

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ  
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ**

**«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ПРОМЫШЛЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ДИЗАЙНА»**

---

**ВЫСШАЯ ШКОЛА ТЕХНОЛОГИИ И ЭНЕРГЕТИКИ**

**А.И. Смирнова, В.С. Антонова**

**ПРИКЛАДНАЯ ХИМИЯ ПРИРОДНЫХ  
СОЕДИНЕНИЙ**

**Методические указания  
к лабораторным работам**

**Санкт-Петербург  
2020**

УДК 542.9  
ББК 24.73  
С 507

Смирнова А.И., Антонова В.С. Прикладная химия природных соединений: методические указания к лабораторным работам / ВШТЭ СПбГУПТД. - СПб., 2020.– 32 с.

Настоящее пособие содержит описание лабораторных работ, необходимых при изучении курса «Прикладная химия природных соединений», а также примеры оформления полученных результатов.

Настоящие методические указания предназначены для обучающихся по направлению 18.03.01 «Химическая технология» института технологии.

Подготовлено и рекомендовано к печати кафедрой физической и коллоидной химии ВШТЭ СПбГУПТД.

Утверждено к изданию методической комиссией института технологии ВШТЭ СПбГУПТД.

© Высшая школа технологии  
и энергетики СПбГУПТД, 2020  
© Смирнова А.И., Антонова В.С.,  
2020

## Содержание

Введение .....	4
Лабораторная работа № 1 .....	6
Лабораторная работа № 2 .....	7
Лабораторная работа № 3 .....	8
Лабораторная работа № 4 .....	9
Лабораторная работа № 5 .....	11
Лабораторная работа № 6 .....	12
Лабораторная работа № 7 .....	15
Лабораторная работа № 8 .....	16
Лабораторная работа № 9 .....	17
Лабораторная работа № 10 .....	18
Лабораторная работа № 11 .....	19
Лабораторная работа № 12 .....	20
Лабораторная работа № 13 .....	21
Лабораторная работа № 14 .....	22
Лабораторная работа № 15 .....	23
Лабораторная работа № 16 .....	24
Лабораторная работа № 17 .....	25
Лабораторная работа № 18 .....	26
Лабораторная работа № 18 .....	28
Лабораторная работа № 19 .....	29

## Введение

**Прикладная химия природных соединений (ПХПС)** – раздел органической химии, изучающий химические соединения, которые входят в состав живых организмов, естественные пути их превращений и методы искусственного получения. Как наука, химия природных соединений возникла одновременно с органической химией. Необходимость выделить самостоятельную дисциплину, отделить ее от классической органической химии, возникла после накопления большого количества данных, выделение и изучение структуры и свойств химических веществ, обнаруженных в живых организмах.

Существует несколько смежных дисциплин, связанных с химией и биологией, между которыми нет четких границ. Классическая органическая химия изучает свойства соединений, относящихся к определенным классам, часто ее определяют как химию углеводов и их производных. Природные органические вещества отличаются большим разнообразием строения молекул и, хотя среди них встречаются простые структуры с одной-двумя функциональными группами, большинство из них несет несколько функциональных групп и имеет сложное строение углеродного скелета. Поэтому ПХПС характеризуют как **химию полифункциональных соединений**. То же самое можно сказать и об исследуемых химических реакциях. Органическая химия чаще всего имеет дело с реакциями, затрагивающими один реакционный центр в молекуле или одну химическую связь. В реакциях, происходящих в живом организме, участвуют одновременно несколько реакционных центров и могут образовываться или разрываться несколько химических связей за одну стадию. Реакции биосинтеза отличаются от реакций лабораторного или промышленного органического синтеза также высокой, обычно 100 % селективностью.

Совокупность химических реакций в живом организме называется метаболизмом и является объектом изучения биохимии. Биохимия изучает как органические (биоорганическая химия), так и неорганические

(неорганическая химия) вещества живых организмов, их преобразования и функции. Биохимия выделяет катаболизм – расщепление органических молекул в простые с выделением энергии, и анаболизм, или биосинтез - построение сложных молекул, связана с затратой энергии. Биоорганическая химия изучает функционирование как первичных, так вторичных метаболитов. Химия природных соединений изучает пути синтеза вторичных метаболитов, и может быть охарактеризована как наука о вторичном метаболизме.

## Лабораторная работа № 1

### ВЫДЕЛЕНИЕ КАЗЕИНА ИЗ МОЛОКА

Казеин – важнейший белок молока. Он относится к фосфопротеинам. Остатки фосфорной кислоты в молекуле казеина связаны с остатками серина. При подкислении до pH 4,7 (изоэлектрическая точка казеина) белок выпадает в осадок.

Добавление избытка кислоты вызывает перезарядку белковых молекул и переход их снова в раствор.

#### ***Реактивы:***

- молоко цельное обезжиренное;
- дистиллированная вода;
- раствор уксусной кислоты (10 %);
- раствор гидроксида натрия (1 %);
- раствор сульфата меди (5 %).

#### ***Оборудование:***

- пробирки;
- пипетки;
- стеклянные палочки;
- воронка;
- бумажный фильтр.

***Ход работы.*** Для выделения казеина в пробирку вносят 2 см<sup>3</sup> молока, прибавляют столько же дистиллированной воды и полученную смесь перемешивают. К раствору прибавляют по каплям 10 % раствор уксусной кислоты до образования осадка (следует избегать избытка кислоты). Осадок отфильтровывают на бумажном фильтре и промывают несколько раз дистиллированной водой (на фильтре). Растворяют осадок в 1 % растворе щелочи. Полученный раствор отфильтровывают через смоченный водой фильтр.

Для проведения качественной реакции на белок к 1 см<sup>3</sup> профильтрованного раствора добавляют 1 каплю раствора сульфата меди. Образуется характерное для белков красно-фиолетовое окрашивание.

## Лабораторная работа № 2

### ВЫДЕЛЕНИЕ КАЗЕИНА ИЗ МОЛОКА

#### ***Реактивы:***

- молоко;
- раствор уксусной кислоты (9 %);
- горячая вода;
- карбонат кальция (мел);
- раствор гидроксида натрия (можно заменить прокипяченным раствором соды);
- раствор сульфата меди (II) (светло-голубой раствор медного купороса).

#### ***Оборудование:***

- 3 лабораторных стакана;
- мерный цилиндр;
- пипетка;
- воронка;
- марля;
- стеклянная палочка;
- бумажный фильтр;
- 2 пробирки.

***Ход работы.*** Наливают в стакан 40 мл молока. Для отделения белка приливают несколько капель раствора уксусной кислоты. При этом казеин сворачивается и образуется творожистый осадок (творог). Казеин отфильтровывают через марлю, сложенную в четыре слоя. Собранный в марле казеин немного отжимают над стаканом. Промывают его через марлю

под струей горячей воды. Фильтрат во втором стакане содержит лактозу и уксусную кислоту.

Чтобы нейтрализовать кислоту, добавляют понемногу карбонат кальция и перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой до тех пор, пока не перестанет выделяться углекислый газ. Отфильтровывают раствор через бумажный фильтр в третий стакан. Для доказательства того, что фильтрат содержит углевод – лактозу, разделяют раствор на порции.

***Проводят качественную реакцию на гидроксильные группы.*** В первую пробирку к 2 мл фильтрата добавляют 2 мл раствора гидроксида натрия и перемешивают. Туда же прибавляют 5 капель раствора сульфата меди (II). Должен получиться ярко-синий раствор.

***Проводят качественную реакцию на белок.*** Добавляют в пробирку с казеином 2 мл раствора гидроксида натрия и 5 капель раствора сульфата меди (II) и перемешивают. Цвет раствора должен измениться на розовато-фиолетовый.

### **Лабораторная работа № 3**

#### **ВЫДЕЛЕНИЕ ЛАКТОЗЫ ИЗ МОЛОКА**

***Реактивы:***

- сыворотка, оставшаяся после удаления казеина;
- горячая вода;
- этиловый спирт.

***Оборудование:***

- электроплитка;
- фарфоровая чашка;
- марля;
- воронка Бюхнера;
- водяная баня;
- лабораторный стакан;
- стеклянная палочка.



**Ход работы.** Сыворотку, оставшуюся после удаления казеина, кипятят в фарфоровой чашке до коагулирования сывороточного альбумина. Его отфильтровывают через полотно. Раствор снова выпаривают до тех пор, пока из него не начнет выделяться лактоза. Выпавший после охлаждения сырой кристаллический продукт отсасывают на воронке Бюхнера и сушат. Упаривая маточный раствор далее на водяной бане, получают вторую порцию лактозы. Выход сырого продукта 20-23 г. Чтобы получить чистую лактозу, сырой продукт растворяют в возможно малом количестве горячей воды (от 8 до 10 мл) и приливают 100 мл этилового спирта до появления мути. Через несколько часов начинают выпадать кристаллы. Кристаллизацию можно ускорить трением стеклянной палочки о стенки стакана. Выпавший в течение ночи продукт отсасывают и промывают спиртом. Выход чистой лактозы 17-19 г, температура плавления моногидрата 201,6 °С; температура плавления безводной лактозы 223 °С.

#### **Лабораторная работа № 4**

### **РАЗДЕЛЕНИЕ АЛЬБУМИНОВ И ГЛОБУЛИНОВ ЯИЧНОГО БЕЛКА МЕТОДОМ ВЫСАЛИВАНИЯ**

Высаливанием называют процесс осаждения белка из раствора под действием нейтральных солей: NaCl,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{MgCl}_2$  и другие. При высаливании белок выпадает в осадок, не подвергаясь денатурации.

#### ***Реактивы:***

- раствор яичного белка (1 %);
- сульфат аммония кристаллический;
- сульфат аммония насыщенный раствор;
- раствор гидроксида натрия (10 %);
- раствор сульфата меди (0,5 %).

#### ***Оборудование:***

- штатив;
- пробирки;

- пипетки;
- воронки;
- фильтры бумажные;
- стеклянные палочки;
- пипетки.

**Ход работы.** В пробирку приливают 2-3 мл раствора яичного белка и равный объем насыщенного раствора сульфата аммония. Содержимое пробирки тщательно перемешивают и оставляют на 10 минут. Выпадает хлопьевидный осадок глобулина. Осадку дают отстояться, после чего отфильтровывают. К фильтрату добавляют кристаллический сульфат аммония на кончике шпателя до насыщения; выпадает хлопьевидный осадок альбуминов. Осадок отцентрифугировывают в течение 5 минут при 3000 оборотах в минуту. С фильтратом проводят биуретовую реакцию. Отрицательная реакция указывает на отсутствие белков в фильтрате и полноту осаждения. Осадок альбуминов из центрифужной пробирки переносят в пробирку и растворяют в 2-3 мл воды. Раствор альбуминов отфильтровывают и проводят с ним биуретовую реакцию. Реакция состоит в том, что в щелочной среде в присутствии сернокислой меди белки и полипептиды дают сине-фиолетовое или красно-фиолетовое окрашивание в зависимости от длины пептида вследствие образования комплексных соединений меди с пептидной группой. Продукты гидролиза белков (пептоны) могут давать розовое, красное окрашивание.

В пробирку с фильтратом наливают 1 мл раствора едкого натра и 1-2 капли раствора сернокислой меди. При взбалтывании в случае присутствия белков появляется фиолетовое окрашивание.

Полученные результаты записывают в табл. 1.

Таблица 1

№ пробирки	Окраска	Вывод

## Лабораторная работа № 5

### ВЫДЕЛЕНИЕ ГЛОБУЛИНОВ ИЗ ГОРОХОВОЙ И СОЕВОЙ МУКИ

#### *Реактивы:*

- раствор хлорида натрия (10 %);
- раствор гидроксида натрия (10 %);
- раствор сульфата меди (0,5 %);
- гороховая мука;
- соевая мука.

#### *Оборудование:*

- лабораторные весы;
- штатив;
- пробирки;
- пипетки;
- стеклянные палочки;
- термометр;
- термостат;
- воронка;
- бумажные фильтры.

**Ход работы.** В 2 пробирки помещают по 1 г гороховой и соевой муки, приливают 10 мл 10 % раствора хлорида натрия и тщательно перемешивают. Извлечение глобулинов проводят при температуре 35 °С в течение 30 минут в термостате. Через 30 минут жидкость отфильтровывают и с частью раствора проводят биуретовую реакцию.

Полученные результаты записывают в табл. 2.

Таблица 2

Образец	Окраска	Вывод

## Лабораторная работа № 6

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ДЕНАТУРАЦИИ БЕЛКА

В основе денатурации белков лежит нарушение упорядоченного расположения полипептидных цепей во вторичной, третичной структуре молекулы в результате разрыва некоторых внутримолекулярных связей. При денатурации изменяются физические свойства белков, снижается их растворимость, способность к гидратации, агрегированию, утрачиваются биологические свойства.

#### ***Реактивы:***

- биуретовый реактив;
- пшеничная мука;
- дистиллированная вода;
- раствор хлорида калия (0,5 М);
- раствор поваренной соли (0,85 %).

#### ***Оборудование:***

- лабораторные весы;
- лабораторный стакан;
- полиэтиленовая склянка;
- алюминиевый бюкс;
- водяная баня или электроплитка;
- колба;
- воронка;
- бумажный фильтр;
- центрифуга;
- пробирка на 50 мл;
- резиновая пробка;
- мерная колба на 100 мл;
- ватный фильтр;
- фотоэлектроколориметр.

*Примечание.* Биуретовую реакцию нельзя проводить в присутствии солей аммония в виду образования медноаммиачных комплексов.

*Ход работы.* *Приготовление биуретового реактива.* 1,5 г сульфата меди ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) и 6,0 г виннокислого натрия-калия ( $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) растворяют в 500 мл воды. К этому раствору при хорошем помешивании добавляют 300 мл 10 % раствора NaOH свободного от  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , и 2 г KI для предотвращения самопроизвольного восстановления. Раствор доводят до 2 л и хранят в полиэтиленовой склянке.

*Денатурация белков при нагревании.* Навеску муки 5 г взвешивают в алюминиевом бюксе на весах и нагревают в течение 30 минут в зависимости от заданного режима на водяной бане или электроплитке. Извлечение белков осуществляют по методике, описанной ниже.

*Извлечение белков* осуществляют одним из перечисленных ниже способов:

1) В колбу к 40 г пшеничной муки прибавляют 160 мл дистиллированной воды, перемешивают и колбу переносят в холодильник (1-2 °С) на сутки, затем снова перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Раствор содержит главным образом альбумины. Хранят в холодильнике.

2) Взвешивают 5 г муки, заливают 10 мл раствора хлорида калия и ставят в центрифугу на 5 минут. Полученную суспензию переносят в пробирку на 50 мл и добавляют 35 мл раствора KCl. Пробирки закрывают резиновыми пробками и встряхивают 15 минут. Через 15 минут осадок отделяют на центрифуге при 5000 об/мин в течение 5 минут. Экстракт сливают в мерную колбу на 100 мл через воронку с ватным фильтром, который помещают в горлышко воронки. Извлечение раствором KCl повторяют еще три раза, но с 10 мл растворителя. При тщательном извлечении, в солевую вытяжку переходят не менее 30 % от общего количества азота. После добавления новой порции растворителя осадок в пробирке хорошо перемешивают палочкой. Экстракцию солевым раствором

заканчивают промыванием осадка 20–30 мл дистиллированной воды, которую после перемешивания и центрифугирования сливают в мерную колбу с солевыми вытяжками и доводят до метки водой.

*Количественное определение растворимых белков.* Содержание водо- и солерастворимых белков определяют колориметрическим методом с биуретовым реактивом. Метод основан на определении интенсивности окраски, возникающей в результате взаимодействия белков с ионами меди в щелочном растворе. При этом раствор белка окрашивается в сине-фиолетовый цвет.

Для проведения реакции 1 мл исследуемого раствора, содержащего (1–10) мг белка, смешивают с 4 мл биуретового реактива, оставляют на 30 минут при комнатной температуре в темном шкафу. По истечению времени определяют оптическую плотность при длине волны 540 нм против воды.

Расчет белка (*B*) ведут по формуле:

$$B = \frac{C \cdot V \cdot 100}{P \cdot 1000},$$

где *C* – количество белка, найденное по калибровочному графику, мг/мл;

*V* – объем разведения, мл;

*P* – навеска, г;

1000 – перевод мг в г.

*Построение калибровочного графика.* Для построения калибровочного графика 100 мг кристаллического альбумина растворяют в 10 мл физиологического раствора и делают следующие разведения:

Раствор 1. 100 мг альбумина + 10 мл 0,85 % раствора поваренной соли = 10 мг белка в 1 мл.

Раствор 2. 2 мл р-ра 1 + 0,7 мл физ. раствор = 7 мг белка в 1 мл.

Раствор 3. 4 мл р-ра 2 + 4 мл физ. раствора = 5 мг белка в 1 мл.

Раствор 4. 5 мл р-ра 3 + 5 мл физ. раствора = 2,5 мг белка в 1 мл.

Раствор 5. 5 мл р-ра 4 + 5 мл физ. раствора = 1,5 мг белка в 1 мл.

Раствор 6. 5 мл р-ра 5 + 5 мл физ. раствора = 0,625 мг белка в 1 мл.

Из каждого разведения берут по одному мл для проведения биуретовой реакции.

Для построения калибровочного графика (средние данные, полученные из 4-х опытов) на оси ординат откладывают оптическую плотность, а на оси абсцисс – концентрацию альбумина, выраженную в мг на мл измеряемого раствора.

*Расчет степени денатурации белка.* Степень денатурации белков устанавливают по уменьшению растворимости по формуле:

$$CD \% = \frac{(B_{исх} - B_{д}) \cdot 100}{B_{исх}},$$

где  $B_{д}$  – количество растворимых белков после денатурации, %;

$B_{исх}$  – количество растворимых белков в исходной пробе до денатурации, %.

## Лабораторная работа № 7

### ПОЛУЧЕНИЕ ХИТИНА ИЗ РАКООБРАЗНЫХ

#### **Реактивы:**

- панцири раков, крабов или креветок;
- раствор соляной кислоты (6 Н).

#### **Оборудование:**

- ступка и пестик;
- лабораторные весы;
- лабораторный стакан на 1 л;
- бумажный фильтр;
- воронка Бюхнера;
- универсальная индикаторная бумага.

**Ход работы.** В стакан на 1 л помещают 100 г очищенных, высушенных и измельченных панцирей раков, крабов или креветок. Затем медленно добавляют избыток разбавленной соляной кислоты до тех пор, пока реакция не прекратится. Реакционную смесь оставляют стоять в течение 4-6 часов для

полного растворения карбоната кальция. Остаток отфильтровывают, промывают водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге и сушат до постоянной массы на воздухе. Выход сухого хитина в виде рыхлой легкой массы розоватого цвета составляет около 35 г.

## Лабораторная работа № 8

### КИСЛОТНЫЙ ГИДРОЛИЗ ХИТИНА

#### ***Реактивы:***

- хитин крабов, раков или креветок;
- раствор серной или соляной кислоты (4 %);
- раствор гидроксида натрия (5 %);
- раствор нингидрина (0,5 %);
- реактив Феллинга.

#### ***Оборудование:***

- лабораторные весы;
- колба;
- пипетки;
- электроплитка;
- стеклянная палочка;
- воронка;
- фильтровальная бумага;
- лабораторные стаканы;
- водяная баня.

***Ход работы.*** Помещают в колбу примерно 2-3 г панцирей креветок, раков или крабов и приливают 10-15 мл 4 % раствора серной или соляной кислоты. Кипятят содержимое 1-1,5 часа. Этот кислотный гидролиз нейтрализуют 5 % раствором NaOH при перемешивании и при температуре 70-80 °С в течение 1-1,5 ч и фильтруют через бумажный фильтр.



### ***Определение качественного состава.***

*Качественное определение аминогруппы.*

***Ход работы.*** К 1-2 мл фильтрата добавляют несколько капель 0,5 % раствора нингидрина и кипятят на водяной бане до появления красно-фиолетового окрашивания.

*Альдегидная группа и гидроксильная.*

***Ход работы.*** К нескольким миллилитрам фильтрата добавляют реактив Феллинга, который получают взаимодействием сульфата меди и гидроксида калия, для реакции на многоатомные спирты. Для качественного определения альдегидной группы полученную смесь нагревают до кипения, наблюдая изменения окраски соли меди от синей к желтой.

## **Лабораторная работа № 9**

### **ПОЛУЧЕНИЕ СОЛЯНОКИСЛОГО ГЛЮКОЗАМИНА**

#### ***Реактивы:***

- хитин;
- концентрированная соляная кислота;
- дистиллированная вода;
- активированный уголь;
- спирт (95 %).

#### ***Оборудование:***

- лабораторные весы;
- стакан на 500 мл;
- мерный цилиндр;
- водяная баня;
- термометр;
- стеклянная палочка;
- воронка Бюхнера;
- водоструйный насос;

- стеклянный фильтр.

**Ход работы.** В стакан емкостью 0,5 л помещают 40 г сухого хитина, приливают 200 мл концентрированной HCl, смесь при перемешивании нагревают на кипящей водяной бане 2,5 ч. К раствору добавляют 200 мл воды и 4 г активированного угля, раствор перемешивают при 60 °С в течение всего процесса обесцвечивания. Спустя 1 ч, раствор фильтруют через стеклянную вату или на воронке Бюхнера через полотно. Фильтрат упаривают в вакууме водоструйного насоса при 50 °С до объема 10-15 мл. Выпавшие кристаллы хлористоводородного глюкозамина промывают на стеклянном фильтре 95 % спиртом, сушат на воздухе.

### **Лабораторная работа № 10**

#### **ПОЛУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ ГЛЮКОЗАМИНА**

##### ***Реактивы:***

- растворы, полученные после гидролиза хитина;
- дистиллированная вода.

##### ***Оборудование:***

- водоструйный насос;
- фильтровальная бумага;
- лабораторные стаканы;
- фарфоровые чаши;
- электроплитка;
- термометр;
- шпатель;
- лабораторные весы;
- бюксы.

**Ход работы.** Собирают установку водоструйного насоса, вырезали фильтр и готовят растворы, полученные после гидролиза. Запускают водоструйный насос, промачивают фильтр водой и начинают понемногу

приливать раствор гидролиза хитина. Полученный фильтрат светло-оранжевого цвета содержит растворенный глюкозамин. Профильтрованные растворы наливают в фарфоровые чаши и начинают нагревать до появления кристаллов. Примерно через 10-15 минут появляются кристаллы.

Снимают фарфоровые чашки с плитки и остужают растворы до 50 °С. Остывшие растворы отфильтровывают на водоструйном насосе. На фильтре остаются кристаллы глюкозамина.

С помощью шпателя счищают кристаллы на фильтровальную бумагу и перекладывают в бюксы, которые заранее взвешивают на лабораторных весах. Определяют количество образовавшегося глюкозамина.

### **Лабораторная работа № 11**

#### **ВЫДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА ИЗ БЕРЕЗОВОЙ КОРЫ ЩЕЛОЧНЫМ ГИДРОЛИЗОМ**

##### ***Реактивы:***

- береста;
- дистиллированная вода;
- гидроксид натрия или калия;
- этиловый или изопропиловый спирт.

##### ***Оборудование:***

- лабораторные весы;
- штатив;
- круглодонная колба на 500 мл;
- обратный холодильник;
- мерный цилиндр;
- электроплитка;
- воронка Бюхнера;
- колба для перегонки;
- универсальная индикаторная бумага.

**Ход работы.** В круглодонную колбу объемом 500 мл, снабженную обратным холодильником, загружают 10 г измельченной (от 1 до 5 мм), бересты, заливают 120 мл воды, прибавляют 10 г щелочи и кипятят в течение 30 минут. Затем в реакционную колбу через обратный холодильник прибавляют 160 мл этилового или изопропилового спирта и кипятят еще в течение 10-15 минут. Горячую реакционную массу быстро отфильтровывают. Фильтрат переносят в колбу для перегонки и отгоняют спирт, после отгонки спирта наблюдают выпадение в колбе белых кристаллов бетулина. Бетулин отфильтровывают, промывают на фильтре горячей водой до нейтральной реакции. Сушат при комнатной температуре. После высушивания бетулин перекристаллизовывают из этилового или изопропилового спирта. Температура плавления чистого бетулина 258-260 °С. Определяют выход бетулина сырца и выход бетулина после перекристаллизации из спирта.

## **Лабораторная работа № 12**

### **ВЫДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА ИЗ БЕРЕЗОВОЙ КОРЫ В ПРИСУТСТВИИ ГЕКСАНА**

#### ***Реактивы:***

- береста;
- гексан;
- раствор гидроксида натрия (20 %);
- дистиллированная вода.

#### ***Оборудование:***

- лабораторные весы;
- штатив;
- круглодонная колба на 500 мл;
- обратный холодильник;
- мешалка;
- мерный цилиндр;
- электроплитка;

- воронка Бюхнера;
- роторный испаритель;
- универсальная индикаторная бумага.

**Ход работы.** В круглодонную колбу с мешалкой и обратным холодильником помещают 10 г измельченной бересты и 250 мл гексана. Нагревают смесь до кипения, выдерживают при этой температуре в течение 20 часов. Далее бересту удаляют фильтрованием и упаривают растворитель на роторном испарителе. К остатку добавляют 100 мл 20 % раствора NaOH и кипятят в течение 1,5 часов, осадок отфильтровывают, промывают водой до нейтральной реакции промывных вод. Полученный осадок бледно-желтый. Температура плавления 246-270 °С. Выход в пересчете на массу бересты 2 %.

### **Лабораторная работа № 13**

#### **ВЫДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА ИЗ БЕРЕЗОВОЙ КОРЫ**

**Реактивы:**

- береста;
- изопропиловый спирт;
- раствор гидроксида калия (20 %);
- дистиллированная вода.

**Оборудование:**

- лабораторные весы;
- штатив;
- круглодонная колба на 500 мл;
- обратный холодильник;
- мешалка;
- мерный цилиндр;
- электроплитка;
- воронка Бюхнера;
- делительная воронка;

- роторный испаритель;
- воронка;
- бумажный фильтр;
- универсальная индикаторная бумага.

**Ход работы.** В круглодонную колбу с мешалкой и обратным холодильником помещают 10 г измельченной бересты, 250 мл изопропилового спирта и 100 мл 20 % раствора КОН. Нагревают смесь до кипения и выдерживают в течение 4 часов. Бересту отфильтровывают, нижний водный слой отделяют с помощью делительной воронки, верхний спиртовой слой упаривают на роторном испарителе, промывают осадок на фильтре водой до нейтральной среды промывных вод. Осадок сушат на воздухе. Полученный осадок кремового цвета. Температура плавления 235-245 °С. Выход в пересчете на массу бересты 16 %.

#### **Лабораторная работа № 14**

### **ВЫДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА ИЗ БЕРЕЗОВОЙ КОРЫ**

#### **Реактивы:**

- береста;
- гексан;
- раствор гидроксида калия (20 %);
- дистиллированная вода.

#### **Оборудование:**

- лабораторные весы;
- штатив;
- круглодонная колба на 500 мл;
- обратный холодильник;
- мешалка;
- мерный цилиндр;
- электроплитка;

- воронка Бюхнера;
- делительная воронка;
- роторный испаритель;
- воронка;
- бумажный фильтр;
- универсальная индикаторная бумага.

**Ход работы.** В круглодонную колбу с мешалкой и обратным холодильником помещают 10 г бересты, 250 мл гексана и 100 мл 20 % раствора КОН. Смесь нагревают до кипения и выдерживают в течение 4 часов. Отфильтровывают, разделяют водный и спиртовой слои на делительной воронке. Спиртовой слой упаривают на роторном испарителе. Образовавшийся осадок промывают на фильтре водой до нейтральной среды промывных вод. Осадок сушат. Выход в пересчете на массу бересты ~1 %.

### **Лабораторная работа № 15**

#### **ЭКСТРАКЦИЯ БЕТУЛИНА НЕЙТРАЛЬНЫМИ РАСТВОРИТЕЛЯМИ**

**Реактивы:**

- береста;
- водный раствор изопропанола (изопропанол/вода = 9/1).

**Оборудование:**

- лабораторные весы;
- штатив;
- аппарат Сокслета;
- мерный цилиндр;
- электроплитка;
- воронка Бюхнера.

**Ход работы.** В аппарат Сокслета помещают измельченную бересту и водный раствор изопропанола. Экстракцию проводят в течение 3 часов. Экстракт охлаждают, образовавшийся осадок отфильтровывают, сушат на

воздухе и перекристаллизовывают из изопропанола. Температура плавления бетулина 255-257 °С. Определяют выход бетулина после перекристаллизации из спирта.

## Лабораторная работа № 16

### ПОЛУЧЕНИЕ ДИАЦЕТАТА БЕТУЛИНА ИЗ БЕРЕСТЫ

#### ***Реактивы:***

- береста;
- техническая уксусная кислота;
- дистиллированная вода;
- этиловый спирт;
- активированный уголь.

#### ***Оборудование:***

- лабораторные весы;
- штатив;
- трехгорлая колба;
- обратный холодильник;
- мерный цилиндр;
- электроплитка;
- воронка Бюхнера;
- воронка;
- бумажный фильтр;
- универсальная индикаторная бумага.

***Ход работы.*** В трехгорлую колбу с обратным холодильником помещают 10 г измельченной бересты и 250 мл технической уксусной кислоты. Смесь реагентов кипятят в течение 6 часов. Далее бересту отфильтровывают, а раствор упаривают на 60 %. Остаток разбавляют в 5 раз, образовавшийся вязкий осадок отфильтровывают. Осадок имеет коричневый



оттенок. Выход продукта сырца составляет 34 % в пересчете на массу сухой бересты.

Для очистки продукта от примесей осадок растворяют в этаноле, добавляют активированный уголь и выдерживают в течение недели при комнатной температуре. Затем уголь отфильтровывают через бумажный фильтр, растворитель упаривают на 50 % и добавляют к остатку равное количество воды. Выделившийся осадок отфильтровывают. Полученный осадок бежевого цвета. Температура плавления 208-215 °С. Выход 7 % в пересчете на массу сухой бересты.

### **Лабораторная работа № 17**

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧИ В СУЛЬФАТНОМ ЩЕЛОКЕ**

#### ***Реактивы:***

- сульфатный щелок;
- дистиллированная вода;
- раствор соляной кислоты (0,1 Н).

#### ***Оборудование:***

- мерная колба на 100 мл;
- пипетка;
- лабораторный стакан на 250 мл;
- рН-метр;
- бюретка для титрования.

***Ход работы.*** В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> щелока и доводят объем до метки водой. 20 см<sup>3</sup> разбавленного щелока пипеткой переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащий 150 см<sup>3</sup> воды, погружают в стакан электроды и титруют водным раствором соляной кислоты кондуктометрически. Полученные данные наносят на график, по которому определяют количество 0,1 Н соляной кислоты, соответствующее

конечной точке титрования. Проводят не менее двух параллельных определений.

Массовую долю общей щелочи в % Na<sub>2</sub>O рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 0,0031 \cdot b \cdot 100}{V \cdot \rho \cdot b_1},$$

где  $X$  – массовая доля общей щелочи, %;

$a$  – количество 0,1 Н раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование, см<sup>3</sup>;

0,0031 – количество оксида натрия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,1 Н раствора соляной кислоты, г;

$b$  – объем исходного раствора, см<sup>3</sup>;

$b_1$  – объем исходного раствора, взятого для анализа, см<sup>3</sup>;

$V$  – объем исходного щелока, взятого на анализ, см<sup>3</sup>;

$\rho$  – плотность исходного щелока, г/см<sup>3</sup>.

## Лабораторная работа № 18

### ИЗУЧЕНИЕ ГРУППОВОГО ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ОРГАНИЧЕСКОЙ ЧАСТИ ЧЕРНОГО ЩЕЛОКА

#### **Реактивы:**

- сульфатный щелок;
- дистиллированная вода;
- раствор серной кислоты (30 %);
- диэтиловый эфир;
- индикатор метилоранж.

#### **Оборудование:**

- лабораторные весы;
- конические колбы на 500 мл, 250 мл и 100 мл;
- мерный цилиндр;
- рН-метр;
- электроплитка;

- воронка Бюхнера;
- водяная баня;
- обратный холодильник;
- фильтровальная бумага;
- колба Бунзена;
- вакуумный насос.

**Ход работы.** Навеску щелока 100 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, обрабатывают 30 % раствором серной кислоты до рН 1–2, выдерживают при 45 °С в течение 1 часа для коагуляции лигнина. Выпавший в осадок лигнин отфильтровывают на воронке Бюхнера.

Лигнин вместе с фильтром переносят в коническую колбу и экстрагируют небольшими порциями (30–40 см<sup>3</sup>) диэтилового эфира при перемешивании, отстаивании и декантации до бесцветного эфирного раствора. Диэтиловый эфир отгоняют на водяной бане.

В колбу с лигнином добавляют 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и кипятят с обратным холодильником в течение 1 часа. Лигнин отфильтровывают на воронке Бюхнера с крупнопористым бумажным фильтром, промывают горячей водой до нейтральной реакции по метилоранжу, высушивают при 100–105 °С до постоянной массы и взвешивают.

Массовую долю лигнина в черном щелоке рассчитывают по формуле:

$$L = \frac{A \cdot 100}{H},$$

где  $L$  – массовая доля лигнина, %;

$A$  – масса лигнина, г;

$H$  – масса щелока, взятого на анализ, г.

## Лабораторная работа № 18

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ В ЧЕРНОМ ЩЕЛОКЕ

#### *Реактивы:*

- черный щелок;
- раствор серной кислоты (30 %);
- раствор гидроксида натрия (0,1 Н);
- фенолфталеин.

#### *Оборудование:*

- лабораторные весы;
- перегонная колба на 250 мл;
- рН-метр;
- холодильник;
- капельная воронка;
- парообразователь;
- приемник;
- электроплитка;
- бюретка для титрования.

**Ход работы.** Навеску щелока около 10 г помещают в перегонную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, куда осторожно наливают 30 % раствор серной кислоты до получения рН=5. После удаления сероводорода и углекислоты из капельной воронки по каплям добавляют кислоту до рН=1, после чего в систему подают пар.

При отгонке летучих кислот необходимо внимательно следить за подачей пара, при этом отгонку следует вести так, чтобы из перегонной колбы брызги не попадали в холодильник и далее в приемник.

Дистиллят собирают по 200 см<sup>3</sup> в приемник, которым может служить мерный цилиндр. Каждую такую пробу титруют 0,1 Н раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина. Дистиллят отгоняют до тех пор, пока

на титрование 1 см<sup>3</sup> дистиллята не будет расходоваться менее 0,3 см<sup>3</sup> 0,1 Н раствора гидроксида натрия.

По окончании перегонки трубку для подвода пара отсоединяют от перегонной колбы, не прекращая нагревания парообразователя во избежание конденсации водяных паров. В противном случае вследствие образования вакуума в системе может произойти переброс жидкости из колбы в парообразователь.

Массовую долю летучих органических кислот в пересчете на уксусную рассчитывают по формуле:

$$L = \frac{0,006 \cdot a}{H} \cdot 100,$$

где  $L$  – массовая доля летучих органических кислот, %;

0,006 – количество уксусной кислоты, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,1 Н раствора гидроксида натрия, мгм;

$A$  – общее количество 0,1 Н раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование всего дистиллята, см<sup>3</sup>;

$H$  – масса исходного черного щелока, взятого на анализ, г.

## Лабораторная работа № 19

### ПОЛУЧЕНИЕ ЭФИРНОГО МАСЛА ИЗ ТМИНА

#### **Реактивы:**

- тмин;
- песок;
- дистиллированная вода;

#### **Оборудование:**

- ступка и пестик;
- колбы;
- горелки;
- холодильник;
- приемник;

– делительная воронка.

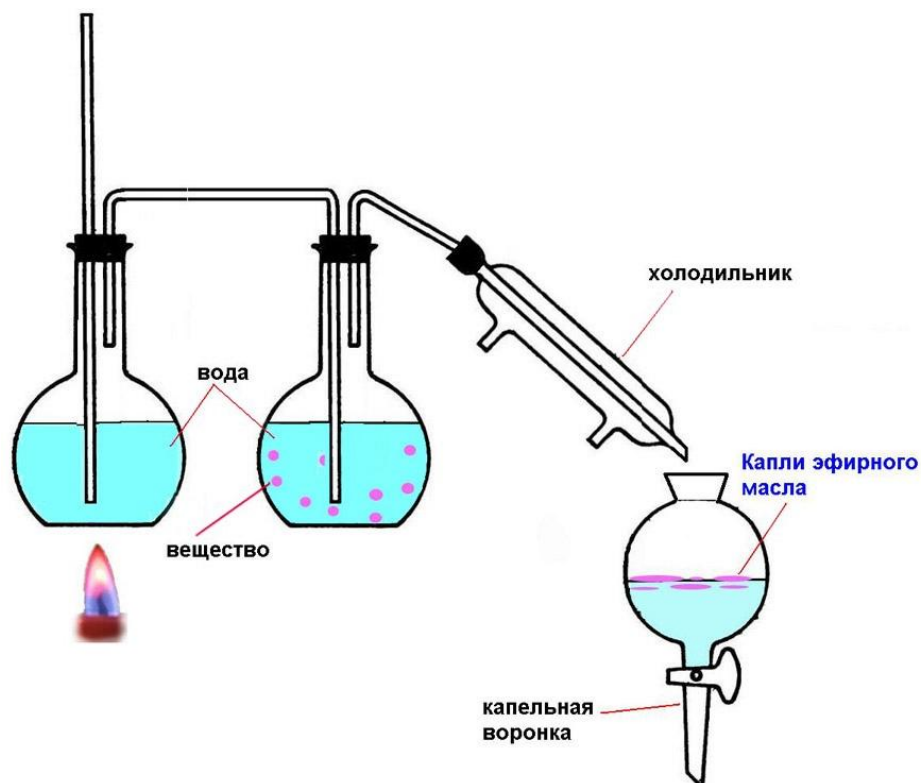


Рис. 1. Схема получения эфирного масла.

**Ход работы.** Собираем схему получения эфирного масла как показано на рис. 1. При сборе схемы нужно учитывать, что диаметры трубок должны быть не менее 5 мм. Измельчают 20 г тмина в ступке с добавлением песка. Помещают тмин во 2 колбу и доливают туда немного воды, до уровня, чтобы она не перекрывала массу тмина. Первую колбу (на рис. слева) наполняют водой на 1/3. Нагревают до кипения первую колбу с помощью горелки, а затем вторую колбу, а потом снова первую. При этом повторно первую колбу нагревают усиленно, чтобы через вторую колбу проходил водяной пар. Пар поступает в холодильник и далее - в приёмник. Лучше использовать сразу две горелки (одну - для сильного нагрева первой колбы, другую – для более слабого нагрева второй колбы). Перегонку проводят в течение 1 часа. За время перегонки в приёмнике соберётся определённое количество дистиллированной воды, а на поверхности этой воды будут плавать капли тминного масла. Воду отделяют с помощью делительной воронки, сохранив в ней только чистое тминное масло. С помощью такого же устройства можно

получить различные эфирные масла из других растений. Выход масла будет различный, в зависимости от его содержания в растении. Каждое из полученных эфирных масел можно хранить в стеклянном пузырьке.

*Методическое издание*

Смирнова Анастасия Игоревна  
Антонова Вероника Сергеевна

## **ПРИКЛАДНАЯ ХИМИЯ ПРИРОДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ**

**Методические указания**

**к лабораторным работам**

Редактор и

техн. редактор Л.Я. Титова

Темплан 2020, поз.

---

Подп. к печати 15.05.2020. Формат 60x84/16. Бумага тип №1.

Печать офсетная. Объем 2,0 уч.-изд. л.; 2,0 печ. л. 25 экз. Изд. № .

---

Ризограф Высшей школы технологии и энергетики СПбГУПТД, 198095,  
Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 4