

Лабораторная работа

Качественные реакции на органические соединения

Цель работы

Проведение химических реакций, имеющих значение для аналитической химии, освоение основных приемов проведения качественного анализа.

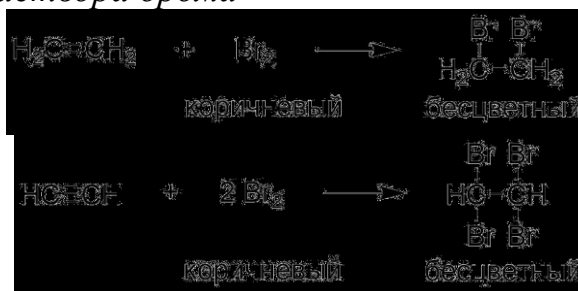
Теоретические положения

Для определения принадлежности неизвестного вещества к тому или иному классу соединений проводят **функциональный (качественный) анализ**. Качественные реакции – это реакции, позволяющие отнести органическое соединение к определенному классу. Реакции должны сопровождаться видимыми изменениями: появление, исчезновение или изменение окраски, выделение газа, выпадение или исчезновение осадка. Кроме того, качественные реакции должны протекать быстро и не требовать сложного оборудования. Как правило, качественные реакции проводятся в пробирках.

Качественные реакции на непредельные связи

К непредельным соединениям относят алкены, диены, алкины. Такие соединения лучше всего идентифицировать по обесцвечиванию бромной воды или раствора брома в четыреххлористом углероде или холодного разбавленного раствора перманганата калия (проба Байера).

Обесцвечивание раствора брома



Методика выполнения работы:

В пробирку поместите 1–2 мл бромной воды, добавьте несколько капель гептена-1 или гексена-1. Взболтайте смесь. Взболтайте смесь и обратите внимание на изменение окрашивания.

Обесцвечивание водного раствора перманганата калия



Методика выполнения работы:

В пробирку поместите 1–2 мл водного раствора KMnO_4 , добавьте несколько капель гептена–1 или гексена–1. Взболтайте смесь и обратите внимание на изменение окрашивания.

Качественные реакции на концевую тройную связь

Алкины с тройной связью на конце молекулы называют терминальными алкинами. Они проявляют свойства кислот, то есть способны замещать водород при углероде с тройной связью на металл и образовывать соли – ацетилениды. Ацетилениды тяжелых металлов нерастворимы в водных растворах.



Методика выполнения работы:

В пробирку поместите 1 мл фенилацетилена и несколько капель $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH}$. Встряхните пробирку. Обратите внимание на выпадение осадка.

Качественные реакции на органические галогениды

Проба Бейльштейна – качественный метод определения галогенов (кроме фтора) в исследуемом образце. Метод основан на образовании летучих галогенидов меди, окрашивающих пламя в зелёный цвет. Благодаря простоте проведения, проба широко использовалась для экспрессанализа органических галогенидов. Появление зеленой окраски обусловлено взаимодействием оксида меди (II) с галогенсодержащими органическими соединениями и продуктами их окисления, которое приводит к образованию летучих галогенидов меди (I), окрашивающих пламя:



Некоторые органические соединения, не содержащие галогенов, но образующие летучие соединения меди, также способны давать положительную пробу Бейльштейна (оксихинолин, нитрилы, мочевины и тиомочевины и т. п.).

Методика выполнения работы:

На конце медной проволоки делают петлю и прокалывают ее в пламени горелки до тех пор, пока она не перестанет окрашивать пламя в зеленый цвет. Затем проволоку охлаждают, петлю смачивают или посыпают исследуемым веществом и снова вносят в пламя. В случае присутствия в пробе галогена пламя окрашивается в зеленый (или сине–зеленый) цвет. Хлориды и бромиды меди окрашивают пламя в сине–зеленый цвет, йодид меди – в зеленый цвет.

Качественные реакции на спирты

Окисление спирта хромовой смесью

Первичные и вторичные спирты легко окисляются хромовым ангидридом или бихроматом в водном растворе серной кислоты. В течение нескольких секунд прозрачный оранжевый раствор становится голубовато-зеленым и мутнеет. Третичные спирты данной реакции не проявляют.



Методика выполнения работы:

В пробирку вносят 2 мл этанола, добавляют 1 мл 2 н раствор H_2SO_4 и 2 мл 0,5 н раствор $K_2Cr_2O_7$. Взбалтывают смесь и следят за изменением окрашивания.

Реакция спиртов с активными металлами

Спирты являются слабыми кислотами, более слабыми, чем вода. Поэтому они не реагируют с гидроксидом натрия. Обнаружить кислотные свойства спиртов, то есть непосредственно заместить водород гидроксильной группы на металл, можно лишь при действии на спирты натрия и калия. При этом образуются соли спиртов, называемые алкоголятами. Видимым результатом такой реакции является растворение металла и выделение пузырьков водорода. Водный раствор алкоголята натрия можно обнаружить по реакции с фенолфталеином, который в щелочной среде дает фиолетовое окрашивание.

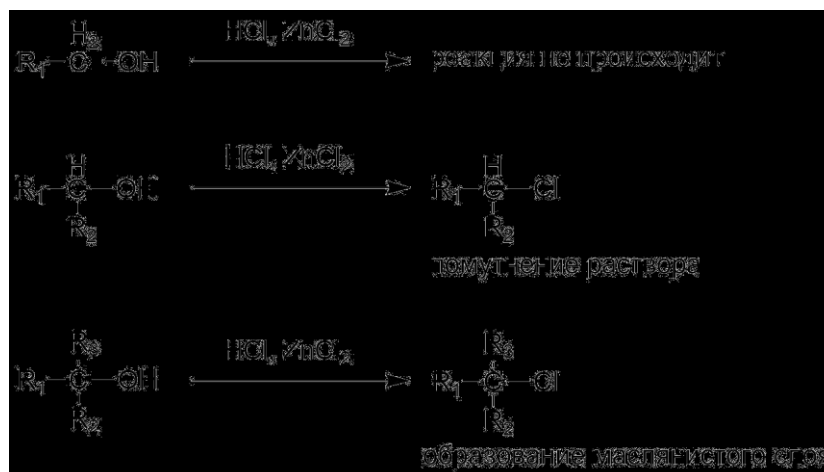


Методика выполнения работы:

Поместить 1–2 мл спирта на чашу Петри и добавить очищенные от керосина и от корочек маленькие кусочки металлического натрия. После растворения всего натрия прибавить равный объем воды и несколько капель фенолфталеина. В ходе выполнения работы следят за выделением пузырьков водорода и изменением окрашивания после добавления фенолфталеина.

Реакция спиртов с реактивом Лукаса (проба Лукаса)

Для того чтобы установить, является ли контрольное вещество первичным, вторичным или третичным спиртом, используют пробу Лукаса.

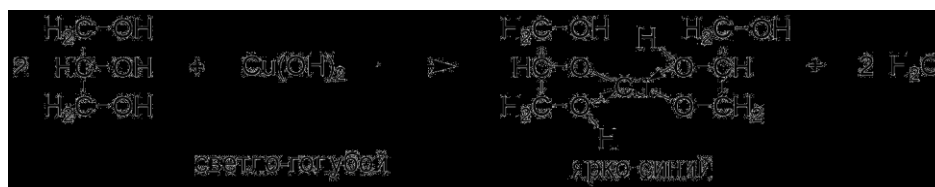


Методика выполнения работы:

К 1 мл анализируемого спирта добавляют 6 мл реактива Лукаса (раствор 110 г безводного хлористого цинка в 100 мл концентрированной соляной кислоты), смесь взбалтывают и оставляют стоять 1–2 мин. Если спирт первичный, раствор останется прозрачным, если вторичный – произойдет помутнение жидкости, а если третичный – на дне образуется маслянистый слой алкилгалогенида.

Качественные реакции на многоатомные спирты

В отличие от одноатомных спиртов многоатомные спирты взаимодействуют с гидроксидами тяжелых металлов. Нерастворимый в воде $\text{Cu}(\text{OH})_2$ голубого цвета растворяется в глицерине с образованием ярко-синего глицерата меди (II).



Методика выполнения работы:

В пробирку наливают 1 мл 10% раствора CuSO_4 и добавляют немного 10% раствора NaOH до образования голубого осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2$. К полученному осадку добавляют по каплям глицерин. Взбалтывают смесь и следят за изменением окрашивания: превращение голубого осадка в раствор темно-синего цвета.

Качественные реакции на альдегиды

Реакция «серебряного зеркала». Реакция Толленса.

Реакция «серебряного зеркала». Реакция Толленса. Основана на окислении альдегидов и кетонов аммиачным раствором оксида серебра, при этом серебро восстанавливается до металла, и визуальным результатом реакции является блестящий налет серебра на поверхности стекла:



Методика выполнения работы:

В пробирку наливают 1 мл 10 % раствора AgNO_3 , 1 мл дистиллированной воды, 10–12 капель 15 % раствора аммиака и 3–4 капли формалина, встряхивают и слегка подогревают пробирку в пламени горелки. Через несколько секунд наблюдается образование серебряного зеркала на стенках пробирки.

Реакция Феллинга.

Реакция Феллинга основана на окислении альдегидов соединениями меди (II). Результат реакции – выпадение нерастворимого в воде осадка окиси меди (I) кирпично–красного цвета.

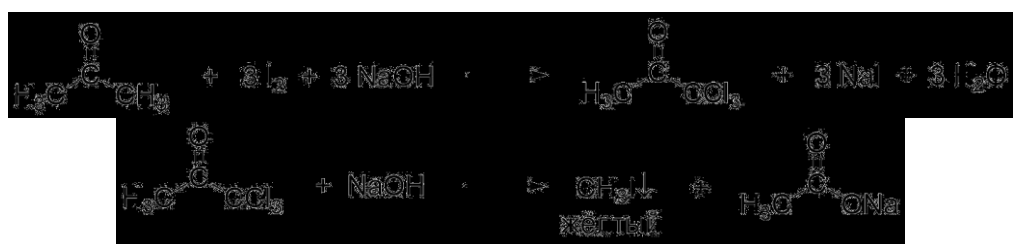


Методика выполнения работы:

В пробирку наливают 1 мл раствора CuSO_4 (реактив Феллинга №1) и добавляют 1 мл раствора сегнетовой соли и NaOH (реактив Феллинга №2) до образования голубого осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2$. К полученному осадку добавляют по каплям раствор формалина. Затем нагревают пробирку на пламени горелки до начала побурения раствора. Далее реакция идет без нагревания с образованием красного осадка окиси меди (I).

Иодоформная реакция

В иодоформную реакцию вступают этаналь, метилкетоны, этанол и вторичные спирты, образующие при окислении метилкетоны.



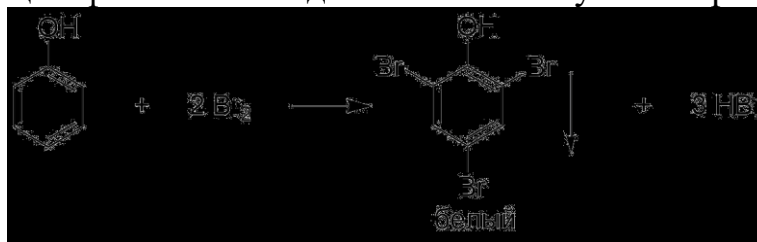
Методика выполнения работы:

В пробирку помещают 1 каплю раствора иода, добавляют по каплям 10% раствор NaOH до обесцвечивания. Затем прибавляют 1 каплю ацетона. При слабом нагревании выпадает желто–белый осадок с характерным запахом иодоформа.

Качественные реакции на фенолы

Реакция фенола с раствором брома

Взаимодействие фенола с бромной водой может использоваться для обнаружения фенола, при этом выпадает осадок 2,4,6–трибромфенола. При низкой концентрации фенола наблюдается лишь помутнение раствора.

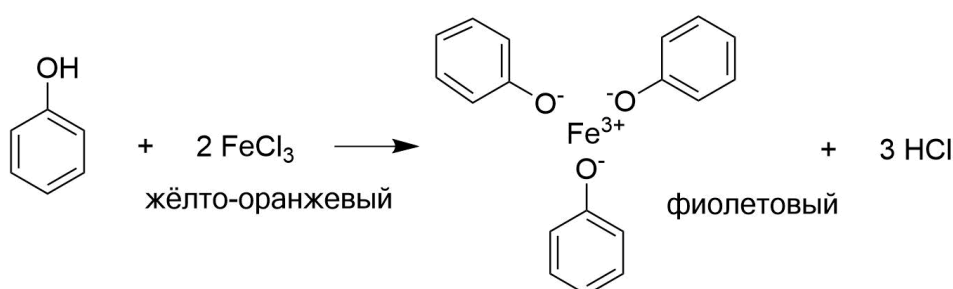


Методика выполнения работы:

В пробирку наливают 3 мл бромной воды (насыщенный раствор брома в воде), добавляют 1 мл 5 % раствора фенола и 1 каплю раствора щелочи, после чего наблюдается выпадение белого осадка.

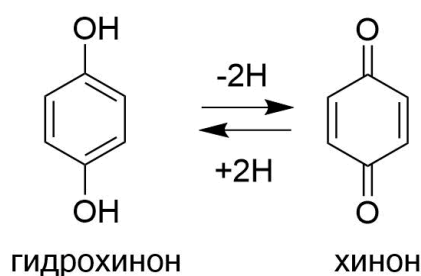
Реакция фенола с раствором хлорида железа (III).

При взаимодействии фенола с раствором хлорида железа (III) образуются интенсивно окрашенные комплексные соединения.



Методика выполнения работы:

В пять пробирок наливают 2–3 мл 5 % раствора фенола, 1 % раствор резорцина, 1 % раствор гваякола, 1 % раствор пирокатехина, 1% раствор гидрохинона. В каждую пробирку добавляют по несколько капель 1 % раствора FeCl_3 . В пробирках появится различное окрашивание: с фенолом – фиолетовое; с резорцином – темно–фиолетовое; с гваяколом – зеленое; с пирокатехином – сначала изумрудно–зеленое, переходящее при сильном разбавлении водой в фиолетово–синее, а при добавлении раствора ацетата натрия или раствора щелочи темно–красное; с гидрохиноном – сначала зеленое, затем бурое.



Качественные реакции на карбоновые кислоты

Реакция с раствором карбоната натрия.

Карбоновые кислоты обладают значительно более высокой кислотностью по сравнению со спиртами и фенолами. Они вступают в реакцию нейтрализации не только со щелочами, но и карбонатами и гидрокарбонатами щелочных металлов. Карбоновые кислоты вытесняют угольную кислоту из растворов ее солей. При этом выделяется углекислый газ и происходит вспенивание раствора. По этой очень простой пробе можно легко отличить карбоновые кислоты от спиртов и других органических соединений.

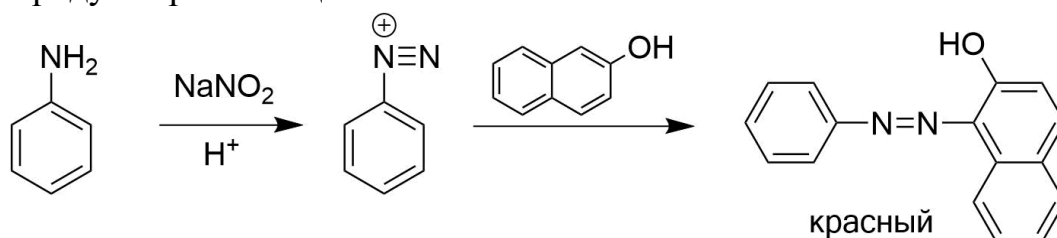


Методика выполнения работы:

В раствор лимонной или щавелевой кислоты приливают раствор карбоната натрия. В результате наблюдается бурное вспенивание – выделение углекислого газа.

Качественные реакции на первичные ароматические амины

Качественной реакцией на первичные ароматические амины может быть реакция азосочетания соли бензолдиазония с щелочным раствором β-нафтола, дающая продукт красного цвета.



Методика выполнения работы:

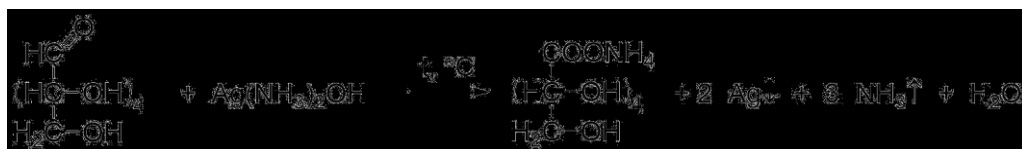
В пробирке смешивают 1 мл анилина, 8 мл воды и 2-3 мл концентрированной соляной кислоты. Полученный прозрачный раствор хлорида фениламмония охлаждают снегом или водой со льдом. Отдельно готовят раствор 0,8 г нитрита натрия в 2 мл воды и медленно по каплям добавляют его в охлажденный раствор анилина, продолжая охлаждение до температуры 0–5 °С. Каплю полученного раствора соли бензолдиазония наносят на фильтровальную бумагу, рядом наносят каплю свежеприготовленного раствора β-нафтола (2 г β-нафтола растворяют в 40 мл 10 % раствора NaOH и доводят водой до 100 мл). В месте слияния двух пятен появляется полоса красного цвета (продукт азосочетания – азокраситель).

Качественные реакции на моносахариды

Глюкоза является альдоспиртом и поэтому проявляет свойства альдегидов и многоатомных спиртов.

Реакция «серебряного зеркала». Реакция Толленса.

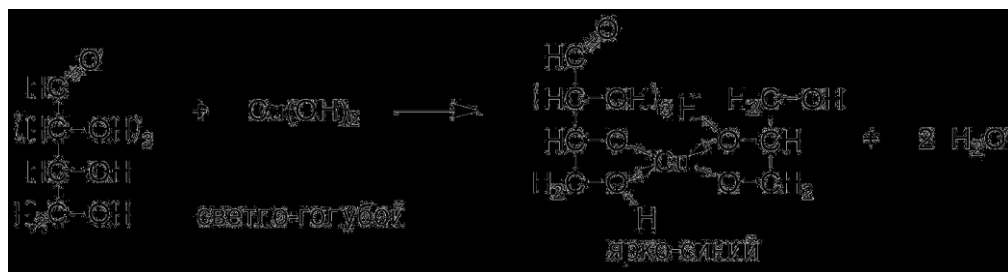
Реакция Толленса основана на окислении альдегидов и кетонов аммиачным раствором оксида серебра, при этом серебро восстанавливается до металла, и визуальным результатом реакции является блестящий налет серебра на поверхности стекла:



Методика выполнения работы:

В пробирку наливают 1 мл 10 % раствора AgNO_3 и добавляют по каплям 1 мл раствора аммиака, при этом образуется серый осадок, который растворяется в избытке аммиака. Затем добавляют несколько капель раствора NaOH . К полученной смеси приливают 1 мл раствора глюкозы и пробирку слегка подогревают на водяной бане или в пламени горелки. Через несколько секунд наблюдается образование серебряного зеркала на стенках пробирки.

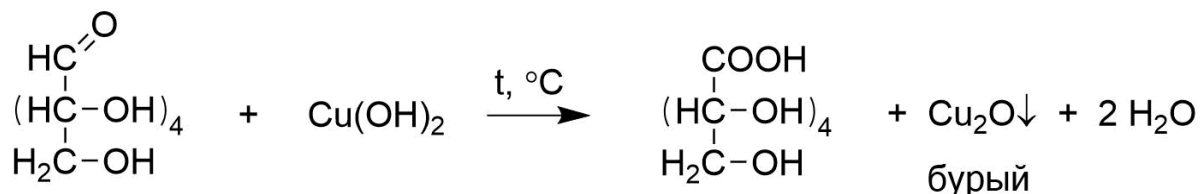
Реакция с $\text{Cu}(\text{OH})_2$ по гидроксильным группам (образование алкоголятов)



Методика выполнения работы:

В пробирку наливают 1 мл 10 % раствора CuSO_4 и добавляют немного 10 % раствора NaOH до образования голубого осадка $\text{Cu}(\text{OH})_2$. К полученному осадку добавляют по каплям раствор глюкозы и взбалтывают, при этом наблюдают окрашивание раствора в ярко-синий цвет.

Реакция с $\text{Cu}(\text{OH})_2$ на альдегидные группы (реакция Фелинга)



Методика выполнения работы:

Отдельно в сосудах готовят два раствора: в 25 мл воды растворяют 2 г CuSO_4 (раствор 1); в 20 мл воды растворяют 8 г сегнетовой соли и добавляют раствор 8 г NaOH в 7 мл воды (раствор 2).

В пробирке смешивают по 1 мл раствора 1 и раствора 2, при этом образуется жидкость синего цвета (реактив Фелинга). К полученному реактиву Фелинга приливают 1 мл раствора глюкозы и 1 мл воды, после чего смесь нагревают на водяной бане. Наблюдается постепенное исчезновение синей окраски раствора и образование красного осадка закиси меди.