

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Кафедра теоретичної та прикладної хімії

Методичні вказівки і інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Лабораторний практикум з органічного синтезу”

Лабораторна робота №2
Отримання α -D- і β -D-глюкопіранози

Затверджено на засіданні кафедри теоретичної та прикладної хімії
(протокол № 1 від “30” серпня 2017 р.)

Завідувач кафедрую _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала _____ Федорченко С.В.

Івано-Франківськ
2017

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

1. **ТЕМА:** отримання α -D- і β -D-глюкопіранози.

2. **МЕТА:** вивчити типи реакцій, що використовуються в органічному синтезі; синтетичні методи побудови карбонового скелету молекул, зокрема, перегрупування органічних сполук.

2.1. У результаті проведення практичних (семінарських, лабораторних) занять студенти повинні:

знати

- теоретичні основи будови, ізомерії і номенклатури досліджуваних органічних сполук;
- техніку безпеки при проведенні хімічних експериментів;
- методику проведення хімічних експериментів;
- основні фізико-хімічні властивості речовин, способи їх одержання, застосування

вміти

- працювати з хімічним посудом, органічними речовинами;

- складати установки одержання речовин;

- встановлювати будову органічних сполук, виходячи з результатів аналізу;

- складати електронні та структурні формули речовин, складати рівняння реакцій, що характеризують властивості вивчених речовин, обчислювати масу, об'єм або кількість речовини за відомими даними, вихід продукту реакції, характеризувати окремі представники досліджуваних сполук, писати ізомери, рівняння реакцій одержання, хімічних властивостей органічних сполук

- виконувати обчислення за рівняннями хімічних реакцій;
- застосовувати основні поняття, закони та моделі органічних речовин та їх реакційної здатності в хімічній технології;
- виконувати вимоги безпечної роботи з хімічними об'єктами.

2.2. Самостійна робота на занятті:

- виконання тестових або індивідуальних завдань (перевірка домашньої самопідготовки).

- виконання лабораторної роботи;

- аналіз та обговорення основних питань, корекція вихідного рівня знань ;

- обговорення та математична обробка експериментальних результатів;

- обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

3. РЕАКТИВИ І ОБЛАДНАННЯ:

3.1. D-глюкоза; льодяна оцтова кислота; абсолютний етиловий спирт.

3.2. Хімічна склянка об'ємом 50 мл; нагрівальний прилад; водяна баня; лійка Бюхнера; вакуумний насос, поляриметр.

4. ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

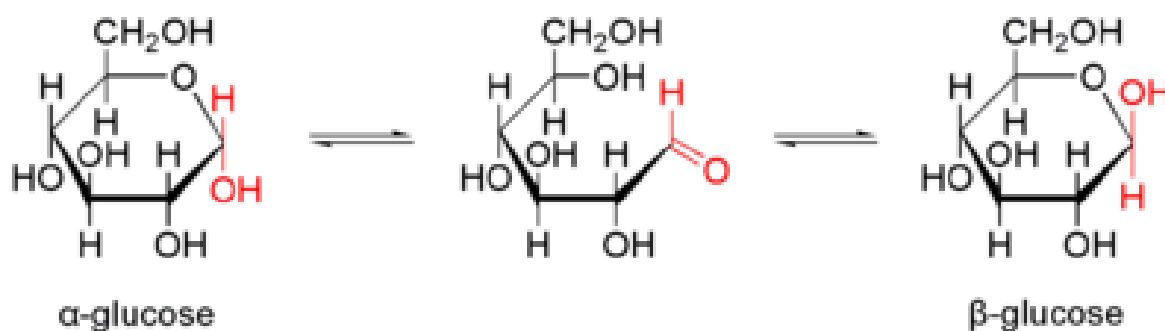
Мутаротація (від лат. *muto* “змінюю” та лат. *rotatio* “обертання”) – самовільна зміна величини обертання площини поляризації світла, притаманна свіжовиготовленим розчинам деяких оптично активних сполук. Дещо більш обмежене визначення: самовільна зміна величини обертання площини

поляризації світла, яка супроводжує епімеризацію. Каталізується кислотами та основами.

Зміна оптичного обертання розчинів, пов'язана з епімеризацією, зокрема при геміацетальному атомі С. Наприклад, при встановленні таутомерної рівноваги між ациклічними альдозою або кетозою та їх ізомерами у фуранозній або піранозній формах, швидкість якої каталізується кислотами та основами.

Мутаротація властива моносахаридам, відновлювальним полісахаридам, лактонам тощо.

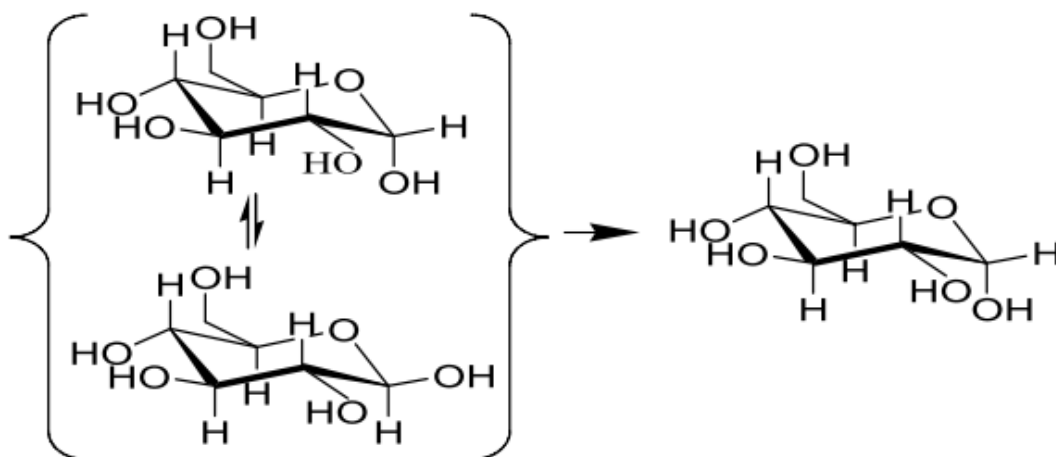
Найвідоміший приклад — мутаротація свіжого розчину глюкози, що пояснюється встановленням такої рівноваги:



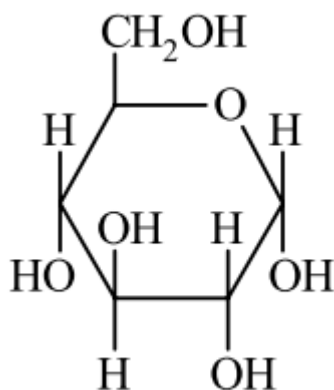
Тверда фаза складається з β -форми, а у водному розчині в рівновазі присутні 38 % α -форми та 62 % β -форми. Оскільки ці дві форми є діастереомерами, вони характеризуються різним значенням питомого обертання площини поляризації. На встановлення такої рівноваги потрібен певний час, протягом якого оптична активність розчину змінюється.

5. ЗМІСТ РОБОТИ

5.1. Отримання α -D-глюкопіранози

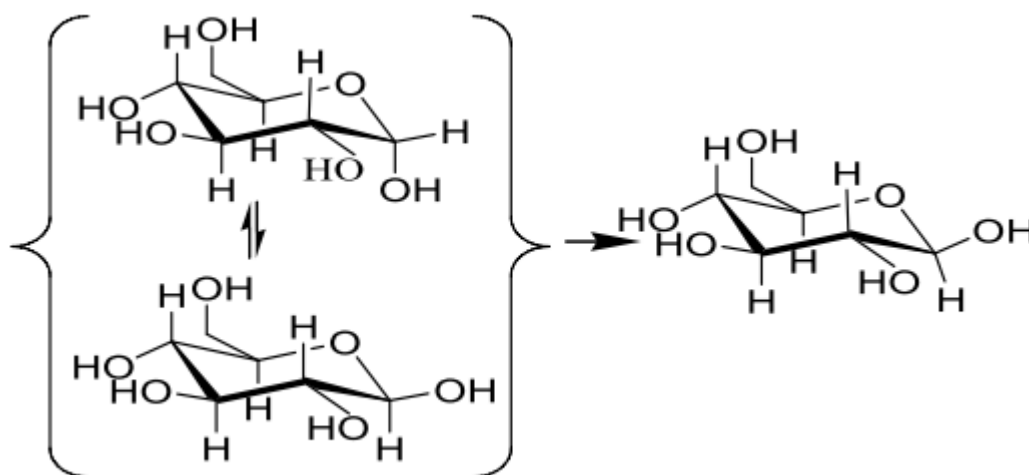


У хімічній склянці місткістю 50 мл на водяній бані (на поверхню води для зменшення випаровування води додають парафін) розчиняють 5 г D-глюкози в 2,5 мл води. Склянку знімають з водяної бані і додають, при перемішуванні, 10 мл холодної крижаної оцтової кислоти. Під час додавання кислоти, поволі утворюються кристали безводної **α -D-глюкопіранози**, які фільтрують з використанням вакууму на лійці Бюхнера, промивають спиртом і сушать.



Вихід: 3,7–4,0 г (близько 75-80%); $[\alpha]_D^{20} = +110^\circ$.

5.2. Отримання β -D-глюкопіранози



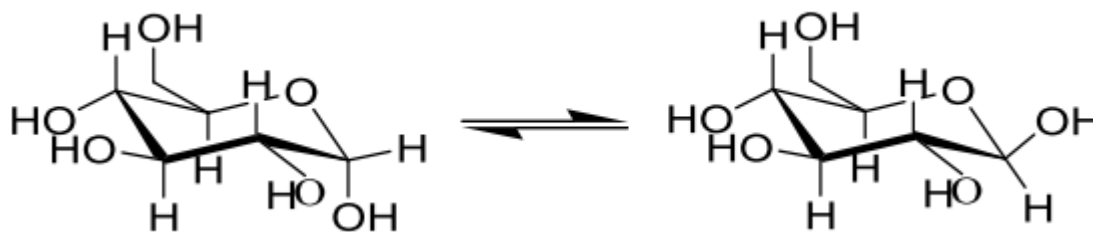
На водяній бані, а потім на полум'ї газового пальника (або іншого нагрівального приладу) нагрівають у склянці 0,5 мл води з 5 г глюкози до її повного розчинення. Склянку ставлять на гарячу водяну баню (на поверхню води для зменшення випаровування води потрібно додати парафіну) і додають 6 мл крижаної оцтової кислоти, заздалегідь нагрітої до 100°C . Під час розмішування продукт швидко кристалізується, його фільтрують з

використанням вакууму на лійці Бюхнера та сушать. Речовина містить приблизно 93% β -форми; $[\alpha]_D^{20} = +24,5^\circ$.

Для отримання чистої β -форми D-глюкопіранози потрібно провести перекристалізацію, але успіх гарантований за швидкого виконання операцій.

Для перекристалізації воду охолоджують до 0°C (на кожен 1 грам продукту витрачається 1 мл води), а потім у ній **швидко** та **енергійно** розчиняють продукт. За декілька секунд розчин фільтрують, фільтрат змішують з абсолютним спиртом (по 5 мл абсолютного спирту на кожен 1 грам неочищеної β -D-глюкопіранози). Чиста β -D-глюкопіраноза, яка кристалізується в даних умовах, має $[\alpha]_D^{20} = +19,6^\circ$. Її швидко фільтрують та висушують.

5.3. Дослідження мутаротації розчинів α -D-глюкопіранози та β -D-глюкопіранози (дослід впродовж одного дня – 8 годин).



Рівні наважки α - та β -циклічних форм глюкози швидко розчиняють, включивши секундоміри, в однаковій кількості води (готують приблизно 0,4–0,5 %-ні розчини, об'єм залежить від розміру поляриметричної трубки) та заливають в кювети до поляриметра. Попередньо ознайомившись із інструкцією до використання поляриметра, проводять вимірювання кутів обертання розчинів від моменту початку мутаротації (момент розчинення кристалічних форм) до утворення розчинів з однаковими значеннями кутів обертання і будують графічну залежність кута обертання від часу – рівновага досягається протягом близько 8 годин.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Поясніть, за якими реакціями можна відрізнити: а) мальтозу й сахарозу; б) глюкозу й фруктозу; в) D-гліцериновий альдегід і глюкозу?
2. Поясніть на прикладі D-глюкози, D-рибози та мальтози, у чому сутність явища мутаротації. Запишіть схеми перетворень, формули таутомерів.
3. Вкажіть на основні відмінності у будові молекул амілози й амілопектину, амілопектину й глікогену?

4. Який гідроксил має назву напівацетальний або глікозидний? Яке походження цієї групи? Які сполуки називають глікозидами?

5. Які моносахариди називають фуранозами, а які – піранозами? Які фактори викликають їх утворення?

ЛІТЕРАТУРА

1. Практикум з методології органічного синтезу: Матеріал прикладного характеру для студентів хімічних спеціальностей // Фізер М.М., Кривов'яз А.О., Сливка М.В., Лендел В.Г. – Ужгород: кафедра органічної хімії ДВНЗ «УжНУ», 2019. – 92 с.
2. Голубчиков, О. А. Органический практикум: учеб. пособие / О. А. Голубчиков, Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2014. – 139 с.
3. Лабораторный практикум по синтезу промежуточных продуктов и красителей: учеб. пособие для вузов/ Под ред. А. В. Ельцова. –Л.:Химия, 1985.
4. Органикум. Практикум по органической химии. В 2 т. – М.: БИНОМ, 2008.
5. Бюлер К., Пирсон Д., Органические синтезы. В 2 т. – М.: Мир, 1973.
6. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С., Лабораторные работы в органическом практикуме. – М.: Химия, 1974.
7. Гитис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии. – М.: Высшая школа, 1991.
8. Вейганд-Хильгетаг Ф.Х.Г. Методы эксперимента в органической химии. – М.: Химия, 1968.
9. Васильев Н.В., Смолина Т.А., Тимофеева В.К., Куплетская Н.Б., Птицына О.А. Органический синтез. – М., 1986.