

## Лабораторна робота № 1

### Багатокомпонентний синтез етил 4-арил-6-метил-2-оксо-1,2,3,4-тетрагідропіримідин-5-карбоксилату з використанням ультразвукової активації

#### Обладнання:

Лабораторний халат, рукавички та окуляри (принести з собою);

Ультразвукова баня, 44 кГц;

Електронні ваги;

Зворотний холодильник;

Магнітна мішалка з нагрівом;

Магнітний якірець;

Масляна баня;

Круглодонна термостійка колба, 10 мл;

Колба Бунзена, 100 мл;

Воронка Бюхнера;

Вакуумний роторний випаровувач;

Фільтрувальний папір;

Водострумний насос;

ЯМР спектрометр; Ампули для реєстрації ЯМР спектрів;

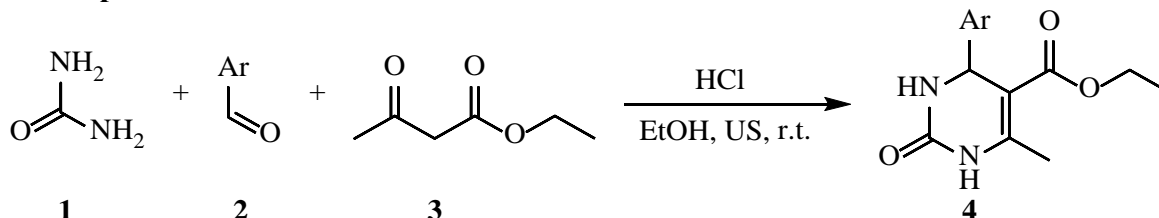
Шпателі;

Піпетки

#### Реактиви:

Сечовина; ароматичний альдегід; етиловий естер ацетооцтової кислоти; етанол; хлороводнева кислота; вода; ДМСО-d<sub>6</sub>.

#### Схема реакції:



#### Методика синтезу:

У круглодонній колбі на 10 мл розчинити 1.5 ммоль сечовини **1** у суміші 2 мл етанолу та 1 краплі концентрованої хлороводневої кислоти. До одержаного розчину додати 1 ммоль етилового естеру ацетооцтової кислоти **3** та 1 ммоль ароматичного альдегіду **2**. Колбу закрити плівкою та помістити в ультразвукову баню на 2 години. Не допускати перегріву розчину! Одержаний розчин упарити насухо на вакуумному роторному випаровувачі. До твердого залишку додати води. Одержану суміш відфільтрувати на воронці Бюхнера, осад висушити та зважити. Ідентифікувати одержану сполуку методом <sup>1</sup>H ЯМР спектроскопії, розрахувати практичний вихід продукту реакції.

#### Питання для допуску до виконання роботи:

1. Хід виконання роботи та техніка безпеки.

#### Контрольні питання:

1. Визначення багатокомпонентних та лінійних реакцій.
2. Взаємодія ультразвукового випромінювання з речовиною і його вплив на хімічні процеси.

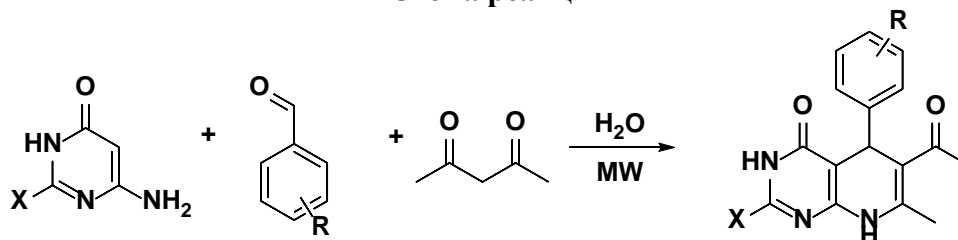
3. Переваги та недоліки багатокомпонентних реакцій порівняно з постадійними перетвореннями.
4. Фактори, які впливають на ефективність дії ультразвукового опромінення.
5. Запропонуйте механізм реакції. Навіщо необхідно використовувати кислотний каталіз?
6. Хемо- и регіоселективність реакцій. Позиційні та регіоізмери.
7. Переваги та недоліки обладнання, яке можна використовувати для проведення синтезів під дією ультразвукового опромінення.
8. Класифікація багатокомпонентних реакцій.
9. Кількісні критерії «зеленої хімії».
10. Розшифруйте спектр  $^1\text{H}$ -ЯМР. На чому базується метод  $^1\text{H}$ -ЯМР спектроскопії? Чому для одержання спектрів  $^1\text{H}$ -ЯМР використовують дейтеровані розчинники? Якими ще методами можна ідентифікувати одержану сполуку?

**Лабораторная работа №2**  
**Мікрохвильовий синтез 5,8-дигідропіrido[2,3-*d*]піримідину**

**Оборудование и реактивы:**

- |  |                                      |
|--|--------------------------------------|
| • лабораторний халат та перчатки                             | • фільтрувальний папір               |
| • мономодовий мікрохвильовий реактор Anton Paar Monowave 300 | • водострумінний насос               |
| • мікрохвильовий вайл  | • шпателі                            |
| • септи та кришки для закриття вайла                         | • 2-заміщений-6-аміноурацил          |
| • колба Бунзена  | • ацетилацетон                       |
| • воронка Бюхнера  | • дистильована вода                  |
| • піпетки  | • ароматичний альдегід               |
|  | • насичений розчин бісульфіту натрію |

**Схема реакції**



**Виконання роботи:**

У мікрохвильовий вайл G10 поміщаємо 2-заміщений-6-аміноурацил (1,59 ммоль), ацетилацетон (3,18 ммоль) та вказаний альдегід (1,59 ммоль). До одержаної суміші додаємо 3 мл води. Вайл закриваємо та нагріваємо реакційну суміш при 180°C протягом 10 хвилин у мікрохвильовому реакторі. Далі без виділення продукта до суміші додаємо 1 мл насиченого розчину бісульфіту натрію і нагріваємо суміш ще протягом 5 хвилин при 95°C у мікрохвильовому реакторі. Утворений осад фільтруємо, сушимо на повітрі та віддаємо для реєстрації <sup>1</sup>H ЯМР-спектра.

**Контрольні питання:**

1. Вплив мікрохвиль на перебіг хімічного процесу.
2. Переваги та недоліки мікрохвильового нагрівання у порівнянні з термічним.
3. Типи мікрохвильових реакторів.
4. Можливі механізми утворення продукту. Навіщо додають бісульфіт натрію?
5. Номенклатура ІЮПАК одержаної сполуки. Кількість стереоізомерів. Побічні продукти.
6. Розшифровка <sup>1</sup>H ЯМР-спектра.

## Лабораторна робота №3 Мікрохвильова сушка сипучих речовин

**Мета роботи:** Вивчення кінетики мікрохвильової сушки сипучих речовин на прикладі крохмалю.

### Обладнання:

- 1) Мікрохвильова лабораторна установка Мікро-Лаб, що складається з мікрохвильового багатомодового резонатора, давачів температури (ІЧ-пірометр) і тиску, блоку управління.
- 2) Електронні ваги.
- 3) Водокільцевий вакуумний насос або мембранний насос (для створення вакууму в МХ резонаторі).
- 4) Мембранний вакуумний насос (для фільтрування).
- 5) Колба Бунзена.
- 6) Воронка Бюхнера.
- 7) Хімічний стакан.
- 8) Шпатель.
- 9) Штатив.
- 10) Тара для сушки з радіопрозорого матеріалу.

### Матеріали:

крохмаль;  
вода дистильована;  
фільтрувальний папір.

### Методика експерименту:

- 1) Зважену на електронних вагах кількість крохмалю (50,0 г) залити дистильованою водою, перемішати і віджати на воронці Бюхнера за допомогою мембранного вакуумного насоса.
- 2) Висипати вологий крохмаль в попередньо зважену пластикову тару, зважити зразок разом з тарою і помістити в мікрохвильовий резонатор на скляну підставку.  
***Тумблером включити обертання підставки!***
- 3) Встановити кришку на резонатор.
- 4) Включити живлення установки, струм розжарення магнетрона, дати прогрітись протягом 1-2 хв.
- 5) На приладах блоку управління встановити робочі параметри процесу: температуру, тиск, режим роботи магнетрона.
- 6) Включити вакуумний водокільцевий або мембранний насос, попередньо переконавшись, що на вакуумній лінії встановлений затискач. Поступово відпускаючи затискач, відкачати повітря з резонатора до досягнення постійного тиску (за показаннями приладу на блоці управління). За допомогою дроселя, розташованого на стінці резонатора, невеликим напуском повітря встановити робочий тиск в камері 9-10 кПа.
- 7) Включити магнетрон і почати сушку, стежачи за показаннями приладів (***Увага !!! Не допускати падіння тиску в резонаторі нижче 7 кПа***). У лабораторному журналі періодично (з інтервалом 1-2 хв.) фіксувати значення температури (показання ІЧ-

пірометра). Сушити крохмаль до постійної ваги, періодично зважуючи крохмаль разом з тарою (на початку сушіння - через кожні 1-2 хв., далі - через кожні 5 хв.)  
8) На підставі отриманих результатів побудувати інтегральну і диференціальну криві сушіння, а також термограму процесу. Розрахувати швидкості сушіння на різних етапах. За отриманими кривими визначити етапи сушки, критичну вологість крохмалю і тип матеріалу, що висушується.

#### **Контрольні питання:**

1. Що таке сушка? Види сушки.
2. Класифікація висушуваних матеріалів. Форми зв'язку вологи з матеріалом.
3. Рівняння перенесення вологи. Рушійна сила процесу сушіння. Коефіцієнти дифузії і їх залежність від вологості і температури.
4. Які матеріали можна висушувати в мікрохвильовому полі? Класифікація речовин за здатністю поглинати мікрохвильове випромінювання.
5. Принципові відмінності термічного і мікрохвильового нагріву. Причини прискорення сушки в мікрохвильовому полі.
6. Графічне визначення швидкості сушіння. Етапи сушки. Визначення типу матеріалу, що висушується, за видом кінетичної кривої сушки.
7. Що таке критична вологість матеріалу? Визначення критичної вологості за кривими сушки.

#### **Рекомендована література:**

1. Муштаев В.И., Ульянов В.М. Сушка дисперсных материалов. М.: Химия, 1988.
2. Лыков А.В. Теория сушки. М.: Энергия, 1968.
3. Молчанов Г.И. Интенсивная обработка лекарственного сырья. М.: Медицина, 1981. - с.с. 145-154.

## Лабораторна робота № 4 Комплекс «Гість-господар»

### Синтез комплексу кукурбіт [6] урілу з пиридином та його розкладання

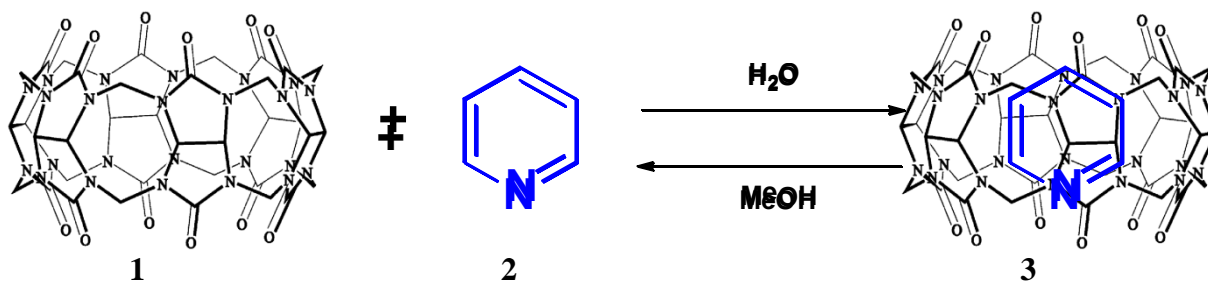
#### Обладнання:

Лабораторний халат, окуляри і рукавички (принести з собою);  
електронні ваги;  
магнітна мішалка;  
магнітний якір;  
круглodonна термостійка колба, 50 мл;  
колба Бунзена, 100 мл;  
воронка Бюхнера;  
фільтрувальний папір;  
водострумний насос;  
ЯМР спектрометр; ампули для реєстрації ЯМР спектрів;  
шпателі;  
піпетки.

#### Реактиви:

Кукурбіт [6] уріл;  
піридин;  
метанол;  
вода.

#### Схема взаємодії:



#### Методика синтезу комплексу:

У круглodonну термостійку колбу на 50 мл, поміщають магнітний якір, роблять суспензію наважки 0.5г кукурбіт [6] урілу **1** в 10 мл води, потім додають розрахункову кількість пиридину **2** (необхідно розрахувати, враховуючи поглинання 1: 1 по молям, плюс 5-10 % надлишок). Суміш перемішують протягом 30 хвилин за кімнатної температури. Осад комплексу фільтрують на воронці Бюхнера і промивають мінімальною кількістю води. Отриманий продукт сушать на повітрі. Будову комплексу **3** підтверджують методом <sup>1</sup>H-ЯМР спектроскопії.

#### Методика розкладання комплексу:

Наважку комплексу кукурбіт [6] урілу з пиридином **3** 0.5г поміщають в колбу на 50 мл і додають 10 мл метанолу. Суміш перемішують протягом 30 хвилин, осад фільтрують на воронці Бюхнера і промивають мінімальною кількістю метанолу. Отриманий продукт сушать в сушильній шафі при 120°C. Будову молекули-господаря підтверджують методом <sup>1</sup>H-ЯМР спектроскопії.

### **Контрольні питання:**

1. Зміст роботи і техніка безпеки.
2. Визначення супрамолекулярної хімії.
3. Ротоксани, катенани, комплекс гість-господар.
4. Процес утворення комплексу гість-господар.
5. Трагування  $^1\text{H}$ -ЯМР спектру продукту.