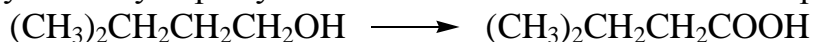


## Лабораторна робота №7

### Робота № 7.1

#### Синтез ізовалеріанової кислоти

Ізовалеріанову кислоту отримують окисленням ізоамілового спирту:



#### 7.1.1. Окиснення дихроматом калію в присутності сульфатної кислоти

Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;	Дихромат калію 21,3г;
Магнітна мішалка;	Сульфатна кислота;
Капельні лійка 2шт;	Ізоаміловий спирт 7,9г;
Льодяна ванна;	Гідроксид натрію, 10г;
Термометр;	Хлоридна кислота.
Ділильна лійка;	Електроплитка;
Круглодонна колба.	

В склянку заливають 30 мл води і завантажують 21,2 г дихромату калію. Суміш нагрівають до 40-50°C, при цьому розчиняється тільки частина дихромату. За цієї температури при хорошому перемішуванні одночасно вводять з капельних лійок протягом 1,5-2,0 годин 14,6 мл концентрованої сульфатної кислоти ( $d\ 1,84\ \text{кг/дм}^3$ ) і 7,9 г ізоамілового спирту. Регулювання температури досягається додачею льоду в ванну, в яку поміщають склянку.

Після закінчення додачі спирту і кислоти реакційну масу розмішують без нагрівання протягом 2 годин. Вміст склянки переносять в круглодонну колбу і нагрівають до 103-105°C протягом 5-6 годин зі зворотнім холодильником. Після закінчення витримки отримують темно-зелену рідину, яку переганяють з водяною парою до зникнення кислої реакції дистилляту (проба з лакмусовим папірцем).

Погон складається з двох шарів: верхнього - маслянистого, злегка зафарбованого в зелений колір, і нижнього - водного. Верхній маслянистий шар, який складається переважно з амілового естеру ізовалеріанової кислоти, відділяють на ділильній лійці від водного шару, промивають 10% розчином соди (приблизно 10 г) для видалення ізовалеріанової кислоти.

Нижній водний шар, який містить ізовалеріанову кислоту, нейтралізують содою, при цьому кислота переходить в добре розчинну у воді натрієву сіль. Розчин натрієвої солі ізовалеріанової кислоти разом з промивними водами випаровують до сироподібної консистенції на водяній ванні і підкисляють технічною хлоридною кислотою до кислої реакції за папером конго. Ізовалеріанову кислоту відділяють від розчину солі на ділильній лійці.

Вихід ізовалеріанової кислоти 3,3-3,8 г (36-40% від теорії).

#### 7.1.2. Окиснення перманганатом калію в лужному середовищі

Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка;	Їдкий натрій, 3,2г;
Магнітна мішалка;	Перманганат калію, 20г;
Льодяна ванна;	Ізоаміловий спирт, 7,3г;
Термометр;	Хлоридна кислота;

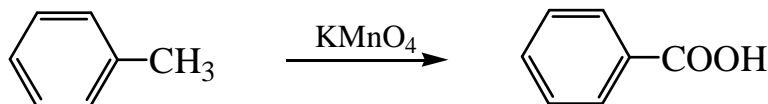
Капельна лійка; Колба Бунзена;  
 Воронка Бюхнера; Електроплитка;  
 Ділильна лійка.

У хімічну склянку поміщають 11 г 33%-ного розчину NaOH (містить 3,2 г NaOH), 43 г дрібноподрібненого льоду і 20 г перманганату калію. Склянку поміщають у ванну з льодяною водою і поволі протягом 40 хв. з капельної лійки приливають 8,6 г ізоамілового спирту. Температура реакційної маси під час придачі ізоамілового спирту не повинна перевищувати 20°C, що досягається придачею льоду в реакційну масу. Після закінчення придачі реакційну масу витримують при цій температурі протягом 1-2 годин. Після закінчення витримки відфільтровують оксид мангану і осад ретельно промивають водою.

Фільтрат і промивні води, які містять сіль ізовалеріанової кислоти, переносять у випарну чашку і випаровують до 1/3 початкового об'єму. Для виділення ізовалеріанової кислоти концентрований розчин підкислюють концентрованою хлоридною кислотою за папером конго. Ізовалеріанову кислоту відділяють від водно-солевого розчину на ділильній лійці.

Вихід 6,8-7,2 г (68-72% - від теорії).

### Робота № 7.2 Синтез бензойної кислоти



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Двогорла колба;	Толуен, 5,5 мл;
Зворотній холодильник;	Перманганат калію, 16 г;
Електроплитка;	Хлоридна кислота 5 мл;
Лабораторна мішалка;	Колба Бунзена;
Воронка Бюхнера.	

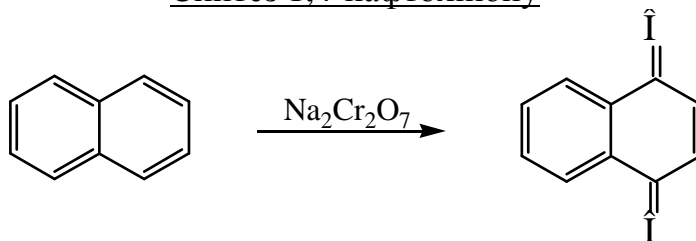
У двогорлій колбі на 500 мл зі зворотнім холодильником і мішалкою нагрівають до кипіння суміш 5,5 мл толуолу і 300 мл води. При доброму перемішуванні до суміші частинами протягом 1 години (приблизно по 3-4 г) додають 16 г розтертого на порошок перманганату калію. Реакційну масу кип'ятять протягом 4 годин до зникнення фіолетового забарвлення. Гарячий розчин фільтрують на воронці Бюхнера. Осад двоокису марганцю промивають два рази по 20 мл гарячою водою.

До фільтрату додають 5 мл концентрованої хлоридної кислоти до рН не більше 5 і дають повільно охолонути. Бензойну кислоту, що випала в осад фільтрують на воронці Бюхнера і висушують на повітрі.

Вихід 5,1 г (83,3%).

### Робота № 7.3

#### Синтез 1,4-нафтохінону



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка на 250 мл;	Нафтален, 7,6 г;
Зворотній холодильник;	Дихромат натрію, 33 г;
Магнітна мішалка;	Сульфатна кислота 5 мл;
Термометр;	Капельна лійка;
Колба Бунзена;	Воронка Шотта.

Попередньо готують розчин 33 г  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  в 22 мл води.

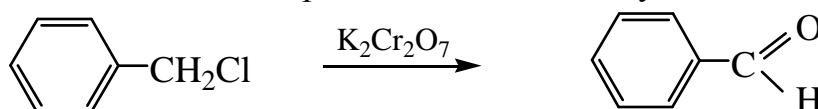
У хімічну склянку вносять 7,6 г нафталену, 20 мл розчину дихромату натрію і нагрівають при розмішуванні до  $65^\circ\text{C}$ . Після того як нафтален розтопиться приливають залишки розчину дихромату натрію і за температури не вище  $65^\circ\text{C}$  повільно (~ 30 хв.), краплями додають 28 мл концентрованої сульфатної кислоти. Реакційну масу витримують 2 години, додають 40 мл води з 40 г льоду і розмішують до отримання однорідної суспензії. 1,4-нафтохінон фільтрують на воронці Шотта, промивають холодною водою (порціями по 10 мл, всього 60 мл), переносять у чашку Петрі і сушать за кімнатної температури.

Отримують кристалічну речовину жовтого кольору. Вихід 4,8 г (51%).

### Робота № 7.4

#### Синтези на основі бензальдегіду

##### 7.4.1. Отримання бензальдегіду



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Круглодонна колба на 500 мл;	Бензилхлорид, 7,6 г;
Зворотній холодильник;	Дихромат натрію, 33 г;
Масляна ванна;	Карбонат натрію, 2,8 г;
Термометр;	Ефір, 20 мл;
Ділильна лійка;	Насадка Вюрца;
Прямий холодильник.	

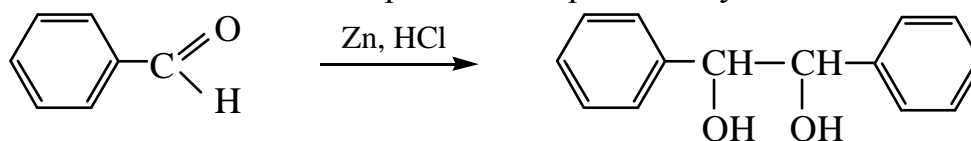
Попередньо готують розчин 15,6 г  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , 2,8 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  в 80 мл води.

У круглодонну колбу заливають 16,3 мл бензилхлориду і розчин дихромату натрію, масу нагрівають до кипіння (~ $180^\circ\text{C}$  у ванні) і кип'ятять 8-10 годин (масу можна охолодити і зробити перерву на ніч) до зникнення запаху бензилхлориду.

Після закінчення витримки масу розбавляють 300 мл води, замінюють зворотній холодильник на прямий і відганяють бензальдегід з водою до прозорого дистилляту (~300 мл). Дистиллят переносять у ділильну лійку і відділяють бензальдегід. При необхідності бензальдегід додатково екстрагують 2 порціями ефіру по 10 мл. Ефірний шар відділяють, віддувають розчинник, бензальдегід приєднують до основної фракції.

Вихід 11 г (80%)

#### 7.4.2. Отримання гідробензоїну



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка на 200 мл;  
Магнітна мішалка;  
Термометр;  
Капельна лійка;  
Колба Бунзена;

Цинк, порошок, 4,6 г;  
Бензальдегід, 10 мл;  
Хлоридна кислота, 14 мл;  
2-Пропанол, 25 мл;  
Воронка Бюхнера.

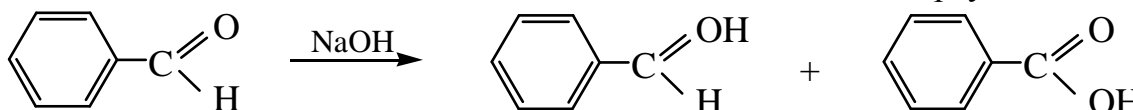
Попередньо змішують 14 мл концентрованої хлоридної кислоти і 10 мл ізопропілового спирту.

У хімічну склянку вносять 10 мл бензальдегіду і 15 мл ізопропілового спирту, перемішують і додають 4,6 г цинку. До реакційної маси повільно приливають розчин хлоридної кислоти в ізопропанолі, швидкість регулюють таким чином, щоб температура реакційної маси була в межах 45-50°C. Після закінчення придачі розчину кислоти дають витримку 1 годину до повного розчинення цинку.

Реакційну масу після закінчення витримки повільно розбавляють 50 мл води. Осад гідро бензоїну фільтрують на воронці Бюхнера, ретельно віджимають, промивають 10 мл холодної води і сушать.

Вихід 6,1 г (57%).

#### 7.4.3. Синтез бензойної кислоти і бензилового спирту



Реактиви, хімічний посуд, обладнання:

Хімічна склянка на 200 мл;  
Магнітна мішалка;  
Колба Бунзена;  
Воронка Бюхнера.  
Водяна ванна

Гідроксид калію, 9 г;  
Бензальдегід, 10 мл;  
Хлоридна кислота;  
Ефір, 20 мл;  
Сода кальцинована; 10%-на, 5 мл.

Попередньо в хімічній склянці змішують 10 мл бензальдегіду з охолодженим розчином 9 г КОН в 6 мл води, масу розмішують до утворення стійкої емульсії і залишають на ніч.

До реакційної маси при необхідності додають невелику кількість води до повного розчинення осаду. Бензиловий спирт екстрагують 2 порціями ефіру по 10 мл. Ефірні витяжки промивають від бензальдегіду 2 порціями по 3 мл концентрованого розчину гідрогенсульфіту натрію і 5 мл розчину карбонату натрію. Ефір відганяють на водяній ванні.

Водний розчин після видалення бензилового спирту підкислюють концентрованою хлоридною кислотою до рН<2 за універсальним папером. Бензойну кислоту, яка випала в осад фільтрують на воронці Бюхнера.

Вихід бензилового спирту 4 г, бензойної кислоти 4,5 г.