

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ  
УКРАЇНИ**

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ  
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»  
Кафедра органічної хімії та технології органічних речовин**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**

*до виконання лабораторних робіт*

з дисципліни «Хімія і технологія органічних речовин»

для студентів напрямку 6.051301 «Хімічна технологія»

професійного спрямування хімічні технології органічних речовин

денної форми навчання

Розглянуто та затверджено  
на засіданні каф. ОХ та ТОР  
протокол № 9 від 30.05.2012р.  
Завідувач кафедри ОХ та ТОР  
\_\_\_\_\_ А.А. Фокін

Київ 2012

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт / Укладач:  
асистент каф.ОХ та ТОР Черниш Л.В., доцент каф.ОХ та ТОР Черняєв  
Б.В., асистент каф. ОХ та ТОР Жук Т.С.– Київ: НТУУ «КПІ», 2012. – 37 с.

Гриф надано Вченою радою ХТФ НТУУ «КПІ»  
(Протокол № \_\_\_\_\_ від \_\_\_\_\_ 201\_ р.)

Методичні рекомендації призначені для виконання лабораторних робіт  
студентами денної форми навчання кафедри органічної хімії та технології  
органічних речовин хіміко-технологічного факультету Національного  
технічного університету України «Київський політехнічний інститут».

## НАВЧАЛЬНЕ ЕЛЕКТРОННЕ ВИДАННЯ

### МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ з дисципліни «Хімія і технологія органічних речовин» для студентів спеціальності 6.051301 «Хімічна технологія» денної форми навчання

Укладачі: Черниш Леся Валеріївна, асистент каф. ОХ  
та ТОР  
Черняєв Борис Володимирович, к.х.н.,  
доцент каф. ОХ та ТОР  
Жук Тетяна Сергіївна, к.х.н., асистент каф.  
ОХ та ТОР

Відповідальний редактор: Фокін Андрій Артурович, д.х.н., проф.

Рецензент: Синюшкін Олександр Миколаєвич, к.т.н., доцент каф. ТНР та  
ЗХТ

## Зміст

Передмова.....	4
Лабораторна робота № 1. Добування каркасних галогенопохідних. Синтез 1-бромдіамантану.....	6
Лабораторна робота № 2. Добування каркасних гідроксипохідних. Синтез суміші 1- та 4-діамтанолів.....	12
Лабораторна робота № 3. Добування каркасних гідроксипохідних. Синтез 1-діамтанолу.....	18
Лабораторна робота № 4. Добування каркасних кетонів. Синтез діамтанону.....	22
Лабораторна робота № 5. Добування каркасних гідроксипохідних. Синтез 3-метилдіамтан-3-олу.....	27
Лабораторна робота № 6. Добування каркасних тіолів. Синтез 1-діамтантіолу.....	32
Перелік рекомендованих літературних джерел.....	37

## Передмова

Методичні вказівки розроблено відповідно до програми підготовки бакалаврів за напрямом 6.051301 – хімічні технології (професійна спрямованість – хімічні технології органічних речовин) і є складовою частиною дисципліни “Хімія і технологія органічних речовин”

Методичні вказівки ставлять за мету формування у хіміка-технолога знань, умінь та навичок інженера, здатного керувати виробництвом, проектувати хімічні установки та окремі технологічні схеми. При проектуванні та експлуатації технологічних схем інженер-технолог зобов'язаний розбиратися в процесах та явищах, що відбуваються при переробці сировини в продукт, і повинен мати уявлення про засоби апаратної реалізації хімічних процесів на прикладах діючих лабораторних установок.

Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу "Хімія і технологія органічних речовин" містять опис дослідів з основних методів добування та хімічних властивостей органічних сполук різних класів. Проведення цих дослідів дає змогу студентам краще засвоїти теоретичний матеріал з технології органічних речовин, оволодіти прийомами роботи з органічними речовинами, формулювати висновки за результатами проведених дослідів, вивчити правила безпечної роботи в лабораторії. Методичні вказівки містять також завдання для організації систематичної самостійної роботи студентів з певних розділів технології органічних речовин, що відповідають темам лабораторних робіт.

Під час підготовки до виконання лабораторної роботи студенти повинні опрацювати відповідні розділи теоретичного курсу з технології органічних речовин, підготувати протокол роботи, написати рівняння реакцій, дати відповіді на контрольні завдання та запитання, а також виконати завдання для самостійної підготовки.

Перед виконанням лабораторної роботи проводиться усне опитування студентів з загальних положень теоретичного курсу, з методики виконання дослідів та правил техніки безпеки. При виконанні дослідів студенти вносять до протоколу спостереження, у висновку узагальнюють результати проведених досліджень.

## Лабораторна робота №1

Тема роботи: Добування каркасних галогенопохідних

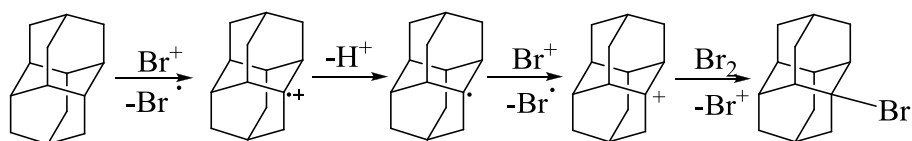
Мета роботи: Синтез 1-бромдіамантану

При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з бромом та леткими речовинами, освоїти прийоми роботи з гетерогенними та охолоджувальними сумішами, навчитись проводити екстрагування, висушування та випарювання органічних речовин.

Тривалість виконання: 6 годин.

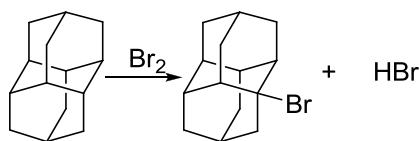
### I. Теоретична частина

Основним методом синтезу каркасних галогенопохідних є взаємодія каркасних сполук з галогенами. Як правило, першою стадією введення будь-якої функціональної групи у вузлове положення каркасу є бромовання. Механізм утворення бромпохідних проходить через утворення 1-діамантильного катіону шляхом окиснення діамантану бромом спочатку до катіон-радикалу, що відщеплює протон, а утворений діамантильний радикал далі окислюється до катіону:

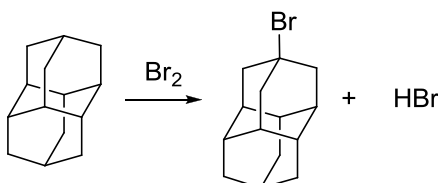


### II. Експериментальна частина

#### 1. Основні реакції:



#### 2. Побічні реакції:



### 3. Фізико-хімічні константи речовин

Речовина	Молекулярна маса	Густина, г/см <sup>3</sup>	T <sub>топ</sub> , °C	T <sub>кип</sub> , °C	Розчинність		
					Вода	Спирт	CHCl <sub>3</sub>
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub>	188,16	0,84	245	-	-	+	+
Br <sub>2</sub>	159,81	3,102	-7,25	59,2	+	+	+
CHCl <sub>3</sub>	119,38	1,483	-63,5	61,2	-	+	+
Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	126,04	2,63	873	-	+	-	-
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	106,0	2,53	861	-	+	-	-
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	142,04	2,68	884	-	+	-	-
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	283,89	2,39	420	569	розкл	-	-
C <sub>14</sub> H <sub>19</sub> Br	267,59	0,96	238	-	+	+	+
HBr	80,92	3,5	-88	-67	+	+	+

### 4. Розрахунок рецептури:

а) за методикою взято:

C<sub>14</sub>H<sub>20</sub> - 10 г, або  $10/188,16 = 0,053$  моль;

Br<sub>2</sub> – 7 мл, або  $7 \cdot 3,1 = 21,7$  г, або  $21,7/157,84 = 0,137$  моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{надл} = n_p/n_T$ ;  $K_{надл} = 0,137/0,053 = 2,594$ ,

де  $n_p$  – кількість моль бром, взята за рецептом;

$n_T$  – кількість моль бром, необхідна за рівнянням реакції.

CHCl<sub>3</sub> – 10 мл та  $2 \cdot 5$  мл,  $10 \cdot 1,483 = 14,83$  г,  $14,83/119,38 = 0,124$  моль

б) для даного досліду:

### Результати розрахунку рецептури

Речовина	За методикою			Коефіцієнт надлишку	Для даного досліду		
	мл	г	моль		мл	г	моль
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub>	-	10	0,053	-			
Br <sub>2</sub>	7	21,7	0,137	2,594			
CHCl <sub>3</sub>	20	29,66	0,248	-			

### 5. Підготовка вихідних реагентів:

#### 5.1. Підготовка діамантану

Безпосередньо перед проведенням синтезу добре висушений діамантан необхідно ретельно розтерти порціями у фарфоровій ступці.

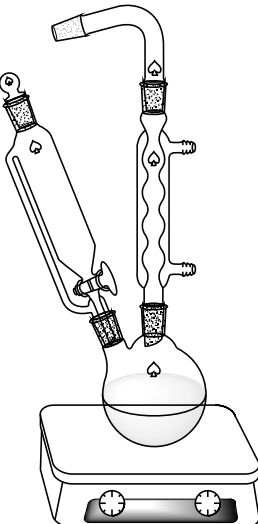
#### 5.2. Підготовка бром

При добуванні 1-бромдіамтану бром необхідно перегнати над  $P_2O_5$ , використовуючи для цього звичайний прилад для перегонки під атмосферним тиском ( Див. **Техніку безпеки**).

### 5.3. Підготовка хлороформу

Промисловий трихлорметан може містити воду та деякі розчинені тверді речовини, тому його необхідно перегнати над  $P_2O_5$ , використовуючи для цього звичайний прилад для перегонки під атмосферним тиском.

## 6. Обладнання і прилади

Схема приладу	Основна апаратура	Місткість
	Реактор круглодонний двогорлий	50 мл
	Мішалка магнітна	
	Якір магнітної мішалки	
	Баня з льодом	250 мл
	Зворотній холодильник	
	Газовідвідна трубка	
	Крапельна лійка	10мл
	Склянка	250 мл
	Скляна паличка	
	Ділильна лійка	100 мл
Колба плоскодонна 3 шт.	100 мл	
Колба круглодонна	50 мл	

## 7. Хід роботи<sup>1,2</sup>

### 7.1. Виконання синтезу

У суху двогорлу круглодонну колбу поміщають підготовлений діамтан та якір магнітної мішалки. Колбу поміщають у баню з льодом, встановлену на магнітній мішалці, з'єднують зі зворотним водяним холодильником оснащеним газовідвідною трубкою, опущеною у колбу із розчином лугу<sup>3</sup>. У друге горло вставляють крапельну лійку з переливом, куди **обережно** наливають підготований бром ( Див. **Техніку безпеки і підготовку реагентів**). Після 10 хвилин охолодження по краплям додають бром при інтенсивному перемішуванні. Після додавання всього броду, прибирають льодяну баню і витримують реакційну суміш при кімнатній температурі і перемішуванні ще 15 хвилин. Далі реакційну суміш обережно розбавляють хлороформом.



## 7.2. Виділення продукту

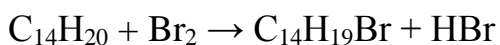
Готують у склянці насичений розчин сульфїту натрію і тонким струменем, інтенсивно перемішуючи скляною паличкою, приливають реакційну суміш. Після знебарвлення виливають вміст склянки у ділильну лійку, відділяють органічний шар у чисту суху колбу. Водний шар, що залишився в ділильній лійці, двічі екстрагують хлороформом<sup>4</sup>, хлороформні витяжки об'єднують з розчином 1-бромдіамтану. Отриманий розчин бромїду у хлороформї промивають рівним об'ємом 10%-го розчину соди. Відділивши розчин соди, хлороформний шар промивають водою до нейтральної реакції. Органічний шар засипають осушувачем (безводним Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) і залишають на 30 хв. Відфільтровують осушувач, а розчин 1-бромдіамтану переносять у зважену одnogорлу круглодонну колбу та випаровують на вакуумному роторному випаровувачі до сталої маси. Зважують, визначають температуру топлення, проводять спектральний аналіз.

## 8. Спостереження

Маса продукту - г.

Температура топлення - °С.

## 9. Розрахунок виходу



За методикою		Для даного дослїду	
Теоретичний вихід	188	267,5	Теоретичний вихід
	10	X	
X=14 г			
Практичний вихід	12 г		Практичний вихід
Відсоток виходу від теоретичного		86%	Відсоток виходу від теоретичного

## Висновок:

## Примітки

1. Користуючись описом синтезу, визначте послідовність виконання експериментальних операцій.
2. Синтез проводять у витяжній шафі.
3. Увага! Шланг газовідводної трубки не повинен торкатись рідини у колбі.
4. При екстрагуванні ділильна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на  $2/3$  об'єму. При струшуванні необхідно відкривати пробку лійки, щоб вирівняти тиск.

## Техніка безпеки

1. При виконанні роботи потрібно чітко дотримуватись правила техніки безпеки при роботі з бромом. При попаданні на шкіру бром легко поглинається, це призводить до опіків та ран, які важко загоюються. Слизові оболонки очей та носоглотки при дії парів бромом запалюються. Вдихання парів бромом призводить до тяжких уражень дихальних шляхів. **Усі роботи з бромом слід проводити у витяжних шафах в гумових рукавичках та захисних окулярах.** Заливати бром у крапельну лійку треба тільки через звичайну лійку, вставлену в горловину крапельної лійки так, щоб забезпечувався вихід повітря, що витісняється. Крапельну лійку при цьому закріплюють на штативі. Під час прикапування бромом однією рукою відкривають краник, а другою – притримують лійку вище краника, щоб краплі бромом не могли попасти на руки.

**У витяжній шафі повинна бути посудина з розчином аміаку або соди для нейтралізації бромом на предметах і посудина зі спиртом, а також ватні тампони. При попаданні бромом на шкіру негайно промокнути його сухим ватним тампоном, протерти тампоном змоченим аміаком, і покласти спиртовий компрес.** При випадковому вдиханні парів бромом змочити тампон спиртом і вдихати пари спирту через ніс, вийти на свіже повітря, уникаючи різких рухів. **Про всі випадки ураження бромом негайно повідомляти викладача.**

2. Прилад потрібно розбирати обережно, бо краплинки бромом можуть залишитись на крапельній лійці, холодильнику і потрапити на шкіру. Перед миттям посуд промити розчином аміаку.

## Контрольні запитання

1. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?

2. Як визначають температуру топлення?
3. В чому полягає процес екстрагування?
4. Наведіть механізм бромовання.
5. Як визначити у гетерогенній системі вода-органічна речовина, що знаходиться у нижньому шарі?
6. Яких правил техніки безпеки слід дотримуватись при роботі з бромом?

## Лабораторна робота №2

Тема роботи: Добування каркасних гідроксипохідних

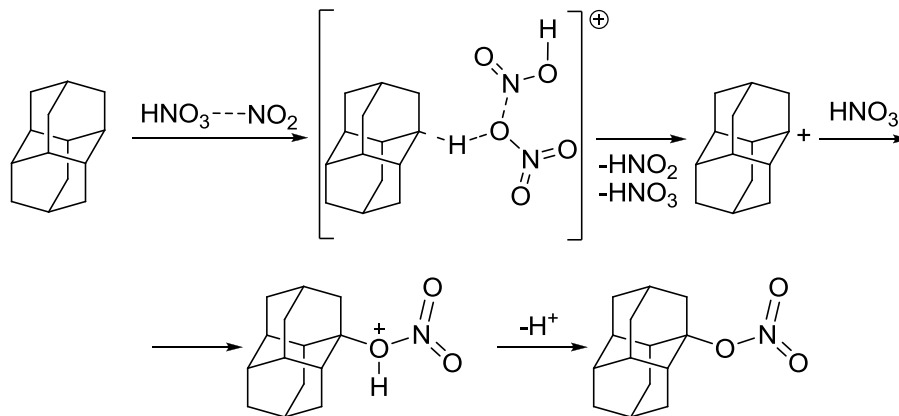
Мета роботи: Синтез суміші 1- та 4-діамантанолів

При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з концентрованими кислотами, освоїти прийоми роботи з гетерогенними та охолоджувальними сумішами, навчитись проводити фільтрування, екстрагування, висушування та випарювання органічних речовин та розділення їх за допомогою колоночної хроматографії.

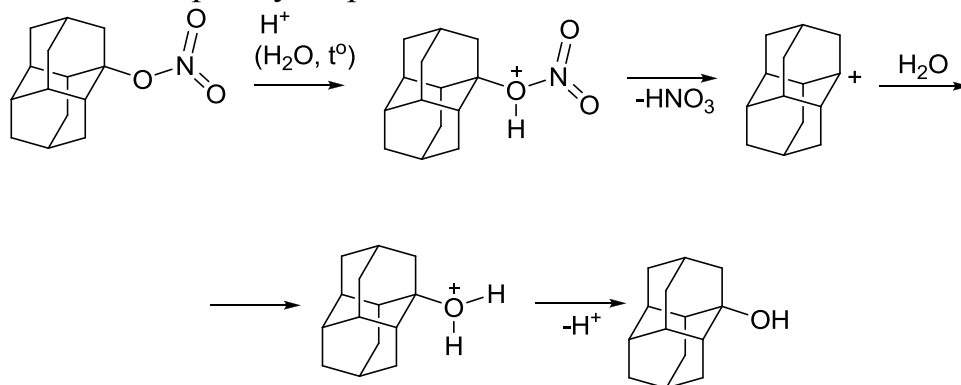
Тривалість виконання: 16 годин.

### I. Теоретична частина

Одним з методів одержання гідроксипохідних каркасних сполук є окиснення їх концентрованою азотною кислотою до нітроксипохідних, гідроліз яких призводить до утворення гідроксисполук, однак для цього методу часто характерне утворення сумішей продуктів, якщо можливе утворення кількох карбокатионів. Механізм нітроксилювання:

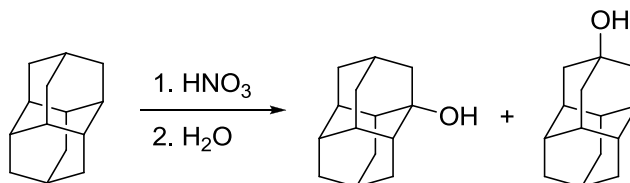


Механізм гідролізу нітроксипохідного:

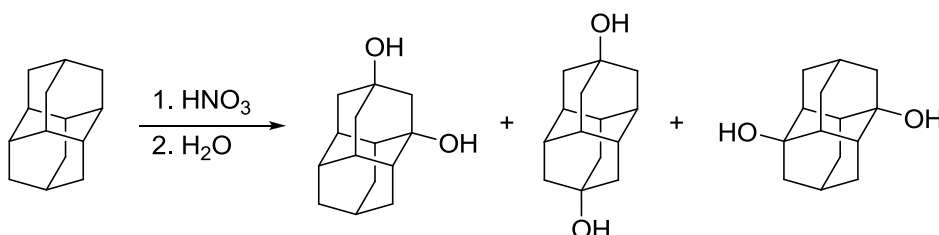


## II. Експериментальна частина

### 1. Основні реакції:



### 2. Побічні реакції:



### 3. Фізико-хімічні константи речовин

Речовина	Молекулярна маса	Густина, г/см <sup>3</sup>	T <sub>топ</sub> , °C	T <sub>кип</sub> , °C	Розчинність		
					H <sub>2</sub> O	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	CHCl <sub>3</sub>
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub>	188,16	0,84	245	-	-	+	+
HNO <sub>3</sub>	63,01	1,513	-41,6	82,6	+	-	-
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	84,93	1,327	-95,1	40,1	-	+	+
C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86,18	0,655	-95	68	-	-	+
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	74,12	0,714	-116	35,6	-	+	+
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	142,04	2,68	884	-	+	-	-
KNO <sub>3</sub>	101,10	2,109	334	400	+	-	-
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	1,84	-10,4	279,6	+	+	+
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	283,89	2,39	420	569	розкл	-	-
1-C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O	204,31	-	293	-	-	+	+
4-C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O	204,31	-	287	-	-	+	+

### 4. Розрахунок рецептури:

а) за методикою взято:

C<sub>14</sub>H<sub>20</sub> – 11,2 г, або  $11,2/188,16 = 0,059$  моль;

HNO<sub>3</sub> – 18 мл, або  $18 \cdot 1,513 = 27,234$  г, або  $27,234/63,01 = 0,432$  моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{надл} = n_p/n_T$ ;  $K_{надл} = 0,432/0,059 = 7,326$ ,

де  $n_p$  – кількість моль азотної кислоти, взята за рецептом;

$n_T$  – кількість моль азотної кислоти, необхідна за рівнянням реакції.

$CH_2Cl_2$  – 100 мл, або  $100 \cdot 1,327 = 132,7$  г, або  $132,7/84,93 = 1,562$  моль  
б) для даного досліду:

### Результати розрахунку рецептури

Речовина	За методикою			Коефіцієнт надлишку	Для даного досліду		
	мл	г	моль		мл	г	моль
$C_{14}H_{20}$	-	11,2	0,059	-			
$HNO_3$	18	27,234	0,432	7,326			
$CH_2Cl_2$	100	132,7	1,562	-			

## 5. Підготовка вихідних реагентів

### 5.1. Підготовка діамантану

Безпосередньо перед проведенням синтезу добре висушений діамантан необхідно ретельно розтерти порціями у фарфоровій ступці.

### 5.2. Приготування концентрованої азотної кислоти

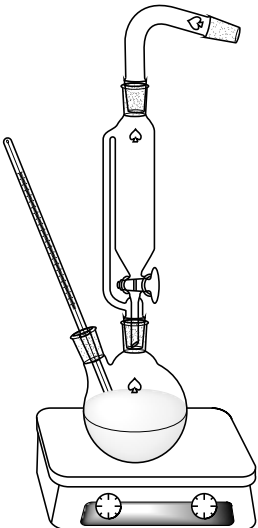
У літрову колбу завантажують 500 г нітрату калію і 325 мл сірчаної кислоти. Переганяють при температурі 85-90 °С, поки температура не почне падати. Отримують приблизно 0,5 л азотної кислоти.

В двугорлу колбу заливають 1 л сірчаної кислоти і 0,5 л отриманої азотної кислоти. Переганяють під вакуумом на водяній бані при температурі 50-60 °С. Отримують 250 мл концентрованої азотної кислоти. Концентровану азотну кислоту зберігають у склянці зі щільно притертою пробкою.

### 5.3. Приготування сухого хлористого метилену

Промисловий дихлорометан може містити воду та деякі розчинені тверді речовини, тому його необхідно перегнати над  $P_2O_5$ , використовуючи для цього звичайний прилад для перегонки під атмосферним тиском.

## 6. Обладнання і прилади

Схема приладу	Основна апаратура	Місткість	
	Реактор круглодонний двогорлий	50 мл	
	Мішалка магнітна		
	Якір магнітної мішалки		
	Баня з льодом		250 мл
	Термометр		
	Хлоркальцієва трубка		
	Крапельна лійка		10мл
	Насадка Вюрца		
	Прямий холодильник		
	Алонж		
	Зворотний холодильник		
	Приймач		100 мл
	Колба Бунзена		500 мл
	Лійка Бюхнера		
	Манжета		
	Ділильна лійка		250 мл
	Плоскодонна колба 3 шт		100 мл
Круглодонна колба		50 мл	

## 7. Хід роботи<sup>1,2</sup>

### 7.1. Виконання синтезу

У двогорлу колбу обладнану термометром і крапельною лійкою, яка закрита хлоркальцієвою трубкою, завантажують 11,2 г діамантану, додають 100 мл хлористого метилену і охолоджують суміш за допомогою бані з льодом до  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Потім по краплям додають 18 мл азотної кислоти. **УВАГА! Реакція екзотермічна і перегрів суміші призводить до утворення полінітроксидамантанів. Треба уважно слідкувати, щоб температура не підіймалася вище  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ .** Після додавання всієї кількості азотної кислоти, реакційну масу перемішують протягом 20 хв при  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а потім ще 40 хв при кімнатній температурі. Протягом цього часу готують прилад для відгонки з реакційної суміші хлористого метилену. Далі обережно малими порціями додають 56 мл води (при цьому відбувається бурхливе виділення газоподібних оксидів азоту) і повністю відганяють із реакційної суміші хлористий метилен. Після цього реакційну суміш кип'ятять із зворотним холодильником протягом 1,5 год.

## 7.2. Виділення продукту

Одержаний білий осад відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають декілька разів водою від залишків кислоти і сушать на повітрі.

Фільтрат екстрагують хлороформом  $5 \times 20$  мл. Об'єднані органічні екстракти промивають декілька разів водою малими порціями до нейтральної реакції за універсальним індикатором, сушать над безводним сульфатом натрію 0,5 години. Органічний шар обережно декантують від осаду сульфату натрію (осад промивають невеликою кількістю хлороформу) у зважену круглодонну колбу і відганяють хлороформ за допомогою вакуумного роторного випаровувача до сталої маси.

Отриману суміш розділяють за допомогою колоночної хроматографії, використовуючи як елюент суміш гексану і діетилового ефіру у співвідношенні 4:1, відповідно. Одержані фракції випаровують за допомогою вакуумного роторного випаровувача. Зважують, визначають температуру топлення, проводять спектральний аналіз.

## 8. Спостереження

Маса продукту - г

Температура топлення - °C.

## 9. Розрахунок виходу



За методикою			Для даного досліду	
Теоретичний вихід	188,16	204,31	Теоретичний вихід	
	11,2	X		
X=12,6 г				
Практичний вихід	10,5 г		Практичний вихід	
Відсоток виходу від теоретичного		83%	Відсоток виходу від теоретичного	

## Висновок:

1-гідроксидіамантан: ПМР  $^1\text{H}$  ( $\delta$ , ТМС,  $\text{CDCl}_3$ ): 2.15(2H), 2.04 (1H), 1.93 (2H), 1.72 (1H), 1.61 (11H), 1.43 (3H). МС (m/z): 204 (27%), 186 (100%), 157 (4%), 143 (8%), 130 (39%), 117 (9%), 105 (8%), 95 (90%), 79



(25%), 77 (24%), 55 (14%). ПМР  $^{13}\text{C}$  ( $\delta$ , ТМС,  $\text{CDCl}_3$ ): 25.4, 30.4, 32.5, 36.7, 37.5, 37.9, 39.9, 43.3, 46.3, 70.7.

4-гідроксидіамантан: ПМР  $^1\text{H}$  ( $\delta$ , ТМС,  $\text{CDCl}_3$ ): 2.00 (3H), 1.8-1.4 (16H), 1.5 (1H). МС (m/z): 204 (100%), 187(7%), 175 (2%), 161 (2%), 147 (5%), 129 (3%), 121 (2%), 109 (22%), 96 (18%), 91 (12%), 77 (13%), 55 (12%). ПМР  $^{13}\text{C}$  ( $\delta$ , ТМС,  $\text{CDCl}_3$ ): 25.6, 36.4, 37.2, 39.8, 45.6, 67.4.

### Примітки

1. Користуючись описом синтезу, визначте послідовність виконання експериментальних операцій.
2. Синтез проводять у витяжній шафі.

### Контрольні запитання

1. Як визначають температуру топлення?
2. В чому полягає процес екстрагування і на якому законі він базується?
3. Наведіть механізм нітросилювання.
4. Наведіть інші методи добування каркасних гідроксипохідних.
5. Що є вирішальним при виборі холодильника (водяний чи повітряний) для кип'ятіння органічних речовин?
6. В чому полягає процес хроматографічного розділення, яким рівнянням описується даний процес? За рахунок чого відбувається розділення?

## Лабораторна робота №3

Тема роботи: Добування каркасних гідроксипохідних

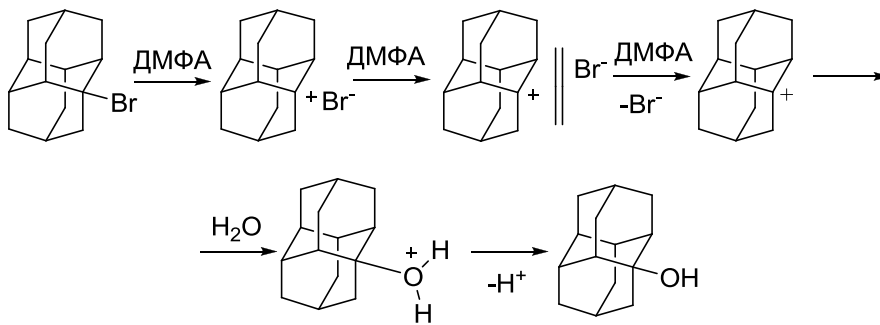
Мета роботи: Синтез 1-гідроксидіамантану

При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами, освоїти прийоми роботи з гетерогенними сумішами, навчитись проводити фільтрування та перекристалізацію органічних речовин із застосуванням активованого вугілля. Вміти визначати температуру топлення твердих речовин і оцінити чистоту отриманого продукту

Тривалість виконання: 7 годин.

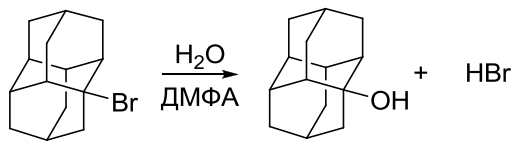
### I. Теоретична частина

Основним методом селективного синтезу каркасних гідроксипохідних є гідроліз відповідних галогенідів каркасних сполук:



### II. Експериментальна частина

#### 1. Основні реакції:



#### 2. Фізико-хімічні константи речовин

Речовина	Молекулярна маса	Густина, г/см <sup>3</sup>	T <sub>топ</sub> , °C	T <sub>кип</sub> , °C	Розчинність		
					H <sub>2</sub> O	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	CHCl <sub>3</sub>
C <sub>14</sub> H <sub>19</sub> Br	267,59	0,96	238	-	-	+	+
C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> NO	73,09	0,9445	-61	153	+	+	+
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O	204,31	-	293	-	-	+	+
HBr	80,92	3,5	-88	-67	+	+	+

### 3. Розрахунок рецептури:

а) за методикою взято:

$C_{14}H_{19}Br$  - 10 г, або  $10/267,59 = 0,037$  моль;

$H_2O$  – 100 мл, або 100 г, або  $100/18 = 5,556$  моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{надл} = n_p/n_T$ ;  $K_{надл} = 5,556/0,037 = 150,15$

де  $n_p$  – кількість моль води, взята за рецептом;

$n_T$  - кількість моль води, необхідна за рівнянням реакції.

$C_3H_7NO$  – 235 мл ( $235 \cdot 0,9445 = 222$  г), або  $222/73,09 = 3,037$  моль;

б) для даного досліду:

### Результати розрахунку рецептури

Речовина	За методикою			Коефіцієнт надлишку	Для даного досліду		
	мл	г	моль		мл	г	моль
$C_{14}H_{19}Br$	-	10	0,037	-			
$H_2O$	100	100	5,556	150,15			
$C_3H_7NO$	235	222	3,037	-			

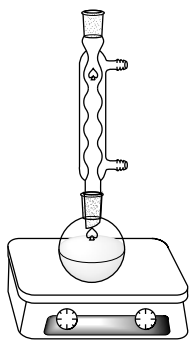
### 4. Підготовка вихідних реагентів

#### 4.1. Підготовка бромодіамтану

Безпосередньо перед проведенням синтезу добре висушений бромодіамтан необхідно ретельно розтерти порціями у фарфоровій ступці.

### 5. Обладнання і прилади

Схема приладу



Основна апаратура

Колба круглодонна  
Мішалка магнітна  
Якір магнітної мішалки  
Масляна баня  
Зворотній холодильник  
Колба Бунзена  
Лійка Бюхнера  
Манжета

Місткість

500 мл  
  
1000 мл  
  
500 мл

### 7. Хід роботи<sup>1,2</sup>

### 7.1. Виконання синтезу

У круглодонну колбу поміщають підготовлений 1-бромдіамантан та якір магнітної мішалки, додають необхідні кількості води та N,N-диметилформаміду. Колбу занурюють у масляну баню, встановлену на магнітній мішалці, з'єднують зі зворотнім водяним холодильником, вмикають перемішування та доводять реакційну суміш до кипіння. Кип'ятять протягом 3-х годин.

### 7.2. Виділення продукту

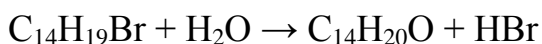
Охолоджують при перемішуванні реакційну суміш та додатково розбавляють половинною кількістю води (50 мл). Одержані кристали фільтрують на лійці Бюхнера та висушують на повітрі до сталої маси. Перекристалізують отриманий продукт із води або етилового спирту з додаванням активованого вугілля<sup>3</sup>. Зважують, визначають температуру топлення, проводять спектральний аналіз.

## 8. Спостереження

Маса продукту - г.

Температура топлення - °С.

## 9. Розрахунок виходу



За методикою		Для даного досліду	
Теоретичний вихід	267,59	204,31	Теоретичний вихід
	10	X	
X=7,63 г			
Практичний вихід	6,7 г		Практичний вихід
Відсоток виходу від теоретичного		88%	Відсоток виходу від теоретичного

### Висновок:

ПМР <sup>1</sup>H (δ, TMS, CDCl<sub>3</sub>): 2.15(2H), 2.04 (1H), 1.93 (2H), 1.72 (1H), 1.61 (11H), 1.43 (3H). МС (m/z): 204 (27%), 186 (100%), 157 (4%), 143 (8%), 130 (39%), 117 (9%), 105 (8%), 95 (90%), 79 (25%), 77 (24%), 55 (14%). ПМР <sup>13</sup>C (δ, TMS, CDCl<sub>3</sub>): 25.4, 30.4, 32.5, 36.7, 37.5, 37.9, 39.9, 43.3, 46.3, 70.7.

## **Примітки**

1. Користуючись описом синтезу, визначте послідовність виконання експериментальних операцій.
2. Синтез проводять у витяжній шафі.
3. При перекристалізації додавати вугілля до розчину, що кипить, не можна, оскільки повітря, яке виділяється з пор вугілля, може викликати бурхливе закипання розчину і викид його із колби.

## **Техніка безпеки**

1. Перекристалізацію з летких та легкозаймистих речовин (спирт і т.д.) проводять у приладі, що складається з колби зі зворотнім водяним холодильником. Для нагрівання застосовують водяну або масляну баню.

## **Контрольні запитання**

1. Як визначають температуру топлення?
2. В чому полягає процес фільтрування?
3. Наведіть механізм гідролізу.
4. Наведіть методи добування каркасних гідроксипохідних.
5. Що таке коефіцієнт надлишку? Покажіть, як ним користуються при проведенні розрахунків необхідної кількості реагентів для реакції.
6. Що є вирішальним при виборі холодильника (водяний чи повітряний) для кип'ятіння органічних речовин?
7. У чому полягає суть методів очистки твердих речовин: перекристалізація, возгонка?
8. Навіщо при перекристалізації застосовують активоване вугілля?
9. Чому не можна додавати активоване вугілля до киплячого розчину?
10. Чому при перекристалізації необхідно отримати насичений розчин речовини? У яких умовах?

## Лабораторна робота №4

Тема роботи: Добування каркасних кетонів

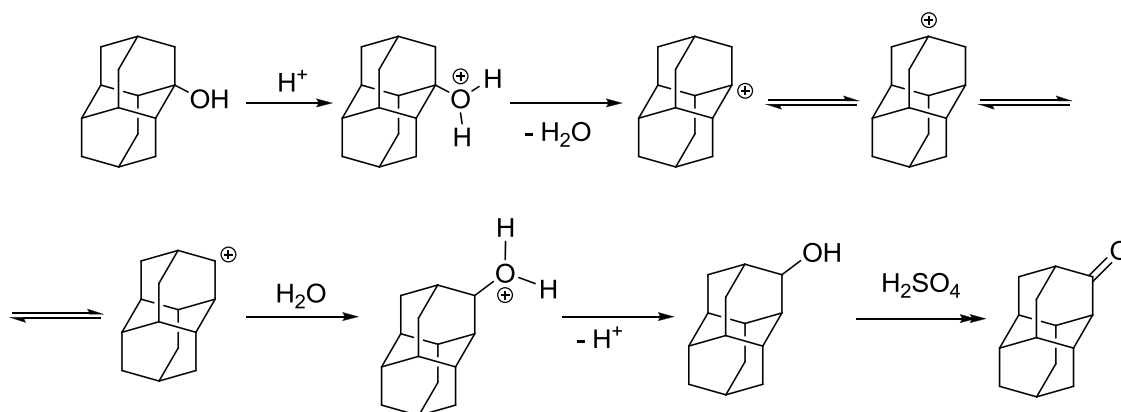
Мета роботи: Синтез 3-діамантанону

При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами та концентрованими кислотами, освоїти прийоми роботи з гетерогенними сумішами, навчитись проводити екстрагування, висушування та випарювання органічних речовин та очищення їх за допомогою колоночної хроматографії. Вміти визначати температуру топлення твердих речовин і оцінити чистоту отриманого продукту

Тривалість виконання: 15 годин.

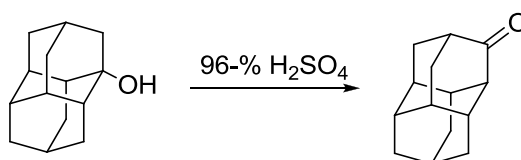
### I. Теоретична частина

3-Діамантанон можна одержати з 1-гідроксидіамтану, 4-гідроксидамантану або їх суміші окисненням концентрованою сірчаною кислотою при температурі 75-77 °С. Механізм реакції:

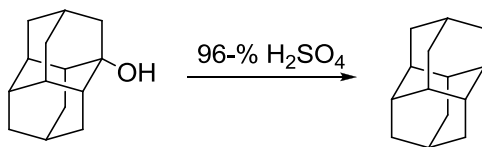


### II. Експериментальна частина

#### 1. Основні реакції:



## 2. Побічні реакції:



## 3. Фізико-хімічні константи речовин

Речовина	Молекуляр на маса	Густина, г/см <sup>3</sup>	T <sub>топ</sub> , °C	T <sub>кип</sub> , °C	Розчинність		
					H <sub>2</sub> O	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	CHCl <sub>3</sub>
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O	204,31	-	293	-	-	+	+
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	1,84	-10,4	279,6	+	+	+
CHCl <sub>3</sub>	119,38	1,483	-63,5	61,2	-	+	+
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	74,12	0,714	-116	35,6	-	+	+
C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86,18	0,655	-95	68	-	-	+
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	106,0	2,53	861	-	+	-	-
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	142,04	2,68	884	-	+	-	-
C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> O	202,29	-	197	-	-	+	+

## 4. Розрахунок рецептури:

а) за методикою взято:

C<sub>14</sub>H<sub>20</sub>O – 10 г, або  $10/204,31 = 0,049$  моль;

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> – 75 мл, або  $75 \cdot 1,84 = 138$  г, або  $138/98,08 = 1,407$  моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{\text{надл}} = n_{\text{р}}/n_{\text{г}}$ ;

$K_{\text{надл}} = 1,407/0,049 = 28,715$ ,

де  $n_{\text{р}}$  – кількість моль H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, взята за рецептом;

$n_{\text{г}}$  – кількість моль H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, необхідна за рівнянням реакції.

б) для даного досліду:

## Результати розрахунку рецептури

Речовина	За методикою			Коефіцієнт надлишку	Для даного досліду		
	мл	г	моль		мл	г	моль
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O	-	10	0,049	-			
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	75	138	1,407	28,715			

## 5. Підготовка вихідних реагентів

### 5.1. Підготовка 1-гідроксиамантану

Безпосередньо перед проведенням синтезу добре висушений 1-гідроксиамантан необхідно ретельно розтерти порціями у фарфоровій ступці.

### 5.2. Приготування розчинів сірчаної кислоти і 100%-ї сірчаної кислоти

Зазвичай сірчана кислота, яка поставляється у лабораторії, може мати такі концентрації: 92-95%-ва сірчана кислота, 18-20%-вий олеум та 60-66%-вий олеум. Сірчану кислоту з концентрацією до 92% отримують змішуванням 92-95%-вої сірчаної кислоти з водою, а кислоту з більшою концентрацією, як і олеум з концентрацією до 18%, змішуванням 92-95%-вої сірчаної кислоти з 18-20%-вим олеумом. Олеум із концентрацією більше 20% отримують змішуванням концентрованого і розведеного олеуму.

Коли необхідно приготувати визначену кількість кислоти чи олеуму заданої концентрації. При цьому найзручніше використовувати розрахункову формулу, отриману при розв'язанні рівнянь змішування.

$$X + Y = P; \quad Y = P - X$$

$$AX + BH = CP; \quad X = P \cdot (C - B) / (A - B), \quad (1)$$

де  $P$  – вага кислоти, яку необхідно приготувати;

$X$  – вага концентрованої кислоти (олеуму);

$Y$  – вага розведеної кислоти (олеуму);

$A$  – концентрація концентрованої кислоти (олеуму), %;

$B$  – концентрація розведеної кислоти (олеуму), %;

$C$  – концентрація кислоти (олеуму), яку необхідно отримати, %.

Коли змішуємо кислоту з водою  $B = 0$ , відповідно

$$X = P \cdot B / A \quad (2)$$

При змішуванні олеуму з сірчаною кислотою з метою концентрування сірчаної кислоти або щоб отримати слабкий олеум необхідно концентрацію олеуму виразити у відсотках (умовних) кислоти.

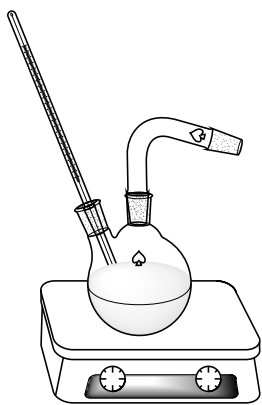
$$A = 100 + 0.225A; \quad C = 100 + 0.225C, \quad (3)$$

де  $A$  – концентрація вихідного олеуму у відсотках вільного  $SO_3$ ;

$C$  – концентрація олеуму, який необхідно отримати у відсотках вільного  $SO_3$ .



## 6. Обладнання і прилади

Схема приладу	Основна апаратура	Місткість
	Реактор круглодонний двогорлий	250 мл
	Мішалка магнітна	
	Якір магнітної мішалки	
	Масляна баня	250 мл
	Термометр	
	Хлоркальцієва трубка	
	Склянка	500 мл
	Ділильна лійка	250 мл
	Плоскодонна колба 3.шт	100 мл
	Круглодонна колба	50 мл

## 7. Хід роботи<sup>1,2</sup>

### 7.1. Виконання синтезу

У двогорлий реактор завантажують 10 г 1-гідроксидіамтану, приливають 75 мл 96%-вої сірчаної кислоти, встановлюють термометр для вимірювання температури реакційної маси. Необхідно підібрати термометр так, щоб шкала від 50 °С знаходилась зовні колби. Друге горло реактора закривають хлоркальцієвою трубкою. Реакційну суміш повільно нагрівають до температури 75-77 °С (приблизно 30 хв.) і витримують при перемішуванні протягом 8 год. **УВАГА! Навіть незначний перегрів реакційної маси призводить до зниження виходу діамтанона.**

### 7.2 Виділення продукту

У склянку завантажують приблизно 150 г подрібненого льоду і приливають 50 мл води. Охолоджену до температури 30-35 °С реакційну суміш порціями приливають у льодяну воду при інтенсивному перемішуванні. Утворену суспензію екстрагують хлороформом 4 × 50 мл. Об'єднані органічні шари промивають водою 3 × 30 мл і декілька разів такими ж порціями 5%-вого розчину соди (для вилучення залишків сірчаної кислоти) до нейтральної реакції середовища за універсальним індикатором. Органічний шар сушать над безводним сульфатом натрію протягом 30 хв., обережно декантують від осаду сульфату натрію (осад промивають невеликою кількістю хлороформу) у зважену круглодонну колбу і відганяють хлороформ за допомогою вакуумного роторного випаровувача.

Отриманий осад суміші продуктів розділяють за допомогою колоночної хроматографії, використовуючи як елюент суміш гексану і діетилового ефіру у співвідношенні 7:3, відповідно. Одержані фракції випаровують за допомогою вакуумного роторного випаровувача.

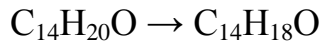
Зважують, визначають температуру топлення, проводять спектральний аналіз.

### 8. Спостереження

Маса продукту - г.

Температура топлення - °С.

### 9. Розрахунок виходу



За методикою		Для даного досліду	
Теоретичний вихід	204,31	202,29	Теоретичний вихід
	10	X	
X=9,9 г			
Практичний вихід	7,9 г		Практичний вихід
Відсоток виходу від теоретичного		80%	Відсоток виходу від теоретичного

### Висновок:

### Примітки

1. Користуючись описом синтезу, визначте послідовність виконання експериментальних операцій.

2. Синтез проводять у витяжній шафі.

### Контрольні запитання

1. Як визначають температуру топлення?
2. В чому полягає процес екстрагування і на якому законі він базується?
3. Наведіть механізм реакції.
4. В чому полягає процес хроматографічного розділення, яким рівнянням описується даний процес? За рахунок чого відбувається розділення?

## Лабораторна робота №5

Тема роботи: Добування каркасних гідроксипохідних

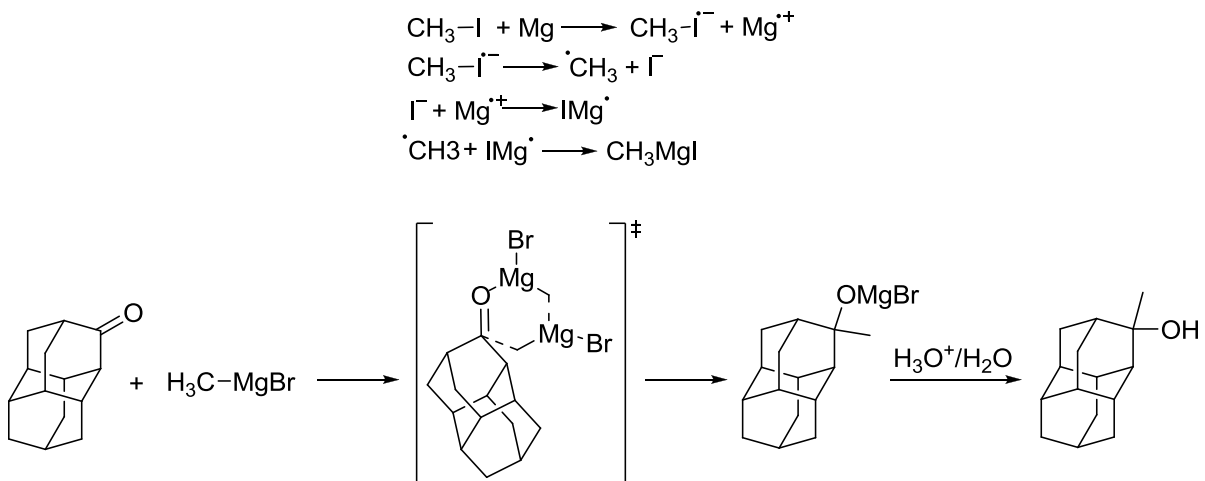
Мета роботи: Синтез 3-метилдіамантан-3-олу

При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами та металічним магнієм, освоїти прийоми роботи з гетерогенними та охолоджувальними сумішами, навчитися готувати реактив Грін'єра, проводити екстрагування, висушування та випарювання органічних речовин.

Тривалість виконання: 12 годин.

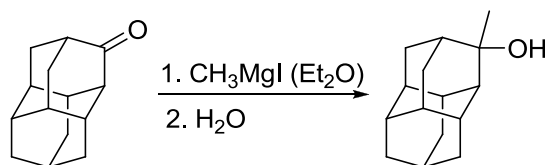
### I. Теоретична частина

3-Метилдіамантан-3-ол утворюється з кількісним виходом при взаємодії діамантанона з метилмагніййодидом в ефірному розчині. Механізм реакції:

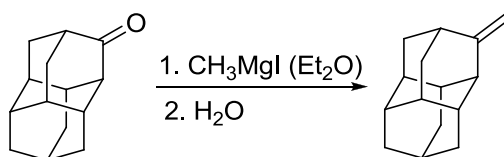


### II. Експериментальна частина

#### 1. Основні реакції:



## 2. Побічні реакції:



## 3. Фізико-хімічні константи речовин

Речовина	Молекулярна маса	Густина, г/см <sup>3</sup>	T <sub>топ</sub> , °C	T <sub>кип</sub> , °C	Розчинність		
					H <sub>2</sub> O	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	CHCl <sub>3</sub>
C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> O	202,29	-	197	-	-	+	+
Mg	24,31	1,737	750	1105	-	-	-
CH <sub>3</sub> I	141,94	2,279	-66,5	42,43	+	+	+
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	74,12	0,714	-116	35,6	-	+	+
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	1,84	-10,4	279,6	+	+	+
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	142,04	2,68	884	-	+	-	-
C <sub>15</sub> H <sub>22</sub> O	218,33	-	238	-	-	+	+

## 4. Розрахунок рецептури:

а) за методикою взято:

C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O – 10 г, або 10/202,29 = 0,049 моль;

Mg – 5 г, або 5/24,31 = 0,206 моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{надл} = n_p/n_T$ ;  $K_{надл} = 0,206/0,049 = 4,197$ ,

де  $n_p$  – кількість моль магнію, взята за рецептом;

$n_T$  – кількість моль магнію, необхідна за рівнянням реакції.

CH<sub>3</sub>I – 10 мл, або 10\*2,279=22,79 г, або 22,79/141,94=0,161 моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{надл} = n_p/n_T$ ;  $K_{надл} = 0,161/0,049 = 4,197$

б) для даного досліду:

## Результати розрахунку рецептури

Речовина	За методикою			Коефіцієнт надлишку	Для даного досліду		
	мл	г	моль		мл	г	моль
C <sub>14</sub> H <sub>18</sub> O	-	10	0,049	-			
Mg	-	5	0,206	4,197			
CH <sub>3</sub> I	10	22,79	0,161	3,277			

## 5. Підготовка вихідних реагентів

### 5.1. Підготовка діамтанону

Безпосередньо перед проведенням синтезу добре висушений діамтанон необхідно ретельно розтерти порціями у фарфоровій ступці.

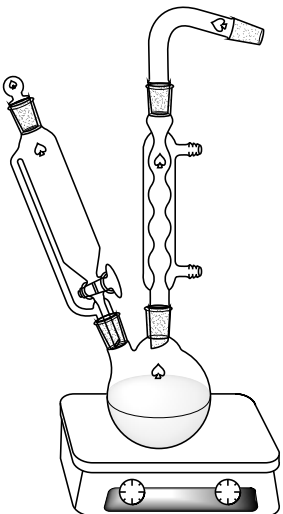
### 5.2. Приготування реактива Грін'єра

**УВАГА!** Вся реакційна апаратура повинна бути ретельно висушена.

Синтез проводять у двугорлій круглдонній колбі, яка обладнана ефективним зворотним холодильником та крапельною лійкою повинні бути закриті свіжоприготованими хлоркальцієвими трубками. Необхідно забезпечити ефективне перемішування.

В колбу занурюють 5 г магнієвих ошурок і 10 мл абсолютного діетилового ефіру. При перемішуванні додають з крапельної лійки 0,5 мл метилйодида. Початок реакції визначають за помутнінням і розігріванням ефіру. Якщо реакція не починається, до реакційної суміші додають кристалик йоду або краплю тетрахлоретану і трохи підігривають на водяній бані. Після початку реакції повільно додають при перемішуванні розчин 9,5 мл метил йодиду в 10 мл абсолютного діетилового ефіру. Швидкість додавання регулюють у залежності від інтенсивності кипіння реакційної маси. При надто бурхливому кипінні колбу трохи охолоджують водяною банею. Після додавання всієї кількості ефірного розчину метил йодиду, реакційну суміш кип'ятять на водяній бані до практично повного розчинення магнію (приблизно 0,5 г).

## 6. Обладнання і прилади

Схема приладу	Основна апаратура	Місткість
	Реактор круглдонний двогорлий	250 мл
	Мішалка магнітна	
	Якір магнітної мішалки	
	Водяна баня	250 мл
	Хлоркальцієва трубка	
	Крапельна лійка	10мл
	Зворотній холодильник	
	Ділильна лійка	250 мл
	Плоскодонна колба 3.шт	100 мл
Круглдонна колба	50 мл	

## 7. Хід роботи<sup>1,2</sup>

### 7.1. Виконання синтезу

До приготованого розчину реактива Гріньяра повільно додають при перемішуванні розчин 10 г діамантанону у 10 мл абсолютного діетилового ефіру. Після додавання всієї кількості адамантанону реакційну суміш кип'ятять при перемішуванні на водяній бані протягом 2,5 год і охолоджують.

### 7.2. Виділення продукту

До охолодженої реакційної суміші обережно додають по краплям при інтенсивному перемішуванні і охолодженні водою 10 мл води. Утворений осад основних солей магнію розчиняють при додаванні 10 мл 20%-вої сірчаної кислоти при перемішуванні і охолодженні. Далі все, що міститься в колбі, переносять у ділильну лійку, відокремлюють ефірний шар, а водний шар екстрагують ефіром  $3 \times 20$  мл. Об'єднані ефірні шари промивають водою порціями по 20 мл до нейтральної реакції за універсальним індикатором і сушать над безводним сульфатом натрію протягом 0,5 години.

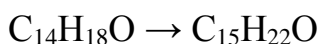
Ефірний розчин обережно декантують від осаду сульфату натрію (осад промивають невеликою кількістю сухого ефіру) у зважену круглодонну колбу і відганяють ефір на вакуумному роторному випаровувачі до сталої маси. Зважують, визначають температуру топлення, проводять спектральний аналіз.

## 8. Спостереження

Маса продукту - г.

Температура топлення - °С.

## 9. Розрахунок виходу



За методикою		Для даного досліду	
Теоретичний вихід	202,29	218,33	Теоретичний вихід
	10	X	
X=10,8 г			
Практичний вихід	10,4 г		Практичний вихід
Відсоток виходу від теоретичного		97%	Відсоток виходу від теоретичного

## **Висновок:**

### **Примітки**

1. Користуючись описом синтезу, визначте послідовність виконання експериментальних операцій.
2. Синтез проводять у витяжній шафі.

### **Контрольні запитання**

1. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?
2. Як визначають температуру топлення?
3. В чому полягає процес екстрагування?
4. Наведіть механізм реакції Грін'єра.
5. Як визначити у гетерогенній системі вода-органічна речовина, що знаходиться у нижньому шарі?

## Лабораторна робота №5

Тема роботи: Добування каркасних тіолів

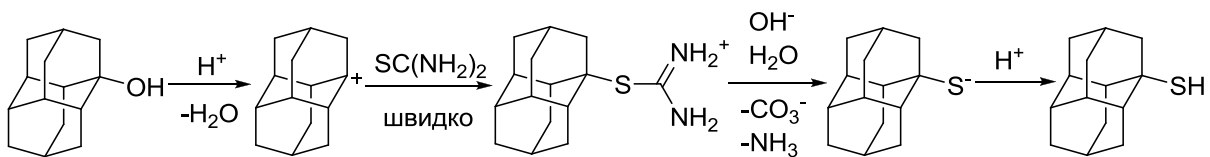
Мета роботи: Синтез 1-діамантантіолу

При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами, кислотами та лугами, освоїти прийоми роботи з гетерогенними та охолоджувальними сумішами, навчитися проводити екстрагування, висушування та випарювання органічних речовин та очищення їх за допомогою колоночної хроматографії.

Тривалість виконання: 12 годин.

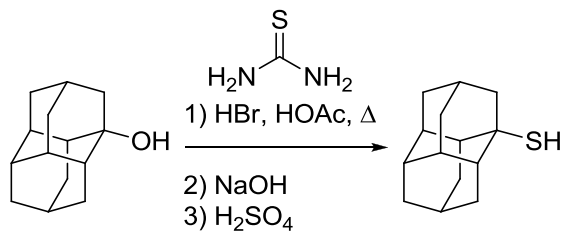
### I. Теоретична частина

Основним методом селективного синтезу третинних каркасних тіолів є взаємодія тіосечовини з каркасним гідроксипохідними у присутності бромоводню та оцтової кислоти:

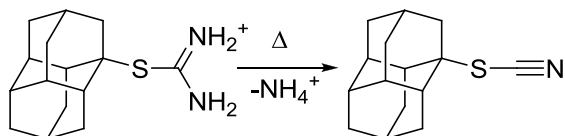


### II. Експериментальна частина

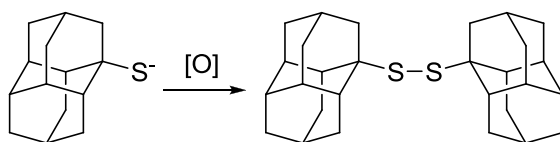
#### 1. Основні реакції:



#### 2. Побічні реакції:







### 3. Фізико-хімічні константи речовин:

Речовина	Молекулярна маса, г/моль	Густина, г/см <sup>3</sup>	T <sub>топ</sub> , °C	T <sub>кип</sub> , °C	Розчинність		
					H <sub>2</sub> O	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH	CHCl <sub>3</sub>
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> O	204,31	-	293	-	-	+	+
CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S	76,12	1,4	182	-	+	+	+
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O	60,05	1,05	16,75	118,1	+	+	+
HBr	80,92	3,5	-88	-67	+	+	+
NaOH	39,99	1,83	323	1408	+	+	+
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	98,08	1,84	-10,38	279,6	+	+	-
C <sub>14</sub> H <sub>20</sub> S	220	-	228	-	-	+	+

### 4. Розрахунок рецептури:

а) за методикою взято:

C<sub>14</sub>H<sub>20</sub>O - 0,204 г, або  $0,204/204,31 = 0,001$  моль;

CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S - 3,8 г, або  $3,8/76,12 = 0,049$  моль;

Коефіцієнт надлишку становить  $K_{надл} = n_p/n_T$ ;  $K_{надл} = 0,049/0,001 = 49$   
де  $n_p$  - кількість моль тіосечовини, взята за рецептом;

$n_T$  - кількість моль тіосечовини, необхідна за рівнянням реакції

C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O - 17 мл ( $17 \cdot 1,05 = 17,85$  г), або  $17,85/60,05 = 0,295$  моль;

HBr - 8,5 мл ( $8,5 \cdot 3,5 = 29,75$  г), або  $29,75/80,92 = 0,368$  моль;

15%-й розчин NaOH - 200 мл (потрібно твердого NaOH - 35 г);

50%-й розчин H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> - 50 мл (потрібно 25 мл H<sub>2</sub>O і 25 мл H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

б) для даного досліді:

## Результати розрахунку рецептури

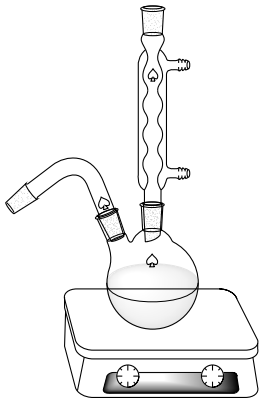
Речовина	За методикою			Коефіцієнт надлишку	Для даного досліджу		
	мл	г	моль		мл	г	моль
$C_{14}H_{20}O$	-	0,204	0,001	-			
$CH_4N_2S$	-	3,8	0,049	49			
$C_2H_4O$	17	17,85	0,295	-			
HBr	8,5	29,75	0,368	-			
p-n NaOH	200	35 (тв)	0,875	-			
p-n $H_2SO_4$	50	-	-	-			

### 5. Підготовка вихідних реагентів

#### 5.1. Підготовка гідроксидіамантану та тіосечовини

Безпосередньо перед проведенням синтезу добре висушені гідроксидіамантан та тіосечовину необхідно ретельно розтерти порціями у фарфорових ступках.

### 6. Обладнання і прилади

Схема приладу	Основна апаратура	Місткість
	Реактор круглодонний двогорлий	50 мл
	Мішалка магнітна	
	Якір магнітної мішалки	
	Масляна баня	250 мл
	Гідрозатвор	
	Трубка для току аргону	
	Зворотний холодильник	
	Склянка	1500 мл
	Баня з льодом	500 мл
	Крапельна лійка	
	Термометр	
	Ділильна лійка	1000 мл
Плоскодонна колба 3.шт	500 мл	
Круглодонна колба	100 мл	

### 7. Хід роботи<sup>1,2</sup>

#### 7.1. Виконання синтезу

В двогорлий реактор, оснащений зворотним водяним холодильником з гідрозатвором і трубкою для току аргону, завантажують

при перемішуванні магнітною мішалкою льодяну оцтову кислоту (112,5 мл), бромоводневу кислоту (56 мл), розчиняють тіосечовину 25,1 г (0,33 моль), після розчинення усієї тіосечовини додають 1-гідроксидіамантан 1,35 г (6,6 ммоль). Кип'ячать протягом 4-х годин під атмосферою аргону.

### 7.2. Виділення продукту

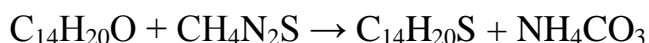
Гарячу реакційну суміш порціями виливають у 1320 мл 15%-го розчину NaOH, використовуючи баню з льодом<sup>3</sup>. Реакційну суміш витримують 1 год. при кімнатній температурі і перемішуванні. Потім охолоджують до 10 °С, за допомогою льодяної бані, і додають по краплям 50%-вий розчин H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, підтримуючи температуру не вище 10 °С, до рН 2-3<sup>4</sup>. Реакційну суміш екстрагують CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, органічний шар промивають розчином Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> і сушать над Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Упарюють розчинник, отриманий осад розділяють на силікагелі (n-гексан) отримуючи продукт реакції.

### 8. Спостереження:

Маса продукту – г .

Температура топлення – °С.

### 9. Розрахунок виходу:



За методикою			Для даного досліду		
Теоретичний вихід	204,31	220	Теоретичний вихід	204,31	220
	0,20431	X		1,35	X
X=0,22 г			X=1,45 г		
Практичний вихід	0,176 г		Практичний вихід	1,165	
Відсоток виходу від теоретичного		80%	Відсоток виходу від теоретичного		

### Висновок:

### Примітки

1. Користуючись описом синтезу, визначте послідовність виконання експериментальних операцій.
2. Синтез проводять у витяжній шафі.

3. Гарячий розчин слід виливати у розчин лугу невеликими порціями, щоб уникнути перегрівання, інакше буде протікати побічний процес.

4. Розчин сірчаної кислоти треба додавати дуже повільно при цьому реакційна суміш повинна дуже швидко перемішуватися. Якщо під рукою не має універсального індикаторного паперу, то за кольором реакційної суміші можна слідкувати, коли буде досить додавати кислоту. При досягненні рН 2-3 реакційна суміш сіріє і випадає осад.

### **Техніка безпеки**

1. Перед початком перевірити чи працюють витяжні шафи.

2. Льодяну сірчану кислоту і бромоводневу відміряти тільки у витяжній шафі у захисних окулярах і гумових рукавичках.

3. При вливанні у розчин лугу гарячий розчин реакційної суміші уникати проливання і розбризкування. Процес проводити у захисних окулярах і гумових рукавичках.

4. При приготуванні розчину гідроксиду натрію і сірчаної використовувати захисні окуляри і гумові рукавички, уникати розбризкування. Якщо розчин лугу потрапив на шкіру, то промити місце водою і обробити розчином оцтової кислоти, а потім протиопіковою маззю. При потрапленні кислоти на шкіру також промити місце водою, обробити розчином соди і змазати протиопіковою маззю.

### **Контрольні запитання**

1. Як визначають температуру топлення?

2. В чому полягає процес екстрагування і на якому законі він базується?

3. Наведіть механізм тіонування.

4. Наведіть методи добування каркасних гідрокси-похідних.

5. Що є вирішальним при виборі холодильника (водяний чи повітряний) для кип'ятіння органічних речовин?

6. В чому полягає процес хроматографічного розділення, яким рівнянням описується даний процес? За рахунок чого відбувається розділення?

7. Яку роль відіграє бромоводнева кислота у реакції?

## Перелік рекомендованих літературних джерел

1. Рыклис С.Г., Высоцкая М.П.. Лабораторное руководство по синтезу промежуточных продуктов и красителей. Киев. Изд-во КГУ, 1958. 192 с.
2. Методичні вказівки з техніки експерименту в органічній хімії для студентів хіміко-технологічного факультету / Укладачі О. І. Василькевич, А. О. Кушко, Т. Л. Первішко та ін. – К.:КІП, 1995. – 75 с.
3. Diamantane. II.Preparation of Derivatives of Diamantane / T. M. Gund, M. Nomura, and P. v. R. Schleyer // J. Org. Chem. – 1974. – V.39, №20 – P. 2987–2994.
4. Functionalized Nanodiamonds Part 3: Thiolation of Tertiary/Bridgehead Alcohols / B. A. Tkachenko, N. A. Fokina, L. V. Chernish, J. E. P. Dahl, S. Liu, R. M. K. Carlson, A. A. Fokin, and P. R. Schreiner // Org. Lett. – 2006. – V.8, №9 – P. 1767–1770.
5. The Chemistry of Diamantane. Part 1. Synthesis and Some Functionalisation Reactions / T. Courtney, D. E. Johnston, M. A. McKerverey and J. J. Rooney // J.C.S. Perkin I. – 1972. –P. 2691–2696.