

## บทที่ 11

### โลกทัศน์กับการทำปฏิบัติการ

ในบทนี้อาจารย์ผู้ควบคุมปฏิบัติการจะให้นักศึกษาเตรียมสารจากปฏิกิริยาที่กำหนด โดยไม่บอกว่าสารตั้งต้นที่นำมาให้ทำปฏิกิริยา คือสารใด แต่จะให้ข้อมูลที่จำเป็นของสารต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้อง เช่น ข้อมูลทางกายภาพ และข้อมูลทางสเปกโทรสโกปีเป็นต้น จากนั้นนักศึกษาจะต้องสามารถบอกให้ได้ว่าสารต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องในปฏิกิริยา คือสารใดบ้าง

การทดลองในบทนี้จะไม่ให้เอกสารอ้างอิงไว้ แต่จะให้นักศึกษาภายหลังจากที่ส่งผลการทดลองพร้อมทั้งบอกว่าสารที่ไม่ทราบว่าเป็นสารใดมีสูตรโครงสร้างเป็นอย่างไร พร้อมทั้งให้คำถามเพิ่มเติมด้วย

#### การทดลองชุดที่ 1

เติมสารละลายซึ่งมีโพแทสเซียมไดโครเมต (20 กรัม) ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (27 กรัม) และน้ำ (140 มล.) ลงในแอลกอฮอล์ทุติยภูมิ A (20 กรัม) พร้อมทั้งเขย่าส่วนผสมของปฏิกิริยา เมื่อปฏิกิริยาออกซิเดชันเกิดขึ้นสมบูรณ์แล้ว แยกชั้นของคีโตนแล้วล้างด้วยน้ำ แล้วทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่น นำคีโตน B นี้มาตรวจสอบ

นำคีโตน B อีกส่วนหนึ่ง (2 กรัม) มาเตรียมออกซิม (oxime) และตรวจสอบออกซิม C ที่ได้ นำคีโตน B อีกส่วนหนึ่งมาเตรียมเฟนิลไฮดราโซน (phenylhydrazone) แล้วตรวจสอบเฟนิลไฮดราโซน D นี้

นำเฟนิลไฮดราโซน D มาส่วนหนึ่ง ผสม glacial acetic acid ลงไปประมาณ 3 เท่า โดยน้ำหนักแล้วต้มให้เดือดเบา ๆ เป็นเวลา 5 นาที ตรวจสอบสารผลิตภัณฑ์ E ซึ่งเป็นผลึกที่ได้จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

จากข้อมูลต่าง ๆ ที่ได้จากสารต่าง ๆ จงหาว่า A ถึง E คือสารใดบ้าง และให้เขียนปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นด้วย

## การทดลองชุดที่ 2

นำสาร F (10 กรัม), โซเดียมแอซีเตตที่ปราศจากน้ำ (5 กรัม) และแอซีติกแอนไฮไดรด์ (50 มล.) มาผสมกันและทำให้ร้อนด้วยหม้ออังไอน้ำ พร้อมทั้งเขย่าบ่อย ๆ จนกระทั่งได้สารละลายที่ใส ให้ความร้อนต่อไปอีก 2 ชั่วโมง แล้วเทสารละลายลงในน้ำที่มีน้ำแข็งอยู่ (ประมาณ 200 มล.) พร้อมทั้งคนแรง ๆ กรองผลึกที่ได้ นำมาบดกับน้ำแล้วกรอง นำของแข็งมาตกผลึกใหม่ด้วยเอทานอล หาเปอร์เซ็นต์ของผลผลิต (yield) ของสารผลิตภัณฑ์ G นี้ หาจุดหลอมเหลว และหาข้อมูลอื่น ๆ

นำ  $ZnCl_2$  ที่ปราศจากน้ำ (0.5 กรัม) และแอซีติกแอนไฮไดรด์ (25 มล.) มาให้ความร้อนบนหม้ออังไอน้ำจนของแข็งละลายหมด เติมสาร G ที่แห้งแล้ว (5 กรัม) ลงไป แล้วให้ความร้อนต่ออีก 30 นาที เทสารละลายลงในน้ำแล้วแยกและทำสารผลิตภัณฑ์ H ให้บริสุทธิ์โดยใช้วิธีเดียวกับกรณีของสารผลิตภัณฑ์ G หาเปอร์เซ็นต์ของผลผลิต และหาจุดหลอมเหลวของสารผลิตภัณฑ์ H และหาข้อมูลอื่น ๆ จาก H

จงหาว่าสาร F คือสารใด จากนั้นให้หาว่าสาร G และ H ควรมีโครงสร้างเป็นอย่างไร

## การทดลองชุดที่ 3

นำของแข็ง I (9 กรัม) มาบดให้ละเอียด เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นลงไป (35 กรัม) พยายามรักษาอุณหภูมิให้ต่ำกว่า  $50^{\circ}C$  ทำสารละลายนี้ให้เย็นลงระหว่าง  $0-10^{\circ}C$  และค่อย ๆ เติมส่วนผสม 1 : 1 โดยน้ำหนักของกรดซัลฟิวริกเข้มข้นและกรดไนตริกเข้มข้น (12 กรัม) พร้อมทั้งคนตลอดเวลา ปล่อยให้ส่วนผสมของปฏิกิริยาแช่อยู่ในน้ำแข็งเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นจึงเทลงน้ำที่มีปริมาตรเท่ากับส่วนผสมของปฏิกิริยาพร้อมทั้งคน นำสารละลายที่ได้มากลั่นด้วยไอน้ำเพื่อแยกสารที่เป็นน้ำมัน J ออกไป จากนั้นนำของเหลวที่ยังเหลืออยู่ในขวดกลั่นให้เย็นลงแล้วทำให้สะเทินด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ของแข็ง K แยกตัวออกมา กรองของแข็งนี้ ล้างด้วยน้ำ แล้วตกผลึกสารที่ได้ด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม หาเปอร์เซ็นต์ของผลผลิตและจุดหลอมเหลว

ให้หาว่า สาร I, J และ K ในปฏิกิริยานี้คือสารใด

#### การทดลองชุดที่ 4

ละลายสาร L (1 กรัม) ใน glacial acetic acid (15 มล.) ที่ร้อน จากนั้นเติม phenylhydrazine (2 มล.) ลงไป ทำให้ส่วนผสมของปฏิกิริยาร้อนบนหม้ออังไอน้ำเป็นเวลา 20 นาที แล้วทำให้เย็น กรองของแข็งที่ได้แล้วล้างด้วย glacial acetic acid แล้วจึงล้างด้วยเอทานอล จากนั้นจึงทำให้แห้ง ตกผลึกสารผลิตภัณฑ์ที่ได้นี้ด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม หาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตและจุดหลอมเหลว

นำสาร M (1 กรัม) มาทำปฏิกิริยาเช่นเดียวกับสาร L จนได้สารผลิตภัณฑ์ O ให้หาว่าสารผลิตภัณฑ์ N และ O คือสารใด ถ้าจำเป็นต้องทำการทดสอบเพิ่มเติมก็ให้ทำการทดลองต่อไปตามที่จำเป็น

#### การทดลองชุดที่ 5

นำส่วนผสมของสาร P (20 กรัม) กับแบเรียมไฮดรอกไซด์ที่บดเป็นผงแล้ว (2.5 กรัม) มาบรรจุในขวดก้นกลมสำหรับกลั่น จัดเตรียมคอนเดนเซอร์และภาชนะรองรับสารที่จะกลั่นตัวออกมา จัดเทอร์โมมิเตอร์ให้จุ่มอยู่ในส่วนผสมของปฏิกิริยา ทำส่วนผสมให้ร้อนขึ้นเรื่อย ๆ โดยใช้ sand bath จนของเหลวกลั่นออกมาเหลือเพียงเล็กน้อยในขวดกลั่น (ใช้เวลาประมาณ 1.5 ชั่วโมง) ระวังอย่าให้อุณหภูมิเกิน 300°C นำสารผลิตภัณฑ์ Q ที่กลั่นได้มาทำให้แห้งด้วยโพแทสเซียมคาร์บอเนตที่ปราศจากน้ำ แล้วทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่น

ให้หาว่าสาร P และ Q มีโครงสร้างเป็นอย่างไร ให้เตรียมสารอนุพันธ์ที่เหมาะสมของ Q โดยเลือกสารอนุพันธ์ที่เป็นผลึก และให้ส่งสาร Q และสารอนุพันธ์ที่ได้

