидроксида натрия, ацетона. В каждую пробирку поместите небольшой кусочек шерстяной ткани. Размешайте содержимое пробирок стеклянными палочками и оставьте в штативе. Через 2–3 мин отметьте изменения, которые произошли с образцами шерсти.

Опыт повторите, но вместо шерсти в пробирки внесите ткань из а) капрона, б) лавсана, в) нитрона.

Образцы ткани поместите на асбестовую сетку и осторожно нагрейте. Отметьте происходящие изменения, запах продуктов горения, характер пепла. Результаты опытов запишите в таблицу:

Ткань	Отношение к				
	HNO_3	H_2SO_4	NaOH	ацетону	нагреванию
Шерсть					
Капрон					
Нитрон					
Лавсан					

Лабораторная работа №26

ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах биологически важных гетероциклических соединений

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, стеклянная палочка, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, фарфоровая ступка, фарфоровая чашка, колба Вюрца, предметные стекла, микроскоп, песчаная баня.

Реактивы: антипирин, амидопирин, пиридин, 1%-ный раствор хлорида железа (III), 10%-ный раствор серной кислоты, 5%-ный раствор нитрита натрия, 10%-ный раствор аммиака, 1%-ный раствор нитрата серебра, пикриновая кислота, 1%-ный раствор сульфата меди, 5%-ный раствор танина, 2%-ный раствор перманганата калия, 5%-ный раствор карбоната натрия, мочевиная кислота (крист.), 10%-ный раствор гидроксида натрия, насыщ. раствор хлорида аммония, кофеин, теобромин, теофиллин, 5%-ный раствор хлорида кобальта (II), табак (махорка), 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина, 1%-ный раствор гидрохлорида хинина, раствор йода в иодиде калия, бромная вода, известь, соляная кислота (конц.), хинолин, иодистый метил, красная лакмусовая бумага.

Опыт 1. Качественные реакции обнаружения антипирина

В каждой из двух пробирок растворите несколько кристаллов антипирина в 1–2 мл воды. В первую пробирку добавьте 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III), во вторую – 1 каплю 10%-ного раствора серной кислоты и 1 каплю 5%-ного раствора нитрита натрия. В пробирках наблюдается характерное окрашивание. Отметьте какое.

Напишите уравнение реакции взаимодействия антипирина с азотистой кислотой.

Опыт 2. Качественные реакции обнаружения амидопирина

В каждой из трех пробирок растворите несколько кристаллов амидопирина в 2–3 мл воды. В первую пробирку добавьте 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III), во вторую – 1 каплю 10%-ного раствора серной кислоты и 1 каплю 5%-го раствора нитрита натрия, в третью – реактив, состоящий из 1 капли 1%-

ного раствора нитрата серебра и 3 каплю 10%-ного раствора аммиака (реактив предварительно приготовьте в отдельной пробирке). В первой и во второй пробирках появляется характерное окрашивание. Что происходит в 3-ей пробирке?

С помощью каких реагентов можно окислить амидопирин? Объясните, можно ли по результатам реакций с хлоридом железа (III) и азотистой кислотой отличить антипирин от амидопирина?

Опыт 3. Основные свойства пиридина

В пробирку налейте 1 мл пиридина и 5 мл воды. Пиридин хорошо растворяется в воде. Каплю полученного водного раствора пиридина нанесите на полоску красной лакмусовой бумаги. Что происходит? По окраске лакмусовой бумаги сделайте вывод о характере основных свойств пиридина.

К капле пиридина осторожно прибавьте концентрированную соляную кислоту. Что наблюдается? Добавьте в пробирку воду. Что происходит?

Напишите уравнение реакции пиридина с соляной кислотой.

Опыт 4. Цветная реакция с гидроксидом железа (III)

В пробирку налейте 1 мл водного раствора пиридина и добавьте 1 каплю 1%-ного раствора хлорида железа (III). Как окрашен выпавший осадок? Напишите уравнение реакции.

Опыт 5. Образование пикрата пиридина

В пробирку налейте 1 мл водного раствора пиридина и добавьте 2–3 мл насыщенного раствора пикриновой кислоты. Встряхивайте пробирку в течение 5–10 мин. Отметьте форму, образующихся кристаллов. Часть кристаллов поместите на предметное стекло и рассмотрите их форму под микроскопом.

Опыт 6. Образование комплексных солей

К 1 мл водного раствора пиридина осторожно по стенкам пробирки добавьте 1 каплю 1%-ного раствора сульфата меди. Сначала получается голубой осадок гидроксида меди (II), быстро растворяющийся с образованием комплексного соединения меди с пиридином. Отметьте цвет образующегося соединения.

Опыт 7. Образование четвертичных аммониевых солей пиридина

К нескольким каплям пиридина добавьте равный объем иодистого метила. Слегка нагрейте пробирку на водяной бане. Что происходит?

Напишите уравнение реакции взаимодействия пиридина с метилиодидом.

Опыт 8. Осаждение раствором танина

В пробирку поместите 2 мл водного раствора пиридина и добавьте 4–5 капель 5%-ного раствора танина. Отметьте окраску выпавшего осадка. Напишите уравнение реакции.

Опыт 9. Отношение пиридина к окислению

В пробирку поместите по 1 мл водного раствора пиридина, 2%-ного раствора перманганата калия и 5%-ного раствора карбоната натрия. Содержимое про-

бирки тщательно встряхните и нагрейте до кипения. Происходит ли обесцвечивание раствора перманганата калия?

Объясните устойчивость пиридина к окислению. Каким критериям ароматичности удовлетворяет молекула пиридина.

Опыт 10. Кислотные свойства мочевой кислоты

Трудно растворимые в воде моновалентная и аммониевые соли мочевой кислоты являются компонентами мочевых камней.

В пробирку поместите на кончике лопаточки мочевую кислоту и при встряхивании добавьте 5–6 капель воды. Мочевая кислота плохо растворяется в воде. К полученной взвеси добавьте 1 каплю 10%-ного раствора гидроксида натрия. Что происходит? Какое вещество образуется? К этому раствору добавьте 1 каплю насыщенного раствора хлорида аммония. Отметьте изменения.

Напишите уравнение реакции взаимодействия мочевой кислоты с гидроксидом натрия. Приведите строение образующегося при добавлении хлорида аммония нерастворимого вещества. Какая таутомерная форма мочевой кислоты принимает участие в образовании солей?

Опыт 11. Мурексидная проба

Небольшое количество мочевой кислоты (на кончике лопаточки) поместите в фарфоровую чашку и добавьте 2–3 капли концентрированной азотной кислоты (Тяга!). Осторожно упарьте полученную смесь досуха на песчаной бане или на сетке, нагревая пламенем спиртовки. После остывания образовавшегося желтовато-розового остатка прибавьте к одной части остатка каплю аммиака, а к другой – каплю гидроксида натрия. Отметьте окрашивание в обоих случаях.

Опыт 12. Качественная реакция обнаружения метилированных ксантинов

С помощью реакций с хлоридом кобальта (II) можно отличить кофеин, теобромин и теофиллин друг от друга. Эта качественная реакция внесена в ГФ и используется для анализа алкалоидов пуринового ряда.

Возьмите три пробирки. В первую поместите несколько кристалликов кофеина, во вторую – теобромину, в третью – теофиллина. В каждую пробирку добавьте 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия и встряхивайте в течение 2 мин, а затем внесите по 2 капли 5%-ного раствора хлорида кобальта (II). Отметьте окраску осадков, выпавших во второй и третьей пробирках.

Опыт 13. Получение раствора никотина из табака

Содержание в листьях табака никотина в виде соли с лимонной кислотой достигает 8%. Никотин применяют в сельском хозяйстве как инсектицид, в ветеринарии – при лечении чесотки. В медицине никотин из-за высокой токсичности (отравление при курении может наступить от 1–4 мг никотина) не используют, но он имеет практическое значение как исходное вещество для получения никотиновой кислоты и ее производных.

В фарфоровой ступке тщательно разотрите 5 г табака (махорки) с 1 г извести и 2 мл воды. Полученную кашицу перенесите в колбу Вюрца, добавьте 35–40 мл

воды и отгоните 15–20 мл жидкости. Отметьте характерный запах отгона (запах никотина). Полученный отгон используйте для проведения опытов 14 и 15.

Опыт 14. Основные свойства никотина

В пробирку к 2–3 каплям раствора никотина, полученного в опыте 12, добавьте 1 каплю 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Происходит изменение окраски индикатора.

Напишите уравнение реакции, доказывающей наличие у никотина основных свойств.

Опыт 15. Общие реакции на алкалоиды

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора гидрохлорида хинина и 5 капель воды. Возьмите два предметных стекла. На одно из них с помощью пипетки нанесите из пробирки трижды по 1 капле раствора гидрохлорида хинина, расположив их на некотором расстоянии друг от друга. На другое стекло таким же образом нанесите 1–2 капли водного раствора никотина, полученного в опыте 12. На каждом стекле рядом с первой каплей поместите 1 каплю раствора йода в иодиде калия, со второй – 1 каплю 5%-ного раствора танина, с третьей – 1 каплю насыщенного раствора пикриновой кислоты. В местах соприкосновения капель появляются кристаллы, имеющие характерную окраску. Какую? Часть кристаллов пикрата никотина перенесите на предметное стекло и рассмотрите их форму под микроскопом.

Опыт 16. Реакция обнаружения хинина

В результате окисления хинина бромной водой и последующей конденсации продукта окисления с аммиаком образуется талейохин, имеющий зеленую окраску. Эта реакция используется как качественная для обнаружения хинина и называется *талейохинной пробой*.

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора гидрохлорида хинина, добавьте 5 капель воды, 2 капли насыщенного раствора брома в воде, а затем 1 каплю 10%-ного раствора аммиака. Появляется интенсивное зеленое окрашивание.

Напишите уравнения протекающих реакций при добавлении к раствору гидрохлорида хинина бромной воды, а затем раствора гидроксида аммония. Чем обусловлено появление интенсивной окраски раствора?

Опыт 17. Основные свойства хинолина

При встряхивании налейте в пробирку 1 мл хинолина и 6 мл воды. Полного растворения не наблюдается. Прибавьте соляную кислоту, хинолин растворяется полностью. Затем прибавьте несколько капель раствора гидроксида натрия, при этом выделяется хинолин. Какие можно сделать выводы об основных свойствах хинолина?

Опыт 18. Образование пикрата хинолина

К 2 мл насыщенного раствора пикриновой кислоты прибавьте 0,5 мл раствора хинолина. Что наблюдается?

Опыт 19. Окисление хинолина

К 1 мл водного раствора хинолина прибавьте по 1 мл 2%-ного раствора перманганата калия и 5%-ного раствора карбоната натрия. Содержимое пробирки тщательно встряхните. Происходит ли обесцвечивание раствора и выпадение бурого осадка?

Опыт 20. Образование четвертичных аммониевых солей хинолина

В пробирку налейте несколько капель хинолина и осторожно при встряхивании добавьте равный объем иодистого метила. Что происходит? Если реакция долго не начинается, следует слегка нагреть пробирку на водяной бане.

Напишите уравнение реакции взаимодействия хинолина с метилиодидом.

Лабораторная работа №27

МОНОСАХАРИДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах углеводов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, вата, предметное стекло, аппарат Киппа, кипятильники.

Реактивы: 1%-ный, 3%-ный, 5%-ный и 20%-ный растворы D-глюкозы, 10%-ный и 30%-ный растворы гидроксида натрия, 2%-ный и 10%-ный растворы сульфата меди (II), 10%-ный раствор хлорида кальция, известковая вода, 5%-ный раствор нитрата серебра, 10%-ный раствор аммиака, 1%-ный раствор D-фруктозы, 10%-ный раствор серной кислоты, 1%-ный раствор резорцина, медно-аммиачный раствор, 2 н и конц. растворы соляной кислоты, реактив Фелинга, бромная вода, 10%-ный раствор формальдегида, фуксинсернистая кислота, раствор уксуснокислого фенолгидразина, 5%-ный раствор меда, этиловый спирт, 5%-ный раствор α -нафтола, анилинфталатный реактив, 1%-ный раствор и крист. арабиноза (или другая пентоза), анилин, уксусная кислота, орциновый реактив, амиловый спирт.

Опыт 1. Доказательство наличия диольного фрагмента в глюкозе

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора D-глюкозы, 6 капель 10%-ного раствора гидроксида натрия и добавьте 1 каплю 2%-ного раствора сульфата меди (II). Что происходит? Какое вещество образуется? Сохраните его для следующего опыта.

Эта реакция доказывает присутствие в молекуле глюкозы нескольких гидроксильных групп; она характерна для многоатомных спиртов. Опыт повторите, но вместо раствора глюкозы используйте 1%-ный раствор фруктозы.

Напишите уравнение реакции глюкозы с гидроксидом меди (II)

Опыт 2. Окисление глюкозы щелочным раствором гидроксида меди (II)

К 4–5 мл 3%-ного раствора глюкозы прилейте 2–3 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия и 0,5 мл 2%-ного раствора сульфата меди (II). Пробирку нагрейте. Опишите происходящие явления. Напишите уравнение реакции.

Опыт 3. Реакция моносахаридов с гидроксидом кальция

К 2 мл 20%-ного раствора глюкозы добавьте по каплям при встряхивании известковое молоко. Что происходит? Прибавьте избыток взмученного известкового молока: в пробирке должен быть осадок, не исчезающий при встряхивании. Через 5 мин отфильтруйте 1 мл раствора и через прозрачный фильтрат пропустите медленный ток оксида углерода (IV) из аппарата Киппа. Что образуется? Что происходит при длительном пропускании оксида углерода (IV)? С чем это связано?

Напишите уравнения следующих реакций: образования глюкозата кальция и взаимодействия его с оксидом углерода (IV).

Опыт 4. Окисление моносахаридов гидроксидом меди (II) в щелочной среде

Эта реакция называется *пробой Троммера* и используется для открытия и количественного определения моносахаридов в растворах, в том числе и в биологических жидкостях.

В пробирке смешайте 4 мл 1%-ного раствора глюкозы и 1 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. Затем по каплям при встряхивании добавьте 5%-ный раствор сульфата меди до появления не исчезающей при встряхивании мути. Избыток гидроксида меди (II) мешает реакции, так как при нагревании он теряет воду и превращается в оксид меди SiO черного цвета. Если же гидроксида меди (II) слишком мало, то не связанная им глюкоза при нагревании осмоляется, продукты осмоления темного цвета также маскируют реакцию.

Содержимое пробирки нагрейте до начинающегося кипения, так чтобы нагревалась лишь верхняя часть раствора, а нижняя оставалась для контроля. Что наблюдается в нагретой части раствора?

Опыт повторите, но вместо раствора глюкозы возьмите 1%-ный раствор фруктозы.

В условиях опыта одинаково легко окисляются гидроксидом меди (II) и альдозы (глюкоза), и кетозы (фруктоза). Чем это можно объяснить?

Напишите уравнение реакции окисления глюкозы в глюконовую кислоту гидроксидом меди (II).

Опыт 5. Окисление моносахаридов реактивом Фелинга

Налейте в две пробирки по 1,5–2 мл растворов моносахаридов: в одну пробирку – 1%-ный раствор глюкозы, в другую – 1%-ный раствор фруктозы. Затем в каждую пробирку добавьте равный объем реактива Фелинга, содержимое пробирок перемешайте и нагрейте верхнюю часть раствора до начинающегося кипения. Что наблюдается в верхней части жидкости в обеих пробирках? Что происходит с нижней частью раствора?

Реактивом Фелинга пользоваться удобнее, чем гидроксидом меди (II), так как при нагревании смеси его с раствором моносахарида не происходит образования черного осадка оксида меди (II), маскирующего красный цвет осадка оксида меди (I). Реакция с фелинговой жидкостью протекает быстрее и более четко. Этой реакцией широко пользуются для качественного и количественного

анализа моносахаридов и для отличия восстанавливающих дисахаридов от невосстанавливающихся.

Что такое реактив Фелинга? Какое строение имеет этот реактив и как его готовят? Напишите уравнение реакции окисления глюкозы в глюконовую кислоту реактивом Фелинга.

Опыт 6. Окисление моносахаридов аммиачным раствором оксида серебра (реакция серебряного зеркала)

Сначала приготовьте аммиачный раствор гидроксида серебра. Для этого возьмите две пробирки и в каждую из них поместите 1 каплю 5%-ного раствора нитрата серебра, 2 капли 10%-ного раствора гидроксида натрия и 3–4 капли 10%-ного раствора аммиака до растворения образовавшегося осадка гидроксида серебра. Полученный раствор называется реактивом Толленса.

В первую пробирку добавьте 1 каплю 1%-ного раствора D-глюкозы, во вторую – 1 каплю 1%-ного раствора D-фруктозы. Обе пробирки нагрейте 5–10 мин в водяной бане нагретой до 70–80°C. Отметьте изменения, происходящие в пробирках. Сделайте вывод о протекании реакции. Во время нагревания пробирки нельзя встряхивать, иначе металлическое серебро выделится не на стенках пробирок, а в виде темного осадка. Чтобы получить хорошее зеркало, в пробирках предварительно кипятят 10%-ный раствор гидроксида натрия, затем их споласкивают дистиллированной водой.

При окислении моносахаридов в щелочной среде получается смесь продуктов, образующихся при глубоком расщеплении их молекул. Среди продуктов окисления глюкозы найдена и альдоновая (одноосновная) глюконовая кислота.

Напишите уравнения реакций: образования аммиачного раствора гидроксида серебра и окисления D-глюкозы до D-глюконовой кислоты аммиачным раствором гидроксида серебра.

Опыт 7. Окисление моносахаридов бромной водой. (Тяга!)

В две пробирки налейте по 3 мл бромной воды и добавьте по 0,5 мл 3%-ных растворов моносахаридов: в одну – глюкозу, в другую – фруктозу. Пробирки нагрейте в кипящей водяной бане в течение 15 мин. Если бурая окраска брома за это время не исчезнет, реакционные смеси кипятите до обесцвечивания на пламени спиртовки. После охлаждения к растворам добавьте по несколько капель 1%-ного раствора хлорида железа (III), окрашенного фенолом в фиолетовый цвет. Сравните окраску растворов в обеих пробирках.

Напишите уравнение реакции окисления глюкозы бромом в глюконовую кислоту. Какой моносахарид – глюкоза или фруктоза – легче окисляется в условиях опыта?

Опыт 8. Реакции фуксинсернистой кислоты с формальдегидом и глюкозой

В две пробирки налейте по 1,5 мл раствора фуксинсернистой кислоты. В одну пробирку прилейте 1,5 мл 10%-ного раствора формальдегида, в другую —

1,5 мл 10%-ного раствора глюкозы. Содержимое пробирок перемешайте. Отметьте изменения, происходящие в пробирках.

Почему глюкоза (и другие моносахариды) не дает некоторых реакций на карбонильные группы? Например, она не реагирует с фуксинсернистой кислотой и с гидросульфитом натрия.

Опыт 9. Получение озаонов

Смешайте в пробирке 2,5 мл 5%-ного раствора глюкозы и 2,5 мл раствора уксуснокислого фенилгидразина. Пробирку с реакционной смесью поместите на 20–30 мин в кипящую водяную баню. Выпадает осадок глюкозона, при встряхивании и охлаждении реакционной смеси количество осадка увеличивается. Каплю жидкости с осадком перенесите пипеткой на предметное стекло и рас-



Рис. 54. Кристаллы озаона глюкозы.

смотрите форму кристаллов глюкозона под микроскопом. Кристаллы имеют форму иголок, соединенных в снопы (рис 2). Уксуснокислый фенилгидразин легко гидролизуется так, что реакцию в глюкозой вступает свободный фенилгидразин.

Напишите уравнения следующих реакций: гидролиз уксуснокислого фенилгидразина, взаимодействие глюкозы с избытком фенилгидразина (три стадии). Какие гексозы дают такой же фенилозона, как и глюкоза?

Опыт 10. Осмоление моносахаридов

В пробирке смешайте 1мл 5% раствора глюкозы и 1 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия, внесите в смесь кипятыльники и кипятите ее в течение 2–3 мин. При выполнении опыта необходимо соблюдать осторожность: реакционная смесь кипит толчками, ее может выбросить из пробирки. Какой цвет приобретает жидкость в процессе кипячения? После охлаждения подкислите реакционную смесь 10%-ным раствором серной кислоты. Что происходит? Отметьте запах.

При нагревании с концентрированным раствором щелочи моносахариды осмоляются и окисляются, образуется сложная смесь веществ. В ней содержатся продукты полимеризации и конденсации соединений, получающихся при распаде моноз, а также найдены молочная и муравьиная кислоты. Продукты осмоления содержат свободные гидроксильные группы, этим объясняется их растворимость в воде.

Опыт 11. Реакция Селиванова на кетогексозы

В две пробирки налейте по 1 мл 1%-ного раствора резорцина и концентрированной соляной кислоты, затем в одну пробирку прибавьте 2 капли 1%-ного раствора фруктозы, а в другую – 2 капли 1%-ного раствора глюкозы. Обе пробирки одновременно поместите в водяную баню с температурой воды 80°C и выдержите при этой температуре в течение 8 мин. Сравните окраску растворов в пробирках с глюкозой и с фруктозой. Объясните опыт.

Опыт 12. Обнаружение фруктозы в меде

Повторите опыт 11, но вместо раствора фруктозы возьмите 5%-ный раствор меда. Что происходит?

Опыт 13. Реакция Панова на фруктозу

Опыт проводят параллельно с растворами фруктозы и глюкозы.

В две пробирки налейте по 0,5 мл 3%-ных растворов моноз и по 5 мл смеси этилового спирта с концентрированной серной кислотой. Затем в пробирки налейте по 2–3 капли 5%-ного спиртового раствора α -нафтола. Жидкости перемешайте и нагрейте в кипящей водяной бане в течении 5–8 мин. В какой пробирке появляется окрашивание?

Опыт 14. Цветная реакция с анилинфталатом

В пробирку налейте 1 мл 1%-ного раствора глюкозы и добавьте 2 капли анилинфталатного реактива. Смесь встряхните и нагрейте на кипящей водяной бане. Через 3–5 мин отметьте окраску раствора. Реакцию повторите с 1%-ным раствором арабинозы (или другой пентозы). Отметьте, какую окраску дают альдопентозы.

Опыт 15. Реакция на пентозы с уксуснокислым анилином

В пробирку поместите несколько крупинок арабинозы (или другой пентозы) и прилейте 2 мл раствора соляной кислоты. На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли анилина и 1–2 капли уксусной кислоты. Затем эту бумажку поднесите к отверстию пробирки со смесью арабинозы с соляной кислотой и погрейте реакционную смесь. Что происходит с бумажкой?

При нагревании пентоз с соляной кислотой происходит их дегидратация и образование фурфурола. Фурфурол конденсируется с анилином, образуя окрашенные соединения.

Напишите уравнение реакции дегидратации (образование фурфурола) L-арабинозы.

Опыт 16. Открытие пентоз орциновым реактивом (реакция Биаля)

Смешайте в пробирке 1 мл 0,1%-ного раствора арабинозы с 2 мл орцинового реактива. Смесь прокипятите 1–2 мин. Что наблюдается? После охлаждения в пробирку добавьте 0,5 мл амилового спирта и энергично встряхните содержимое пробирки. Окрашенные вещества экстрагируются амиловым спиртом.

При нагревании в кислой среде пентозы дегидратируются и превращаются в фурфурол, который конденсируется с орцином (5-метилрезорцином) в присутствии следов хлорида железа (III). Продукты конденсации окрашены. Гексозы (глюкоза, фруктоза и др.) с орциновым реактивом дают коричневое окрашивание.

Опыт 17. Реакция на пентозы с уксуснокислым анилином

В пробирку поместите несколько крупинок арабинозы (или другой пентозы) и прилейте 2 мл раствора соляной кислоты (1:1). На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли анилина и 1–2 капли уксусной кислоты. Затем эту

бумажку поднесите к отверстию пробирки со смесью арабинозы с соляной кислотой и прокипятите реакционную смесь. Отметьте окрашивание, которое по-является через 1–2 мин.

При нагревании пентоз с соляной кислотой происходит их дегидратация и образование фурфурола. Фурфурол конденсируется с анилином, образуя окрашенные соединения.

Лабораторная работа №28

ДИ- и ПОЛИСАХАРИДЫ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах углеводов

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, штатив для пробирок, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, вата, стаканы или колбы (25, 50 мл), мерные цилиндры, химические воронки, стеклянные палочки, фильтровальная бумага, предметные стекла, микроскоп, фарфоровые чашки.

Реактивы: 1%-ный, 10%-ный и 20%-ный растворы сахарозы, 1%-ный и 5%-ный растворы лактозы (или мальтозы), известковое молоко (свежеприготовленное), 5%-ный, 10%-ный и 40%-ный растворы гидроксида натрия, 5%-ный раствор сульфата меди, лактоза (безводная), ацетат натрия (безводный), реактив Фелинга, уксусная кислота, молоко разбавленное водой в объемном соотношении 1:1, раствор уксуснокислого фенолгидразина, 5%-ный раствор сульфата никеля, 5%-ный раствор сульфата кобальта, крахмал (или целлюлоза), сахароза (или глюкоза), 15%-ный спиртовый раствор α -нафтола, 10%-ный, 25%-ный, 80%-ный и конц. растворы серной кислоты, конц. азотная кислота, 1%-ный крахмальный клейстер, 1%-ный раствор гликогена, разбавленный раствор иода в иодиде калия (светло-желтого цвета), медно-аммиачный раствор (реактив Швейцера), анилин, ацетон, 5%-ный раствор аммиака, фенолфталеиновая индикаторная бумага, древесные опилки, волокна: вискозное, ацетатное, хлопковое (вата).

Опыт 1. Получение сахара кальция

В небольшой стакан (25–50 мл) налейте 5–7 мл 20%-ного раствора сахарозы и по каплям при перемешивании добавьте свежеприготовленное известковое молоко. Гидроксид кальция растворяется в растворе сахарозы. Затем прилейте избыток известкового молока (3–4 мл), перемешайте реакционную смесь стеклянной палочкой и оставьте ее на 5–7 мин. Затем отфильтруйте в пробирку раствор, в котором содержатся растворимые на холоде сахара кальция. Нагрейте фильтр до кипения. Что при этом происходит?

Охладите реакционную смесь в стакане с ледяной водой. Что происходит? Способность сахарозы давать растворимые сахара кальция используется в промышленности для очистки сахара при выделении его из сахарной свеклы.

Опыт 2. Реакция дисахаридов с гидроксидом меди (II) в щелочном растворе

В пробирке смешайте 1,5 мл 1%-ного раствора сахарозы и 1,5 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. В другой пробирке смешайте такие же количества 1%-ного раствора лактозы (или мальтозы) и 10%-ного раствора щелочи. Затем в каждую пробирку по каплям добавьте 5%-ный раствор сульфата меди. Образующийся вначале бледно-голубой осадок гидроксида меди (II) при встряхивании растворяется. Какую окраску приобретают растворы? С чем это связано?

Напишите уравнение реакции образования моносахарата меди (II), получившегося при взаимодействии сахарозы с гидроксидом меди (II). Какой вывод можно сделать из этого опыта?

Опыт 3. Реакция дисахаридов с реактивом Фелинга

В три пробирки налейте по 1,5–2 мл 1%-ных растворов сахарозы, мальтозы и лактозы. Затем в каждую пробирку добавьте равный объем реактива Фелинга. Жидкости перемешайте и нагрейте в пламени спиртовки верхнюю часть растворов до начинающегося кипения. Нижняя часть растворов не должна нагреваться.

Во всех ли пробирках появляется красный осадок оксида меди (I)? Объясните результаты опыта. Напишите уравнения реакций с гидроксидом меди (II) для тех дисахаридов, которые дают положительную реакцию с реактивом Фелинга.

Опыт 4. Обнаружение лактозы в молоке

В небольшой химический стакан емкостью 25 мл налейте 5–7 мл молока, разбавленного водой (1:1), и добавьте к нему несколько капель уксусной кислоты при перемешивании смеси стеклянной палочкой. В кислой среде белок свертывается и выпадает в виде хлопьев.

Осадок отфильтруйте и отбросьте. Фильтрат нейтрализуйте 10%-ным раствором гидроксида натрия до слабощелочной реакции по индикаторной фенолфталеиновой бумажке. Раствор щелочи добавляйте по каплям при перемешивании жидкости стеклянной палочкой. Отлейте 2 мл полученного щелочного раствора и добавьте к нему 2 мл реактива Фелинга. Смесь перемешайте и нагрейте верхнюю часть раствора до начинающегося кипения.

Меняется ли окраска раствора? Объясните опыт и напишите уравнение реакции.

Опыт 5. Получение озаонов мальтозы и лактозы

В две пробирки налейте по 2,5 мл 1%-ных растворов мальтозы и лактозы. В каждую пробирку добавьте по 2,5 мл раствора уксуснокислого фенилгидразина. Пробирки с реакционной смесью поместите на 20–30 мин в кипящую водяную баню. Выпадают осадки озаонов. Кристаллы озаонов мальтозы и лактозы рассмотрите в микроскоп. Какую форму имеют кристаллы озаона мальтозы и озаона лактозы? Форму кристаллов зарисуйте.

Напишите уравнения реакций образования озаонов мальтозы и лактозы.

Опыт 6. Осмоление восстанавливающих дисахаридов

В три пробирки налейте по 1,5 мл 1%-ных растворов мальтозы, лактозы, сахарозы. В каждую пробирку добавьте равный объем 40%-ного раствора гидроксида натрия, внесите кипятивильники и затем прокипятите полученные растворы в течение нескольких минут. (*Осторожно, щелочные жидкости кипят толчками!*). Отметьте, как меняется окраска в пробирках с восстанавливающими дисахаридами (мальтозой и лактозой) и с невосстанавливающим дисахаридом (сахарозой).

При нагревании восстанавливающих дисахаридов с концентрированным раствором щелочи образуется сложная смесь продуктов – происходит осмоление.

Опыт 7. Отсутствие восстановительной способности у сахарозы

В пробирку поместите 1 каплю 1%-ного раствора сахарозы и 6 капель 10%-ного раствора гидроксида натрия. Смесь разбавьте 5–6 каплями воды и добавьте 1 каплю 2%-ного раствора сульфата меди (II). Образуется прозрачный раствор комплексной соли меди (II) с сахарозой. Какую окраску имеет раствор?

Разделите раствор по двум пробиркам. Одну из них нагрейте до кипения, но не кипятите. Происходит ли изменение окраски раствора (сравните с пробиркой, которую не нагревали)?

Опыт 8. Реакции сахарозы с сульфатами никеля и кобальта

В две пробирки налейте по 3 мл 10%-ного раствора сахарозы и по 1 мл 5%-ного раствора гидроксида натрия. Затем в одну пробирку добавьте несколько капель 5%-ного раствора сульфата кобальта, в другую – несколько капель 5%-ного раствора сульфата никеля. Отметьте изменение окраски в обеих пробирках.

Опыт 9. Реакция углеводов с α -нафтолом (реакция Молиша)

В две пробирки налейте по 1 мл воды и внесите небольшое количество углеводов: в одну пробирку – сахарозу (или глюкозу), в другую – крахмал (или целлюлозу). Затем в каждую пробирку добавьте по 1–2 капли 15%-ного спиртового раствора α -нафтола и, наклонив пробирку, по стенкам из пипетки осторожно прилейте по 1 мл концентрированной серной кислоты. Образуются два слоя: внизу – серная кислота, сверху – водный слой. Что наблюдается через некоторое время на границе двух слоев? Отметьте происходящие изменения.

Реакция с α -нафтолом – качественная реакция на углеводы. При взаимодействии с концентрированной серной кислотой углеводы разлагаются, наряду с другими продуктами разложения образуется фурфурол и его производные; они конденсируются с α -нафтолом с образованием окрашенных продуктов.

Напишите уравнение реакции дегидратации D-глюкозы (образование оксиметилфурфуrolа).

Опыт 10. Реакция высших полисахаридов с реактивом Фелинга

В две пробирки налейте по 1–1,5 мл 1%-ного крахмального клейстера и 1%-ного раствора гликогена. В каждую пробирку добавьте равный объем реактива

Фелинга. Жидкости перемешайте и нагрейте верхнюю часть растворов до начинающегося кипения.

Изменяется ли окраска растворов? Объясните опыт.

Опыт 11. Реакция на пентозаны (Тяга!)

В пробирку внесите сухие древесные опилки (высота слоя 1 см) и добавьте соляную кислоту (1:1) в таком количестве, чтобы она покрыла опилки. На полоску фильтровальной бумаги нанесите 1–2 капли анилина и 1–2 капли ледяной уксусной кислоты (в то же пятно). Смоченную уксуснокислым анилином фильтровальную бумагу поднесите к отверстию пробирки и прокипятите смесь опилок с соляной кислотой. Как окрашивает фильтровальную бумагу фурфурол, содержащийся в выделяющихся парах?

Опыт 12. Реакция с иодом

В две пробирки налейте по 1 мл 1%-ного крахмального клейстера и 1%-ного раствора гликогена. Затем в каждую пробирку добавьте по несколько капель сильно разбавленного водой раствора иода в иодиде калия. Что наблюдается в пробирке с крахмалом? Нагрейте пробирку и отметьте изменение окраски. Охладите пробирку и опять проследите за изменением окраски. Какую окраску имеет пробирка с гликогеном?

Иодкрахмальная реакция применяется в аналитической химии для открытия как крахмала, так и иода. Крахмал широко применяется в качестве индикатора в иодометрии.

Опыт 13. Кислотный гидролиз крахмала

В коническую колбу емкостью 50 мл налейте 20–25 мл 1%-ного крахмального клейстера и 3–5 мл 15%-ного раствора серной кислоты. В 7–8 пробирок налейте по 1 мл сильно разбавленного водой раствора иода в иодиде калия (светло-желтого цвета). Пробирки поставьте в штатив. В первую пробирку внесите 1–3 капли подготовленного для опыта раствора крахмала. Отметьте образовавшуюся окраску. Затем колбу нагрейте на асбестовой сетке небольшим пламенем спиртовки. Через 30 сек после начала кипения отберите пипеткой вторую пробу раствора, которую внесите во вторую пробирку с раствором иода. После встряхивания отметьте цвет раствора. В дальнейшем отбирайте пробы раствора через каждые 30 сек и вносите их в последующие пробирки с раствором иода. Отметьте постепенное изменение окраски растворов при реакции с иодом.

После того как реакционная смесь перестанет давать окраску с иодом, смесь прокипятите еще 2–3 мин, после чего ее охладите и нейтрализуйте 10%-ным раствором гидроксида натрия, добавляя его по каплям до щелочной реакции среды (появления розовой окраски на фенол-фталеиновой бумаге).

Часть щелочного раствора перелейте в пробирку, смешайте с равным объемом реактива Фелинга и нагрейте верхнюю часть жидкости до начинающегося кипения.

Выпадает ли красный осадок оксида меди (I)? Напишите уравнение реакции гидролиза крахмала, укажите промежуточные и конечные продукты. Объясните, почему в процессе гидролиза изменяется окраска гидролизата с иодом.

Опыт 14. Растворение целлюлозы в реактиве Швейцера

В пробирку налейте 5 мл медно-аммиачного раствора (реактива Швейцера), опустите в него очень маленький кусочек ваты (целлюлозы) и тщательно перемешайте содержимое пробирки стеклянной палочкой до полного растворения ваты. Получается вязкая прозрачная жидкость. Отметьте ее цвет. Вылейте ее тонкой струей в стакан, содержащий около 100 мл теплой воды, подкисленной 2–3 мл концентрированной серной кислоты. В виде чего выделяется целлюлоза из раствора?

Способностью целлюлозы растворяться в реактиве Швейцера пользуются при производстве медно-аммиачного искусственного шелка.

Опыт 15. Получение растительного пергамента (амилоида)

В три фарфоровые чашки налейте: в первую – 80%-ный раствор серной кислоты, во вторую – дистиллированную воду, в третью – 5%-ный раствор аммиака. В раствор серной кислоты опустите на 8–10 сек среднюю часть полоски фильтровальной бумаги (10×3 см), сухие концы бумаги держите в руках. Избыток кислоты быстро слейте в ту же фарфоровую чашку, промойте участок бумаги, обработанный кислотой, в воде, налитой во вторую чашку. Затем нейтрализуйте остатки кислоты разбавленным аммиаком. Просушите полученный пергамент между листами фильтровальной бумаги и сравните вид и прочность обработанного кислотой участка бумаги с необработанным. Нанесите каплю разбавленного раствора иода на обработанный кислотой участок бумаги. Какая получается окраска?

Опыт 16. Реакция целлюлозы со щелочью

В небольшой стакан налейте 40%-ный раствор гидроксида натрия и опустите в него полоску фильтровальной бумаги. Вторую полоску такого же размера опустите в стакан с водой (контрольный образец). Через 5–7 мин полоски бумаги выньте. Образец, который был в воде, отожмите в фильтровальной бумаге. Второй образец – из стакана с раствором гидроксида натрия – промойте водой (в стакане или фарфоровой чашке), затем 10%-ным раствором соляной кислоты и снова водой. Промытую полоску отожмите в фильтровальной бумаге. Когда обе бумажки высохнут, сравните их длину и плотность.

При обработке целлюлозы концентрированными растворами щелочей образуется «щелочная целлюлоза». В растворе щелочи целлюлоза сильно набухает, ее волокна становятся толще и короче. Что произошло с обработанной щелочью целлюлозой по сравнению с контрольной?

Опыт 17. Некоторые свойства хлопкового и искусственных волокон

Налейте в 4 пробирки по 1,5–2 мл: концентрированной азотной кислоты, 25%-ного раствора серной кислоты, 10%-ного раствора гидроксида натрия, ацетона. В каждую пробирку опустите небольшой кусочек вискозного волокна (или ткани). Размешайте содержимое пробирки стеклянной палочкой в течение 2–3 мин. Результаты опыта запишите в таблицу.

Опыт повторите с образцами ацетатного и хлопкового волокна.

Для определения отношения волокон к нагреванию поместите образцы исследуемых волокон на асбестовую сетку и подожгите их лучинкой. Результаты исследований запишите в таблицу:

Волокно	Отношение к действию				Характер горения
	HNO ₃ конц.	25% H ₂ SO ₄	10% NaOH	ацетона	
Хлопковое					
Вискозное					
Ацетатное					

Лабораторная работа № 29

ДИАЗО- и АЗОСОЕДИНЕНИЯ

Цель: Закрепить представление о химических свойствах диазо- и азосоединений

Приборы, оборудование, химическая посуда: пробирки, пипетки, лопаточки, спиртовка, держатель для пробирок, водяная баня, плоскодонные колбы (50 мл), стаканы (50 мл), мерные цилиндры, лед, термометр, фарфоровая чашка, кусочки белой ткани – шерстяной, шелковой, хлопчатобумажной.

Реактивы: анилин, *n*-толуидин, *m*-нитроанилин, 30%-ный раствор и кристалл. нитрит натрия, 5 н раствор и конц. серная кислота, 2 н раствор и конц. соляная кислота, иодкрахмальная бумага, 2%-ный раствор β -нафтола, 1 н раствор гидроксида натрия, метиловый оранжевый, 2 н раствор ацетата натрия, этиловый спирт.

Опыт 1. Диазотирование анилина

В небольшой конической колбе к 10 мл воды постепенно прилейте 3 мл концентрированной серной кислоты. К полученному раствору добавьте 2 мл анилина, при этом анилин должен раствориться, превращаясь в соль. Реакционную массу охладите, к выпавшей соли анилина добавьте кусочек льда и при перемешивании по каплям добавьте 5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия. Температура смеси не должна быть выше 5°C. Постепенно происходит растворение соли анилина и образование прозрачного раствора. После прибавления $\frac{2}{3}$ объема раствора нитрита натрия смесь при охлаждении оставьте на 1–2 мин и затем стеклянной палочкой отберите пробу реакционной массы и поместите ее на иодкрахмальную бумагу. Если бумага при этом не синее, то добавьте еще раствор нитрита натрия, после чего опять сделайте иодкрахмальную пробу. Диазотирование прекратите, если иодкрахмальная проба показывает присутствие в реакционной смеси азотистой кислоты (посинение бумаги), не исчезающей после стояния смеси при перемешивании в течение нескольких минут.

Напишите уравнения реакции диазотирования анилина.

Опыт 2. Диазотирование *m*-нитроанилина

В стакане на 25 мл растворите 2 г *m*-нитроанилина в смеси 3 мл концентрированной серной кислоты и 5 мл воды при нагревании. Затем полученный рас-

твор охладите во льду до 3–5°C. К выпавшему сульфату анилина прибавьте кусочек льда и прилейте постепенно при перемешивании в течение 4–5 мин 3,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия, проверяя при этом по конго кислотность среды. Смесь оставьте на 10 мин, а затем пробой с иодкрахмальной бумагой проверьте присутствие свободной азотистой кислоты. Для этого каплю раствора поместите на иодкрахмальную бумагу. Если она синее, то диазотирование заканчивайте.

Напишите уравнения реакции диазотирования м-нитроанилина.

Опыт 3. Диазотирование п-толуидина

В стакане смешайте 3 мл концентрированной соляной кислоты с 7 мл воды. К полученному раствору добавьте 1,5 г п-толуидина и нагрейте до полного растворения. Затем смесь охладите во льду, в стакан добавьте кусочек льда и при перемешивании по каплям прибавьте 2,5 мл 30%-ного раствора нитрита натрия. После приливания $\frac{1}{2}$ объема раствора нитрита натрия проверьте кислотность раствора по конго. Для этого стеклянной палочкой возьмите пробу из реакционной смеси и нанесите ее на иодкрахмальную бумагу. Если на бумаге не появляется сразу синее пятно, то продолжите прикапывать раствор нитрита натрия. Затем смесь оставьте при охлаждении на 10 мин, после чего проверьте конец диазотирования по иодкрахмальной бумаге. Посинение бумаги свидетельствует об окончании диазотирования.

Напишите уравнения реакции диазотирования п-толуидина.

Опыт 4. Получение красителя анилинового желтого

В одном стакане растворите 2 г нитрита натрия в 10 мл воды, в другом – 0,5 мл анилина в 5 мл спирта. Оба стакана охладите в бане со льдом.

В колбе смешайте 0,5 мл анилина с 2 мл концентрированной соляной кислоты. Образуется кристаллический белый гидрохлорид анилина. Добавьте к нему воду до полного растворения (приблизительно 10 мл). При непрерывном охлаждении и перемешивании медленно прилейте в колбу водный раствор нитрита натрия, через 2-3 мин добавьте приготовленный спиртовой раствор анилина. Образуется осадок – при тщательном охлаждении реакционной массы – желтого цвета.

Опыт 5. Получение красителя п-нитроанилинового красного

В начале необходимо приготовить раствор п-нитрофенилдиазоний хлорида (один на группу). Для этого в стакане на 250 мл растворите при нагревании 7 г п-нитроанилина в 12,5 мл концентрированной соляной кислоты и 150 мл воды. Раствор охладите до 0°C в воде со льдом и затем быстро, при энергичном перемешивании прилейте к нему охлажденный раствор 3,5 г нитрита натрия в 20 мл воды. Реакционную смесь оставьте в ледяной воде на 30–40 мин. Раствор диазотированного пара-нитроанилина (желтого цвета) должен быть прозрачным.

Затем в стакан поместите 12 мл охлажденного раствора п-нитрофенилдиазоний хлорида и добавьте 1 г ацетата натрия в 4 мл воды. Во втором стакане растворите 0,5 г β-нафтола в минимальном объеме 10%-ного раствора гидро-

ксида натрия. К раствору соли диазония прибавьте приготовленный щелочной раствор β -нафтола. Выпавший краситель отфильтруйте.

Напишите уравнение реакции диазотирования п-нитроанилина и реакции азосочетания с β -нафтолом.

Опыт 6. Крашение азокрасителями

Растворите 0,1 г метилового оранжевого в 50 мл воды. Раствор разлейте в 2 стакана. В один из них добавьте 5 мл 5 н раствора серной кислоты. Затем в оба стакана опустите кусочки белой шерстяной (или шелковой) ткани. Растворы с тканью прокипятите 5 мин. Затем ткань выньте, промойте водой, отожмите и высушите на воздухе. Обратите внимание на различие в интенсивности окраски кусочков ткани.

Приложение

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

Анилифталатный реактив. Смесь 1 мл свежеперегнанного анилина, 100 мл насыщенной водой бутанола и 1,5 г фталевой кислоты нагревают на водяной бане до полного растворения. Реактив хранят в склянке из темного стекла.

Медно-аммиачный реактив (реактив Швейцера). 10 г кристаллического сульфата меди растворяют в 200 мл воды и приливают 100 мл 2 н раствора гидроксида натрия. Осадок гидроксида меди промывают водой (декантацией) до удаления ионов SO_4^{2-} , после чего отсасывают на воронке Бюхнера. Полученный осадок $\text{Cu}(\text{OH})_2$ растворяют в 25%-ном растворе аммиака. Аммиак приливают постепенно при постоянном перемешивании содержимого колбы; на дне колбы должно остаться немного осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Раствору дают отстояться, затем сливают его декантацией или отфильтровывают через стеклянный фильтр. Хранят реактив в плотно закрытой склянке.

Метилловый красный. 1 г красителя растворяют в 300 мл этилового спирта, затем добавляют воду до 500 мл. Получают 0,2%-ный раствор индикатора. Переход красного цвета к желтому происходит при pH 4,2-6,2.

Орциновый реактив. 1 г орцина растворяют в 500 мл 25%-ного раствора соляной кислоты и добавляют 20 капель 3%-ного раствора хлорида железа (III).

Раствор иода в иодиде калия (раствор Люголя). 60 г иодида калия растворяют в 60 мл воды. К полученному раствору прибавляют 20 г иода. После растворения иода добавляют воду до 1 л.

Раствор Конго красного. Растворяют 1 г Конго красного, 1 г карбоната натрия и 10 г сульфата натрия в 400 мл воды.

Реактив Лукаса. 110 г безводного хлорида цинка растворяют в 100 мл концентрированной соляной кислоты. (Тяга!)

Реактив Селиванова. 50 мл концентрированной соляной кислоты смешивают с 50 мл воды. В 100 мл полученного раствора растворяют 0,5 г резорцина.

Реактив Толленса. К 20 мл 5%-ного раствора нитрата серебра прибавляют 10 мл 10%-ного раствора гидроксида натрия. К выпавшему осадку оксида серебра добавляют 5 мл разбавленного раствора аммиака (10 мл концентрированного раствора аммиака разбавляют 100 мл воды). Колбу закрывают пробкой и встряхивают. Повторяют опе-

рацию до полного растворения осадка, избегая избытка аммиака. Затем добавляют воду до объема 100 мл.

Реактив Фелинга. Готовят два раствора: а) 34,6 г кристаллического сульфата меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 500 мл раствора; б) 173 г сегнетовой соли (смешанной натриево-калиевой соли винной кислоты), 70 г гидроксида натрия в 500 мл раствора. Перед употреблением смешивают равные объемы этих двух растворов.

Фуксинсернистая кислота. 0,2 г фуксина растворяют в 200 мл дистиллированной воды и добавляют 2 г гидросульфита натрия и 2 мл концентрированной соляной кислоты. Если через 15–20 мин жидкость не обесцветится, то добавляют немного активированного угля, встряхивают смесь до обесцвечивания и затем фильтруют. Реактив хранят в плотно закрывающейся склянке из темного стекла.

Хромовая смесь. 400 мл 10%-ного раствора дихромата калия смешивают со 100 мл разбавленной 1:1 серной кислоты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смолина Т.А., Васильева Н.В., Куплетская Н.Б. Практические работы по органической химии. – Москва «Просвещение». – 1986. – 303 с.
2. Артёменко А.И., Тикунова И.В., Ануфриев Е.К. Практикум по органической химии. М.: Высшая школа, 1991.
3. Нифантьев И.Э., Ивченко П.В. Практикум по органической химии. – Москва: МГУ. – 2006.
4. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С. Лабораторные работы в органическом практикуме. М., Химия, 1974 (имеется переиздание).
5. Грандберг И.И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии. М.: Высшая школа, 1978.
6. Лабораторные работы по органической химии /Под ред. О.Ф. Гинзбурга и А.Л. Петрова. М.: Высшая школа, 1982.
7. Рево А.Я., Зеленкова В.В. Малый практикум по органической химии. М.: Высшая школа, 1980.

СОДЕРЖАНИЕ

1.	Лабораторная работа №13 Карбонильные соединения.....	3
2.	Лабораторная работа №14 Карбонильные соединения ароматического ряда.....	8
3.	Лабораторная работа №15 Предельные одноосновные карбоновые кислоты.....	10
4.	Лабораторная работа №16 Двухосновные карбоновые кислоты.....	13
5.	Лабораторная работа №17 Ароматические карбоновые кислоты.....	16
6.	Лабораторная работа №18 Амины алифатического ряда.....	18
7.	Лабораторная работа №19 Ароматические амины.....	22
8.	Лабораторная работа №20 Функциональные производные карбоновых кислот.....	27
9.	Лабораторная работа №21 Мочевина.....	31
10.	Лабораторная работа №22 Жиры.....	33
11.	Лабораторная работа №23 Гидроксикислоты.....	36
12.	Лабораторная работа №24 Кетокислоты. Ацетоуксусный эфир.....	40
13.	Лабораторная работа №25 Аминокислоты.....	42
14.	Лабораторная работа №26 Гетероциклические соединения..	45
15.	Лабораторная работа №27 Моносахариды.....	49
16.	Лабораторная работа №28 Ди- и полисахариды.....	54
17.	Лабораторная работа №29 Диазо- и азосоединения.....	59

18.	Приложение	61
19.	Рекомендуемая литература.....	62

Михеева Л.А., Брынских Г.Т., Шроль О.Ю.

**ЛАБОРАТОРНО - ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ
ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

часть II

Для студентов студентов II курса факультета последипломного
медицинского и фармацевтического образования

