

ЛЕКЦІЯ 1

ВСТУП ДО КУРСУ «ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ»

План

1. Мета, завдання курсу «Техніка експерименту».
2. Особливості хімічного експерименту: планування експерименту, ведення лабораторного журналу.
3. Пошук інформації з хімії.

1. Мета, завдання курсу «Техніка експерименту»

Перш ніж приступити до будь-якого хімічного експерименту, необхідно придбати навички роботи з лабораторним обладнанням, лабораторним хімічним посудом та оволодіти технікою хімічного експерименту.

Хіміки сторіччями вдосконалювали прийоми роботи з речовиною, винаходили різний хімічний посуд і пристосування до нього для здійснення тієї чи іншої операції. Одні прийоми робіт увійшли до класики проведення хімічного експерименту, інші мають історичне значення. У результаті багаторічної роботи хіміків накопичений величезний досвід у виконанні різних синтезів у лабораторних умовах, у дослідженні речовин та їх сумішей.

Метою викладання навчальної дисципліни «Техніка експерименту» є формулювання у студентів розуміння про принципи постановки сучасного хімічного експерименту, основні фізико-хімічні методи очистки, виділення та ідентифікації хімічних сполук, прийнятих на сучасному рівні науки.

Основним **завданням** вивчення дисципліни «Техніка експерименту» є вивчення теоретичних і практичних основ хімічного експерименту для вирішення конкретних науково-дослідницьких задач.

Згідно з вимогами освітньої (освітньо-професійної, освітньо-наукової) програми студенти повинні досягти таких результатів навчання (компетентностей):

– оперувати знаннями про основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного експерименту; особливості проведення перекристалізації, перегонки, екстракції, сублімації, визначення температури плавлення, визначення температури кипіння, визначення густини рідини за допомогою ареометра, визначення показника заломлення за допомогою рефрактометра;

– застосовувати основні знання під час зважування на технохімічних, торсійних, аналітичних, електронних терезах під час експериментальної роботи;

– користуватися хімічним (скляним, фарфоровим) посудом і сучасним лабораторним обладнанням хімічної лабораторії; готувати приблизні і точні розчини, розчини з фіксаналів;

– оперувати знаннями про розчини і розчинність речовини; основні способи вираження концентрації розчинів; техніку приготування і зберігання приблизних розчинів солей, лугів, кислот; способи одержання металів, оксидів, основ, солей;

– застосовувати теоретичні знання хімічного експерименту для вирішення конкретних науково-дослідницьких задач;

– використовувати в роботі довідкову, навчальну літературу, знаходити інші необхідні джерела інформації та працювати з ними.

Базовими для успішного засвоєння курсу «Техніка експерименту» є знання, отримані студентами під час навчання у середній загальноосвітній школі, зокрема «Хімія», «Біологія», «Екологія».

Своєю чергою техніка експерименту є основою для вивчення дисциплін «Неорганічна хімія», «Аналітична хімія», «Органічна хімія», «Фізична хімія».

2. Особливості хімічного експерименту: планування експерименту, ведення лабораторного журналу

Планування хімічного експерименту починається з ґрунтовного, критичного читання методики синтезу, подальшого її обговорення з викладачем, науковим керівником. Потім виписують всі вихідні речовини з константами і контролем ступеня чистоти.

Вихідні сполуки тривалого зберігання слід очистити або перегонкою, або кристалізацією, або хроматографічно. Більшість розчинників перед використанням, також слід перегнати. Проводять перерахунок кількостей вихідних речовин в залежності від потреби сполук, які синтезують або наявності цих сполук. Продумують деталі реакційного приладу, способи перемішування і нагрівання.

Ведення лабораторного журналу – невід’ємна найважливіша частина в дослідницькій роботі.

Багато хто стикався з проблемою, що через тиждень або місяць після проведення досліду стає неможливо згадати деякі особливості експерименту, які при повторному проведенні того ж експерименту виявляються критичними. Найчастіше одна і та ж реакція, залежно від умов, може призводити до різних продуктів.

Порівнявши записи в лабораторному журналі, можна визначити, що і яким чином впливає на хід реакції.

1. Лабораторний журнал.

Для лабораторного журналу потрібно: зошит у клітинку формату А4 або А5 (якщо почерк дрібний) в твердій палітурці, так як журнал постійно переноситься з місця на місце, і кладеться не завжди на чисті поверхні.

Кожен експеримент краще починати з нового аркуша (сторінки), оскільки найчастіше хімікам доводиться робити паралельно і інші реакції.

2. Структура.

1) Назва та номер експерименту

Кожен новий дослід повинен мати свій номер в лабораторному журналі (наприклад, В1). Для відповідних аналізів (ЯМР, ІЧ, елементний аналіз і т. ін.), можливо вказувати номер В1-1, В1-2 (наприклад, два зразки речовин, що віддали на проведення ЯМР-спектрів).

Бажано, щоб кожен дослід мав власну назву (наприклад, «Одержання реактиву Гриньяра», «Визначення впливу води на хід реакції» і т. ін.),

що дозволяє швидко визначити, якою була мета експерименту.

Необхідно вказувати джерело, звідки була взята методика (стаття, диплом, дисертація тощо), що в подальшому, зручно використовувати при оформленні звітів, написанні статей і т. ін.

2) Схема реакції; використання реагентів / розчинників

Наприклад, для роботи в області органічній хімії часто вистачає написання тільки схеми проведеної реакції, однак, не можна забувати про молярні співвідношення реагентів при розрахунках.

Зручно писати розрахунки мас, об'єму реагентів / розчинників прямо під відповідними формулами.

3) Описання реакції

У даному розділі описують, як проводили реакцію. Записують своїми словами свої дії і спостереження, ні в якому разі не слід переписувати методику зі статті або чужого журналу.

Вказувати слід все, що може вплинути на хід реакції або виділення:

– якість речовин, які використовували і способи їх очищення, якщо очищення проводилася до реакції;

– температуру кімнати, якщо реакція йде при кімнатної температури;

– температуру бані, якщо реакція йде при нагріванні;

– тиск, якщо проводиться проста перегонка, фракційна або перегонка у вакуумі;

– температуру кипіння при перегонці;

– кількість розчинника при екстракції;

– кількість силікагелю і елюенту, які використовували для хроматографії;

– елюент для колонкової хроматографії та тонкошарової хроматографії;

– R_f продуктів і вихідних речовин;

– час реакції;

– час витримування з осушувачем і багато іншого, що може бути важливо при повторному проведенні хімічного експерименту.

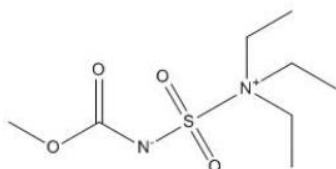
4) Результати аналізів, вихід і чистота

Необхідно вказувати результати елементного аналізу, вимірювання температури плавлення та температури кипіння; визначення чистоти продукту (ЯМР, хроматографія: ВЕРХ, ГРХ і т. ін.); вихід продукту.

Приклад 1. URL: <https://ua.bloomtechz.com/synthetic-chemical/burgess-reagent-synthesis-cas-29684-56-8.html>



ACHIEVE CHEM-TECH CHEMICALS CAS 29684-56-8



burgess reagent synthesis

Chemical Formula: $C_8H_{18}N_2O_4S$

Exact Mass: 238

Molecular Weight: 238

m/z: 238 (100.0%), 239 (8.7%), 240 (4.5%)

Elemental Analysis: C, 40.32; H, 7.61; N, 11.76; O, 26.85; S, 13.45

Берджесс Реагент Синтез CAS 29684-56-8

Код продукту: BM-1-2-102

Англійська назва: Burgess Reagent

Номер CAS: 29684-56-8

Молекулярна формула: $C_8H_{18}N_2O_4S$

Молекулярна маса: 238,3

Номер EINECS: 629-648-8

Код HS: 29299090

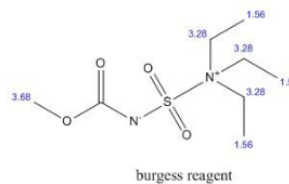
Analysis items: HPLC>99.0%, PX-MC

Основний ринок: США, Австралія, Бразилія, Японія, Німеччина, Індонезія, Великобританія, Нова Зеландія, Канада тощо.

Виробник: BLOOM TECH Changzhou Factory

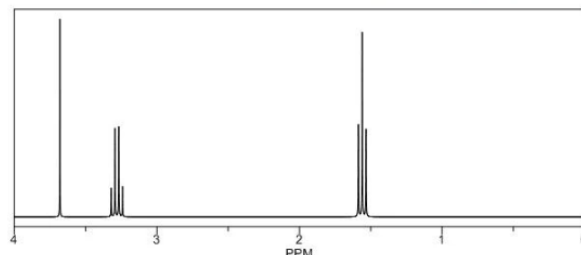
Технологічна служба: відділ досліджень і розробок.-4

ChemNMR 1H Estimation



burgess reagent

Estimation quality is indicated by color: good, medium, rough



Синтетична хімічна речовина

Органічний проміжний продукт

Косметичний

Добавка

Пептид

API (лише дослідження)

Органічні матеріали

Стероїд

Хімічний реагент

Основні хімічні речовини

Нові матеріали OLED

Certificate of Analysis

Compound Information

Product Name:	Burgess reagent
Cat. No.:	1028629
CAS No.:	29684-56-8
Molecular Formula:	$C_8H_{18}N_2O_4S$
Molecular Weight:	238.30
Chemical Structure:	

Batch Information

Batch No.:	LF0228124258
Storage:	-20°C, stored under nitrogen
Mfg. Date:	2022-03-01
Retest Date:	2025-02-28
Origin:	Shanghai, China

QC Summary

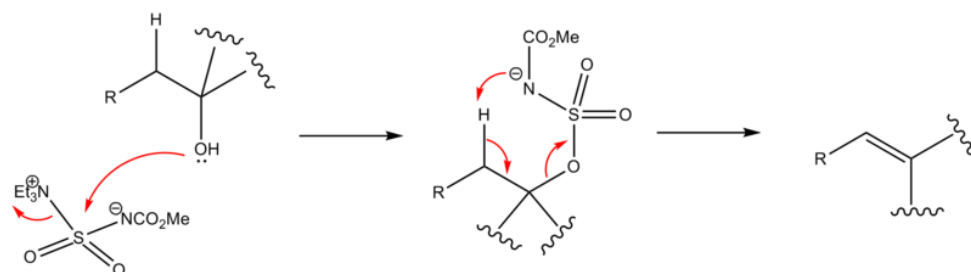
Appearance:	White to off-white (Solid)
1H NMR Spectrum:	Consistent with structure
Purity (NMR):	≥98.0%
Water(KF):	0.06%
Conclusion:	The product has been tested and complies with the given specifications.

Приклад 2. URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Burgess_reagent

From Wikipedia, the free encyclopedia

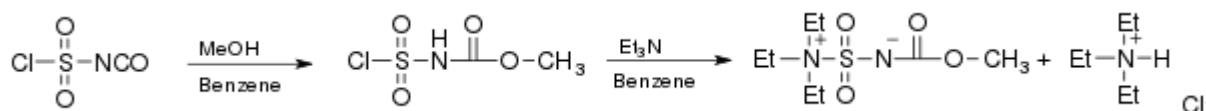
The Burgess reagent (methyl *N*-(triethylammoniumsulfonyl)carbamate) is a mild and selective dehydrating reagent often used in organic chemistry. It was developed in the laboratory of Edward M. Burgess at Georgia Tech.

The Burgess reagent is used to convert secondary and tertiary alcohols with an adjacent proton into alkenes. Dehydration of primary alcohols does not work well. The reagent is soluble in common organic solvents and alcohol dehydration takes place with syn elimination through an intramolecular elimination reaction. The Burgess reagent is a carbamate and an inner salt. A general mechanism is shown below.



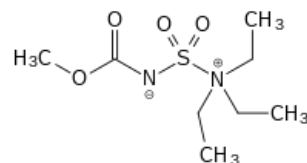
Preparation

The reagent is prepared from chlorosulfonylisocyanate by reaction with methanol and triethylamine in benzene:



IUPAC name

1-Methoxy-*N*-triethylammoniosulfonyl-methanimidate



3. Пошук інформації з хімії.

Підручники, журнали, інтернет.

Портали *Chemie.DE* (www.chemie.de), *Rolf Claessen's Chemistry Index* (www.claessen.wet/chemistry), містять велику кількість посилань на сайти наукових установ, фірм, журналів, професійних товариств і фондів, хімічні бази даних, комп'ютерні програми для хіміків тощо.

Корисним ресурсом є *Organic Chemistry Portal* (www.organic-chemistry.org).

Пошук літератури в Інтернеті.

Ресурси – *Science Direct* (www.sciencedirect.com) і портал журналів Американського хімічного товариства (www.pubs.acs.org).

Багато профільних журналів доступні на сайтах інших найбільших

видавців – *Springer* (www.springer.com), *Wiley Interscience* (www.interscience.wiley.com), *Oxford University Press* (www.oup.co.uk) та ін.

Профільне українське видання, що має повнотекстову онлайн версію – Український хімічний журнал (*Ukrainian Chemistry Journal*) (<https://ucj.org.ua/index.php/journal>); Науково-технічний журнал “Хімія та хімічні технології” (<https://science.lpnu.ua/uk/jcct>); Хімія ,фізика та технологія поверхні (<https://www.cpts.com.ua/index.php/cpts/index>); Вісник Одеського національного університету. Хімія (<http://heraldchem.onu.edu.ua/issue/archive>); Актуальні питання фармацевтичної і медичної науки та практики (<http://pharmed.zsmu.edu.ua/index>).

Однією з провідних і найкращих спеціалізованих систем пошуку наукової бібліографічної інформації є *Scirus* (www.scirus.com), що належить видавництву *Elsevier*, *Tetrahedon*, *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, системи *MedLine* та *BioMedNet*, *Scopus* (www.scopus.com), *Google Scholar* (www.scholar.google.com) – пошуковий ресурс, близький за можливостями до *Scirus*.

Велику кількість видань розміщено на порталі *BioMed Central* (www.biomedcentral.com), *Chemistry Central* (www.chemistrycentral.com).

Патенти в Інтернеті.

PCT (міжнародна система *Patent Cooperation Treaty*) (www.wipo.int/pctdb/en), *Derwent* (www.derwent.com), *Searching for patents* (<https://www.epo.org/en/searching-for-patents>).

Оптимізація пошуку.

Необхідно максимально коректно задавати умови пошуку для мінімізації кількості отриманих посилань (часто їх сотні тисяч і мільйони). Одним із найпростіших методів є пошук фрази (як правило, її необхідно взяти в лапки, замість набору ключових слів).

У найпростішому випадку включення чи виключення специфічного терміну із запиту досягається додаванням префікса + чи – перед терміном.

Наприклад, запит *drugs + anti-inflammatory-aspirin* запустить пошук протизапальних препаратів, що відмінні від аспірину.

Пошук хімічних структур у базах даних.

Більшість баз даних хімічного характеру (властивості молекул, методи синтезу, відповідна література й патенти тощо) є комерційними. Найвідоміші з них – *Beilstein*, *SciFinder*, *STN*. Безоплатний плагін *ChemDrawNet* (<https://revvitysignals.com/products/research/chemdraw>), *CheBI* (*Chemical Entities of Biological Interest*) (www.ebi.ac.uk/chebi) – база вільного доступу, *ChemSpider* (www.chemspider.com).

База *eMolecules* (www.emolecules.com) дозволяє знайти фізико-хімічні дані молекул за структурою, а також інформацію про виробників цих сполук.

Пошук виробників реагентів.

Сайти *ChemExper* (www.chemexper.com), *Chem.com* (www.chem.com), *Chemolink* (www.chemolink.com) *ChemIndustry* (www.chemindustry.com)

Програмне забезпечення.

Потужні багатофункціональні хімічні редактори *ChemDraw* (*Cambridge Soft*) та *ChemWindow* (*Softshell*) є комерційними.

Програма векторної хімічної графіки *ISIS/Draw*, комерційний пакет *ISIS/Base*, безплатна програма *Autonom* (назви хімічним структурам згідно з номенклатурою IUPAC; хімічний редактор *ChemSketch* (ACD Labs, www.acdlabs.com), *ChemSketch*, *ChemSpider*, *eMolecules* та *PubChem*, програма для обчислення logP та ін.

Загальновідомі програми для роботи з базами хімічних структур є *ISIS/Base* (MDL) та *Chemfinder* (CambridgeSoft).

Структура лабораторного журналу

Протокол № (або Робота №)

Дата (13.02.2024)

Синтез (детальне описання процесу) по стадіям.

Літературні джерела (бібліографічне описання).

1) Вихідні данні

Назва і структурна формула речовини	Мм	Константи за літературними даними	Концентрація	Кількість речовини		Надлишок
				розрахункові (моль, мл, г)	у методиці (моль, мл, г)	
1	2	3	4	5	6	7

2) Хімізм процесу:

Побічні продукти:

3) Схема приладу та список посуду, що необхідний

4) План роботи

5) Виконання роботи

6) Звіт

Назва, формула (структурна та емпірична), Мм, вихідні речовини)	Константи		Вихід		
	встановлені в роботі	за літературними даними	г	мл	% від теоретичного
1	2	3	4	5	6

Робота закінчена

Витрачено робочих днів, годин

Препарат здано

Підпис викладача