

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

---

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

высшего образования

«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
ЛЕСОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ имени С.М. Кирова»

---

*Кафедра химии*

**Д.С. Рябухин**, кандидат химических наук, доцент

**Е.В. Ипатова**, кандидат химических наук, старший преподаватель

**Д.Н. Закусило**, кандидат химических наук, доцент

**А.В. Васильев**, доктор химических наук, профессор

## ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

---

# ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Учебное пособие

для подготовки бакалавров по направлениям

18.03.01 «Химическая технология»

18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы  
в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии»

20.03.02 «Техносферная безопасность»

35.03.02.03 «Технология лесозаготовительных  
и деревоперерабатывающих производств»

всех форм обучения

Санкт-Петербург

2023

Рассмотрено и рекомендовано к изданию  
учебно-методической комиссией Ученого совета  
Санкт-Петербургского государственного лесотехнического университета  
имени С.М. Кирова

Рецензенты:

**кафедра «Органическая и аналитическая химия» Ярославского государственного  
технического университета (ЯГТУ)**

(заведующий кафедрой кандидат химических наук, доцент **К.Л. Овчинников**),

доктор химических наук, профессор **Н.А. Бокач**  
(Санкт-Петербургский государственный университет)

УДК 547

**Рябухин, Д.С.; Ипатова, Е.В.; Закусило, Д.Н.; Васильев А.В.**

Органическая химия. Лабораторный практикум по органической химии: учебное пособие для подготовки бакалавров по направлениям 18.03.01 «Химическая технология», 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», 20.03.02 «Техносферная безопасность», 35.03.02.03 «Технология лесозаготовительных и деревоперерабатывающих производств» всех форм обучения / Д.С. Рябухин, Е.В. Ипатова, Д.Н. Закусило, А.В. Васильев. – СПб.: СПбГЛТУ, 2023. – 48 с.

ISBN 978-5-9239-1443-6

*Представлено кафедрой химии.*

В пособии представлены правила безопасности при работе в лаборатории органического синтеза; данные о лабораторной химической посуде и оборудовании, используемых при проведении синтезов органических соединений; сведения об основных способах выделения и очистки органических веществ; а также приведены методики синтезов органических соединений.

Целью настоящего учебного пособия является оказание практической помощи студентам при выполнении лабораторных работ, а также при подготовке к зачету или экзамену по учебной дисциплине «Органическая химия», изучаемой студентами химико-технологических и технических вузов.

Табл. 1. Ил. 46. Библиогр. 5 назв.

Темплан 2023 г. Изд. № 151.

ISBN 978-5-9239-1443-6

© СПбГЛТУ, 2023

## Оглавление

Предисловие.....	4
I. Правила безопасности при работе в лаборатории органического синтеза.....	5
II. Химическая посуда и оборудование в лаборатории органического синтеза.....	13
III. Способы выделения и очистки органических соединений.....	26
IV. Методики синтезов и очистки органических соединений.....	31
1. Очистка бензойной кислоты.....	31
2. Фракционирование скипидара.....	32
3. Изоамиловый эфир уксусной кислоты (уксусноизоамиловый эфир).....	35
4. Дибутиловый эфир.....	36
5. <i>Мета</i> -динитробензол.....	37
6. <i>Пара</i> -нитроанилин.....	38
7. Иодбензол.....	39
8. $\beta$ -Нафтолоранж.....	40
9. Фенилазон D-глюкозы.....	41
10. <i>Трет</i> -бутилхлорид (2-метил-2-хлорпропан).....	42
V. Оформление отчета по лабораторной работе.....	43
Библиографический список.....	47

## Предисловие

В данном учебном пособии приведены сведения необходимые студентам для выполнения лабораторных работ по органической химии. Данные занятия состоят в проведении препаративных синтезов органических соединений. При прохождении практикума по органическому синтезу студенты знакомятся с правилами безопасности при работе в лаборатории органического синтеза и осваивают основные методы синтеза и очистки органических веществ. Студенты приобретают практические навыки и умения работы с органическими соединениями различных классов (спирты, карбоновые кислоты, простые и сложные эфиры, арены, терпеновые углеводороды, углеводы и др.), имеющими разные агрегатные состояния (жидкое и твердое), а также учатся обращаться с химической стеклянной посудой и другим лабораторным оборудованием.

Материал пособия основан на лабораторном практикуме реализуемом на кафедре химии Санкт-Петербургского государственного лесотехнического университета в течение последних лет. Пособие предназначено для помощи студентам при освоении лабораторных работ по дисциплине «Органическая химия».

Учебное пособие предназначено для подготовки бакалавров по направлениям 18.03.01 «Химическая технология», 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», 20.03.02 «Техносферная безопасность», 35.03.02.03 «Технология лесозаготовительных и деревоперерабатывающих производств» всех форм обучения.

## **I. Правила безопасности при работе в лаборатории органического синтеза**

Правила безопасности при работе в лаборатории органического синтеза регламентируются инструкцией по охране труда № 461/ООТ 290-17 от 2017 г. и инструкцией при работе со стеклянной посудой и приборами в химической лаборатории № 459/ООТ от 2014 г. Санкт-Петербургского государственного лесотехнического университета. Перед началом работы в практикуме органического синтеза студенты должны прочесть эти документы и пройти соответствующий инструктаж по технике безопасности. Ниже представлены основные правила работы в лаборатории органического синтеза.

### **1. Общие требования по охране труда.**

1.1. К работе в лабораториях кафедры допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медосмотр и инструктаж по охране труда и пожарной безопасности, а также по безопасным методам работы с соответствующей записью в журнале

1.2. Работать в лаборатории разрешается только в халатах с длинными рукавами. Длинные волосы должны быть аккуратно подобраны. Студенты, присутствующие на практической работе без халата, непосредственно к проведению эксперимента не допускаются, но присутствуют на занятии.

1.3. В лаборатории запрещается курить, принимать пищу и напитки.

1.4. Запрещается работать в лаборатории в отсутствие преподавателя или лаборанта, а также выполнять в лаборатории экспериментальные работы, не связанные с выполнением учебного практикума.

1.5. Во время работы в лаборатории необходимо соблюдать чистоту, тишину и порядок. При всех работах с химикатами соблюдать максимальную осторожность, помня, что неаккуратность, невнимательность, недостаточное знакомство с приборами и свойствами веществ могут повлечь за собой несчастный случай.

1.6. Все процедуры при выполнении работы (отмеривание реактивов, их переливание, нагревание и т.д.) должны производиться только на своём рабочем месте или под тягой.

1.7. При работе со спиртом и другими легко воспламеняющимися веществами избегать воспламенения паров.

1.8. Запрещается подключать неизвестные приборы к лабораторным розеткам.

1.9. Запрещается переносить включенные приборы.

1.10. Все вопросы по выполнению эксперимента, возникающие в процессе работы, следует немедленно выяснить у преподавателя.

1.11. Опасными факторами при работе со стеклянной посудой и приборами являются:

- хрупкость материала,
- возможность порезов рук при поломке посуды, либо при использовании дефектной посуды и приборов,
- возможность ожогов рук при неосторожном обращении с нагретыми стеклянными деталями,
- возможность попадания осколков стекла в глаза,
- возможность взрыва при работе с вакуумными приборами,
- возможность отравления и химического ожога при поломке посуды и приборов, содержащих ядовитые и едкие вещества.
- возможность пожара при поломке посуды и приборов, содержащих легко воспламеняющиеся вещества.

1.12. При работе со стеклянной посудой и приборами должны выполняться следующие требования по обеспечению безопасности:

1.12.1. Изделия, имеющие пороки стекла (пузыри, камни, крупку, пену, свищи, царапины, трещины, неоднородности) нельзя использовать для работ, связанных с нагреванием или (и) пониженным давлением.

1.12.2. Нельзя вести в стеклянной посуде работу при повышенном давлении. При необходимости создать незначительное избыточное давление (например, инертного газа) следует либо ввести в газовую линию ртутный предохранительный затвор, обеспечивающий избыточное давление не выше 2-2.6 кПа (15-20 мм.рт.ст.), либо подавать газ из резиновой камеры.

1.12.3. Нельзя вести нагревание в закрытых колбах или приборах из стекла. Для подобных работ существуют автоклавы.

1.12.4. При проведении мелких стеклодувных работ в лаборатории (запаивание ампулы, оттягивание капилляров, изгибание стеклянных трубок и т.п.) следует следить, чтобы вблизи горелки (спиртовки) не находилось легковоспламеняющихся жидкостей.

1.12.5. Следует избегать запаивания ампул с горючими и низкокипящими жидкостями; запаивание ампул с взрывоопасными веществами запрещается. При запаивании ампул необходимо следить за тем, чтобы вещество внутри ампулы не нагревалось. Вещество не должно заполнять более половины ампулы. Заливаемую ампулу следует оборачивать полотенцем.

1.13. В случае травмирования работающего (порезы, ожоги и т.п.), а также при обнаружении неисправности какого-либо оборудования, следует немедленно сообщить об этом руководителю работ, заведующий кафедрой.

1.14. Каждый работающий обязан уметь оказать первую помощь при травме, связанной с работой со стеклом.

1.15. Требования инструкции обязательны для работающих, невыполнение их рассматривается как нарушение производственной дисциплины.

## **2. Требования перед началом работы.**

2.1. Студент должен быть информирован о содержании предстоящей работы и знать её методические особенности по учебному практикуму. Должен привести в порядок рабочее место, освободив его от реактивов, посуды и оборудования, не используемых в данной работе.

2.2. Проверить наличие средств индивидуальной защиты (спец. одежда, защитная маска и т.д.), пожаротушения и защиты от поражения электрическим током в том случае, если в каком-то из них может возникнуть нужда в ходе планируемой работы. В помещении должна находиться аптечка с набором лекарственных препаратов и перевязочных материалов.

2.3. Проверить исправность и комплектность стеклянной посуды и приборов, а также другого оборудования, используемого в работе. Местное освещение должно обеспечивать достаточную видимость всех необходимых объектов.

2.4. Лабораторный журнал должен быть заранее оформлен.

2.5. Химическая посуда должна быть чистой, т.к. грязь может изменить ход реакции.

2.6. Работы с газообразными и летучими веществами, вредными для здоровья, должны производиться только под тягой.

## **3. Требования во время работы.**

3.1. Запрещается проводить опыты, не назначенные преподавателем, вносить и выносить из лаборатории любые вещества и приборы без разрешения преподавателя.

3.2. Химические реакции надлежит выполнять с такими количествами и концентрациями веществ, в таких приборах и посуде, как указано в описаниях работ. Необходимо внимательно прочесть надпись на этикетке, прежде чем взять вещество для опыта.

3.3. Никакие вещества в лаборатории нельзя пробовать на вкус, а также брать руками. Нюхать какие бы то ни были вещества в лаборатории необходимо с осторожностью, не вдыхая полной грудью, а направляя к

себе пары или газ движением руки.

3.4. Обо всех неполадках в работе оборудования, водопровода, электросети студенты обязаны сообщить преподавателю. Устранять неисправности самостоятельно запрещается.

3.5. Необходимо соблюдать большую осторожность при работе с кислотами, щелочами, солями тяжёлых металлов, а также такими веществами, как бромная вода, фенол и др. Следует остерегаться попадания указанных реактивов на кожу (ожоги), одежду (разъедание ткани) и внутрь организма (отравление).

3.6. Нельзя наклоняться над сосудом, в котором кипит или наливается жидкость (особенно едкая), так как брызги могут попасть в глаза.

3.7. Сосуды с веществами или растворами необходимо брать одной рукой за горлышко, а другой снизу поддерживать за дно.

3.8. При переливании жидкостей необходимо пользоваться воронкой, поставленной в кольцо штатива над сосудом приемником.

3.9. Неиспользованные реактивы никогда не помещайте в тот сосуд, из которого они были взяты.

3.10. При работе со стеклянной посудой и приборами необходимо соблюдать следующие меры безопасности:

3.10.1. Марка стекла должна соответствовать характеру проводимой работы. Посуда из нетермостойкого стекла используется для работ без нагревания либо с равномерным нагреванием до 100°C; эту посуду нельзя нагревать непосредственно на открытом огне или электроплитке, а также резко охлаждать. Термостойкая посуда допускает нагревание до 300°C, но следует иметь в виду, что резкие перепады температуры более 150°C недопустимы. Прокаливание при температурах выше 300° ведут в фарфоровой и кварцевой посуде.

3.10.2. Следует оберегать от неравномерного нагревания толстостенные стеклянные изделия (эксикаторы, колбы Бунзена, склянки Тищенко, Вульфа, мерные цилиндры, пробки и т.д.).

3.10.3. Работа со стеклом исключает применение физических усилий. Следует помнить, что в силу хрупкости материала вероятность поломки стеклянного изделия находится в экспоненциальной зависимости от величины физического усилия. При разъединении заклинившихся деталей следует использовать растворители и (или) нагревание внешней детали; при нагревании резиновых шлангов рекомендуется использовать смачивание водой или (в случае вакуумных шлангов) выдерживание их в органических растворителях до разбухания.

3.10.4. Запрещается использовать посуду, имеющую трещины или отбитые края. Острые края стеклянных трубок и палочек следует оплавливать в пламени



горелки.

3.10.5. В тех случаях, когда возможен слом или взрыв стеклянной посуды или прибора, следует закрывать их материей, использовать защитные экраны и маски. В частности, при разъединении стеклянных деталей, требующем усилия, детали следует оборачивать вафельным полотенцем. Вакуум-эксикаторы, вакуум пистолеты и т.п., не защищенные экранами, следует оборачивать простой тканью. При вакуумной перегонке вся система должна быть отделена защитным экраном из плексигласа, а работающий обязан находиться в маске.

3.10.6. Посуда в столе должна содержаться в порядке, мелкие детали - в неглубоких коробках в один слой на вате. При выдвигании ящиков стола посуда не должна ударяться о стол и друг о друга. Запас посуды сверх необходимого в повседневной работе хранится отдельно.

3.10.7. Стеклянные приборы и посуду больших размеров переносят только двумя руками. Крупные (объемом более 5 л) бутылки с жидкостями переносят вдвоем в специальных корзинах или ящиках с ручками. Поднимать крупные бутылки за горло запрещено. Для переливания жидкостей из крупных бутылей следует использовать специальные устройства для планового наклона бутылки либо сифоны. Стеклянную посуду с ртутью переносят и эксплуатируют только на металлических поддонах, избегая тряски и резких толчков.

3.10.8. Резка способом "на излом" практикуется для трубок диаметром до 15 мм при толщине стенок не менее 0.2 мм, толстостенных капилляров и палочек диаметром до 10 мм. Надрез производят без нажима перпендикулярно оси трубки на 0.2 длины ее окружности; при сломе изделия оборачивают полотенцем.

3.10.9. При разъединении заклинившихся шлифов нельзя прибегать к нагреванию, если сосуд содержит горючие жидкости.

3.10.10. Во избежание заклинивания шлифов, при работах, требующих нагревания, следует использовать детали из одного сорта стекла или из стекла с близкими коэффициентами теплового расширения.

3.10.11. Перегонку под вакуумом можно проводить только в круглодонных колбах, снабженных капилляром или молекулярными ситами.

3.10.12. Шлифы должны быть хорошо притерты и смазаны. При вакуумных перегонках используются высокотемпературные вакуумные смазки. Допустимо использование фторопластовых или, если не требуется термостойкость, полиэтиленовых уплотнительных материалов. Если возможен нагрев шлифованного соединения выше 200°C, в качестве смазки используют графитовую пудру.

3.11. При закреплении стеклянных конструкций на штативах и т.п. следует не допускать перекосов и напряжений, которые могут вести к поломке прибора.

Рекомендуется монтировать установки на рамах или связанных штативах. Лапки и кольца, предназначенные для закрепления стеклянных приборов, должны иметь мягкие резиновые прокладки на поверхностях, соприкасающихся со стаканом. Нельзя туго закручивать винты лапок.

3.12. Конусные шлифы должны скрепляться с помощью резиновых колец или стальных пружин.

3.13. Студенты, аспиранты и молодые специалисты, готовящиеся к проведению работ в собранных ими сложных стеклянных конструкциях (разгонка, синтез и т.д.), до начала работы должны показать собранную установку руководителю.

#### **4. Требования в аварийных ситуациях.**

4.1. При возникновении аварийной ситуации необходимо немедленно выявить и устранить источник аварии, принять меры по ликвидации аварии, оказать первую (доврачебную) помощь пострадавшему.

4.1. В аварийных ситуациях и при несчастном случае необходимо поставить в известность о случившемся заведующего кафедрой и администрацию университета, отдел охраны труда, обеспечить сохранность обстановки, если это не представляет опасности для жизни и здоровья людей.

4.2. Приступать к работе разрешается только после расследования комиссией причин несчастного случая, устранения нарушения, наведения порядка, проведения внепланового инструктажа по охране труда.

4.3. В случаях с разбитой лабораторной посудой, не собирать её осколки незащищенными руками, а использовать для этой цели щетку и совок.

4.4. Уборку разлитых и рассыпанных реактивов производить, руководствуясь требованиями инструкции по безопасной работе с соответствующими химическими реактивами.

4.5. В случае с разлитой легковоспламеняющейся жидкостью и ее возгоранием немедленно сообщить в ближайшую пожарную часть и приступить к тушению очага возгорания первичными средствами пожаротушения.

4.2. При ранении следует осторожно смазать края раны настойкой йода и наложить стерильную повязку. Нельзя промывать раны водой. При венозном кровотечении, наложить стерильную давящую повязку, при артериальном - либо давящую повязку, либо, если этого недостаточно, наложить жгут.

4.3. При термических ожогах кожи обожженную часть тела охлаждают,

при ожогах II степени (появление пузырей) накладывают стерильную повязку и направляют пострадавшего в поликлинику. При ожогах кислотами или щелочами обильно промывают водой пораженное место, затем обрабатывают его 2%-ным водным раствором пищевой соды (при ожогах кислотой) или 2%-ным водным раствором борной, уксусной или лимонной кислотой (при ожогах щелочью).

4.4. При обширных ранах, ожогах, попадании стекла в глаза, а также при отравлениях следует немедленно вызвать врача. Нельзя пытаться самостоятельно извлекать осколки стекла из глаз. При любых поражениях глаз рекомендуется в качестве доврачебной помощи только их промывание.

## **5. Требования по окончании работы.**

5.1. Привести в порядок рабочее место.

5.2. Отключить приборы от электрической сети. При отключении электророзетки не дергать за электрический шнур.

5.3. Снять спецодежду, средства индивидуальной защиты и тщательно вымыть руки с мылом.

5.4. Разборка установок, собранных из стеклянных деталей, производится после их охлаждения и при атмосферном давлении внутри системы.

5.5. При разъединении стеклянных деталей следует избегать применения физической силы. Заклинившие шлифы отмачивают в растворителях и затем разогревают снаружи, что приводит к их расширению и последующему разъединению. Не следует пытаться снять плотно сидящие шланги, их надо срезать скальпелем. При разборке плотно сидящих соединений, следует оборачивать их материей.

5.6. Мыть посуду следует сразу же после ее использования, либо в конце рабочего дня. Грязную посуду складывают отдельно и компактно в специальных противнях и т.п. Первичное споласкивание посуды, загрязненной летучими, вредными и дурнопахнущими веществами, проводят в вытяжном шкафу.

При мытье посуды надевают резиновые перчатки, а в случае агрессивных жидкостей - дополнительно защитную маску. Следует следить, чтобы капли жидкости не попали под маску. Запрещается работать с хромовой смесью без резиновых перчаток, защитной маски, прорезиненного или полиэтиленового фартука. Поручать мытье посуды другим лицам допускается лишь в тех случаях, когда загрязнения неагрессивны, неядовиты и легко смываются. Только в том случае, если загрязнения не смываются горячей мыльной водой, допустимо использовать иные средства. Нельзя использовать для мытья посуды составы, содержащие концентрированную азотную кислоту. Следует избегать попыток

механического освобождения стеклянных изделий от грязи с применением физических усилий.

5.7. При сушке нетермостойкой посуды, ее закладывают в холодный сушильный шкаф и лишь затем включают нагревание.

5.8. Перед уходом с работы следует привести в порядок свое рабочее место, отключить электроэнергию и воду, оставить спецодежду в отведенном для нее месте, вымыть руки.

5.9. О всех недостатках, обнаруженных во время работы, требуется сообщить руководителю, а в случае необходимости – руководству кафедры, дежурному по университету.

## II. Химическая посуда и оборудование в лаборатории органического синтеза

Синтез органических соединений в лаборатории осуществляют с использованием химической посуды, обычно, стеклянной. Это колбы, стаканы, холодильники, насадки, переходники, воронки и др. Кроме этого, применяют специальное оборудование: весы, нагревательные электроплитки, магнитные мешалки, вакуумные насосы, ротационные вакуумные испарители и др.

Для проведения реакции используют сосуд (колбу, стакан), в который можно поместить исходные соединения и осуществить синтез. Для этого необходимо соблюдение следующих условий:

- объем сосуда должен быть больше общего объема загружаемых ингредиентов. Обычно коэффициент заполнения реакционного сосуда составляет 0.5–0.7, а при проведении реакции с перемешиванием коэффициент заполнения составляет 0.4–0.5;

- материал, из которого сделан реакционный сосуд, должен соответствовать требованиям, предъявляемым к температурным режимам реакции, и не должен реагировать с исходными веществами и реакционной массой;

- сосуд должен легко соединяться с дополнительными приборами, необходимыми для проведения синтеза.

При проведении работ, связанных с органическим синтезом, применяют два принципиально различных типа современной химической посуды, различающиеся наличием шлифованных соединений. Не имеющее шлифов изделия (лабораторный стакан, колба для кристаллизации вещества или чашка для его нагревания), является вполне самостоятельным, только лишь в некоторых случаях имеет стеклянные трубки переменного диаметра ("оливки") для подсоединения шлангов или вставляется в резиновую пробку.

Основная масса стеклянной лабораторной посуды представлена предметами, имеющими стандартные шлифы. Из этих предметов и собирают приборы для синтеза и выделения соединений. Наиболее часто встречаются шлифованные соединения с диаметрами 10, 14.5, 19 и 29 мм. Шлифы обозначаются по диаметру нижнего основания, в обозначении указывается только его целочисленная часть. Так, говоря о "14-ом шлифе", подразумевают "шлифованное соединение с диаметром основания (меньшим диаметром) 14.5 мм".

В работе применяют несколько основных типов шлифованных соединений, отличающихся по форме – конические, сферические и цилиндрические. Наиболее распространенными являются конические (рис. 1). Шлифованный

снаружи конус носит название "кern", а соответствующую ему шлифованная изнутри коническая трубка - "муфта".

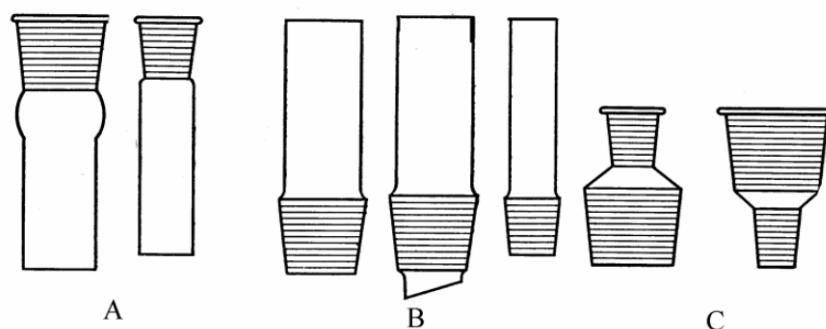


Рисунок 1. Стандартные конусные шлифованные соединения: А – муфты; В – керны; С – шлифованные переходы.

Наиболее простыми и удобными в пользовании реакционными сосудами являются химические стаканы. Они могут быть изготовлены из различных материалов – фарфора (рис. 2, а), стекла (рис. 2, б), полипропилена – и предназначены для различных целей. Полипропиленовые стаканы используют для взвешивания инертных по отношению к насыщенным углеводородам веществ, сбора фракций при хроматографии и иных процедур, не требующих нагревания или охлаждения. Стекланные стаканы (в особенности термостойкие) дополнительно используются для проведения химических реакций и визуальным наблюдением за ними, а также перекристаллизации веществ. Приготовление растворов, сопровождающееся сильным нагревом (разбавление  $H_2SO_4$ , растворение щелочей, приготовление хромпика) удобно проводить в термостойких фарфоровых стаканах и кружках. Фарфоровые изделия, к тому же, заметно прочнее стеклянных.

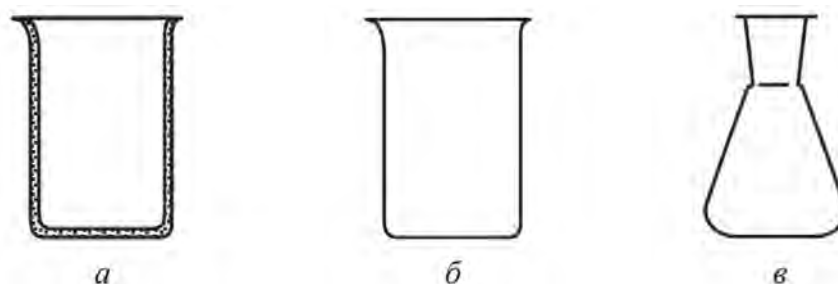


Рисунок 2. Реакционные сосуды: а – из фарфора; б – термостойкого стекла; в – колба Эрленмейера.

Исключительная простота конструкции, отличающая стаканы, устанавливает жесткий предел их функциям, оставляя лишь простые синтезы. Так, стаканы нельзя использовать при нагревании низкокипящих и легковоспламеняющихся растворителей. В этом случае часто применяют плоскодонную колбу Эрленмейера (рис. 2, в), к горлу которой можно присоединить дополнительные приборы.

При всех удобствах колбы Эрленмейера, ее нельзя использовать при работе с вакуумом во избежание взрыва. При перемешивании и кипячении суспензий осадок скапливается у стенок колбы, что мешает нормальному протеканию реакции. Универсальной формой реакционного сосуда, позволяющей совершать наибольшее количество операций, оказывается сферическая или близкая к ней посуда, чаще всего применяемая в синтезе – круглодонные (рис. 3, *а*), а также грушевидные (рис. 3, *б*) и остродонные (рис. 3, *в*) колбы. Колбы чаще всего изготавливают из термостойкого стекла. Материал для колбы выбирают в соответствии с условиями реакции. Сложные синтезы, в ходе которых необходимо осуществление нескольких операций (прибавление реагентов, перемешивание, пропускание газов, температурный контроль и прочее), требуют специальных колб с несколькими горлами (рис. 3, *г*).

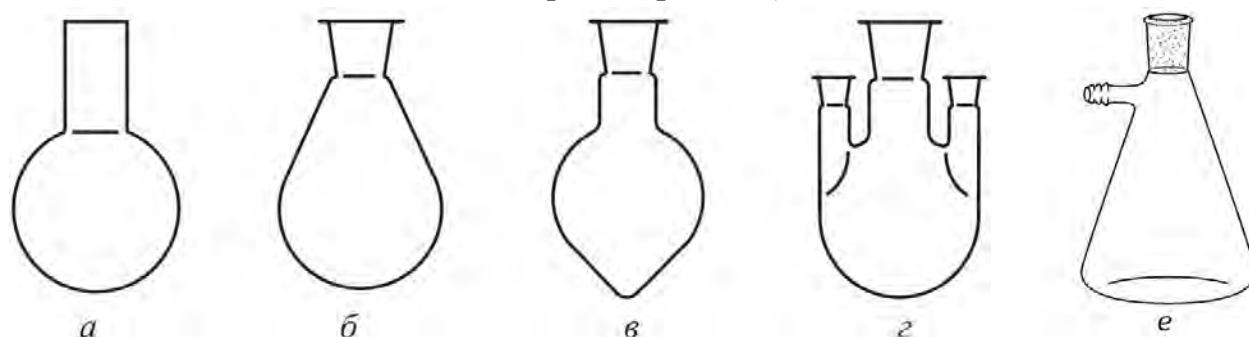


Рисунок 3. Виды колб: *а* – круглодонная; *б* – грушевидная; *в* – остродонная; *г* – трехгорлая; *е* – колба Бунзена.

В лабораторной практике используются колбы, специально предназначенные для перегонки веществ. Наиболее распространенными из них являются колбы Вюрца, Фаворского и Клайзена (рис. 4). Они имеют вертикальные шлифы - муфты (для термометра и капилляра) и нисходящий шлиф - керн для присоединения холодильника. Между собственно колбой и этим керном может располагаться дефлегматор (рис. 4, *в*, *д*).

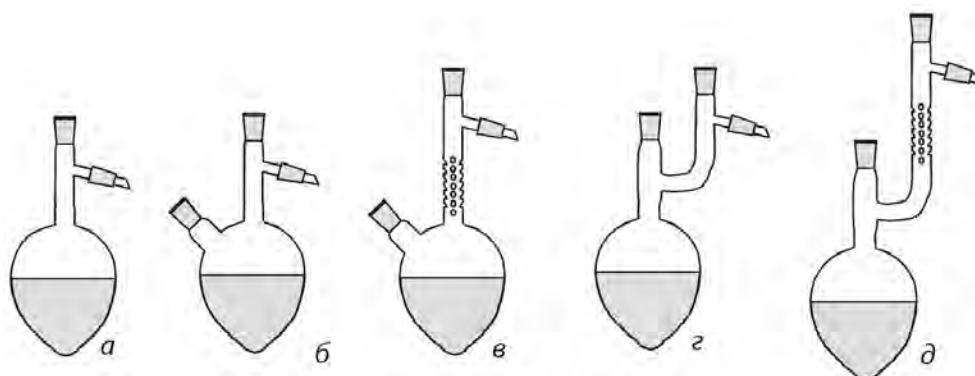


Рисунок 4. Колбы для перегонки: *а* – Вюрца; *б* и *в* – Фаворского; *г* и *д* – Клайзена. Колбы *в* и *д* – с дефлегматором "елочка".

При нагревании реакционных смесей происходит испарение летучих веществ, которые необходимо либо возвращать в зону протекания реакции, либо, наоборот, удалять из нее. Для проведения данных операций используют холодильники, предназначенные для конденсации испарившихся жидкостей. Простейшим холодильником является прямой воздушный, представляющий собой обычную трубку из термостойкого стекла. Он может служить для возврата конденсата в реакционную массу, называясь при этом обратным холодильником (рис. 5, *а*), либо для отвода паров, приобретая название нисходящего. Воздушный холодильник используют для перегонки или конденсации жидкостей с температурой кипения 150°C и выше. Применение в этих случаях водяных холодильников сопряжено с риском, так как вследствие резкого перепада температур трубка холодильника может лопнуть. Кроме того, воздушные холодильники используют, если отгоняемое вещество имеет высокую температуру плавления.

Простым по конструкции и широко распространенным в лабораторной практике является холодильник Либиха (рис. 5, *б*), который используется как в качестве нисходящего, так и в качестве обратного. Холодильник Либиха состоит из внутренней трубки, в которой происходит конденсация паров, и наружной рубашки, спаянной с внутренней трубкой. Наружная рубашка имеет два отростка ("оливки"), на которые надевают резиновые трубки, при этом одну присоединяют к водопроводному крану, а вторую отводят в раковину. Вода подается через нижнюю оливку, чтобы холодильник был полностью заполнен.

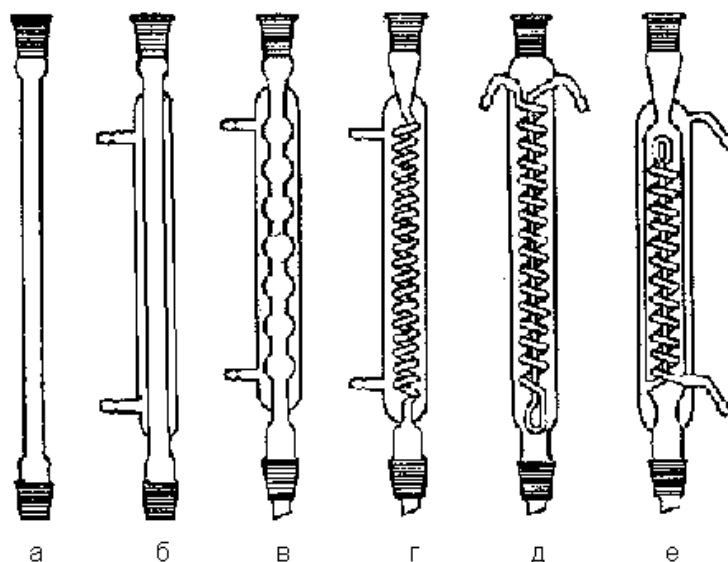


Рисунок 5. Холодильники: *а* – воздушный холодильник; *б* – прямой или холодильник Либиха; *в* – шариковый; *г* – змеевиковый; *д* – холодильник Димрота; *е* – холодильник Димрота-Либиха.



В лабораториях применяют и холодильники других типов. Шариковый холодильник (рис. 5, в) обычно используется как обратный, так как шаровидные расширения внутренней трубки заметно повышают его эффективность по сравнению с холодильником Либиха. Змеевиковый холодильник (рис. 5, з) всегда применяется только как нисходящий холодильник для низкокипящих веществ. Он никогда не используется как обратный, стекающий по сгибам тонкой внутренней трубки конденсат при интенсивном кипении легко может быть выброшен из холодильника. Удачной является конструкция обратного холодильника Димрота (рис. 5, д), конденсация паров в котором происходит на внешней поверхности впаянного внутрь стеклянной трубки змеевика. Эффективность этого холодильника можно увеличить, охлаждая и внешние стенки – в результате получаем холодильник Димрота-Либиха (рис. 5, е).

При использовании холодильников необходимо постоянно следить за током воды. Слишком сильный ток может привести к тому, что будут сорваны шланги, и вода попадет на рабочее место, нагретую перегонную колбу, раскаленную плитку или окажется в глицериновой/силиконовой бане. Слабый ток воды или его отсутствие тоже могут привести к аварии.

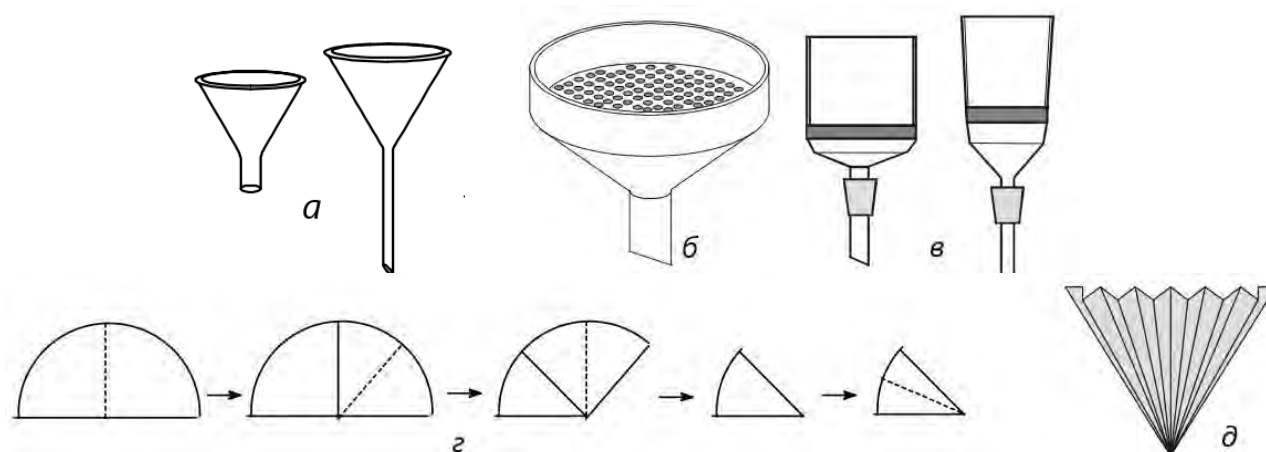


Рисунок 6. Химические воронки: *а* – простые воронки; *б* – воронка Бюхнера; *в* – воронки Шотта; *з* – процедура изготовления складчатого фильтра; *д* – готовый складчатый фильтр.

Для переливания жидкостей и фильтрования при атмосферном давлении применяются конические химические воронки. Они изображены на рис. 6, на этом же рисунке показано изготовление складчатого фильтра из кружка фильтровальной бумаги (рис. 6, з, д). За счет складок бумага не прилегает плотно к поверхности воронки, что и обеспечивает фильтрование через нее. Если ставится задача отделения нерастворимых примесей (осушителя и т.п.), можно использовать небольшой кусок ваты. Для отделения кристаллических продуктов применяют фильтрование под вакуумом. При этом используют изготовленные из фарфора воронки с плоским дырчатым дном (воронки

Бюхнера, рис. 6, б), вставляемые в конические колбы с отводом (колбы Бунзена, рис. 3, е). Иногда воронки Бюхнера заменяют на воронки со вплавленной пластинкой из пористого стекла (воронки (фильтры) Шотта, рис. 6, в).

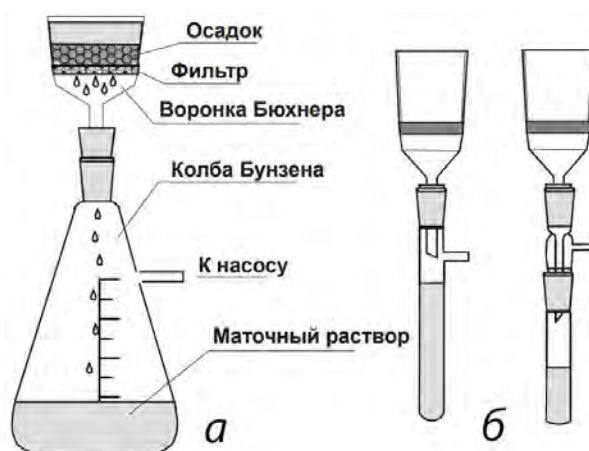


Рисунок 7. Приборы для фильтрования под вакуумом: а – для фильтрования с колбой Бунзена и воронкой Бюхнера; б – для фильтрования в "палец" и в пробирку через воронки (фильтры) Шотта.

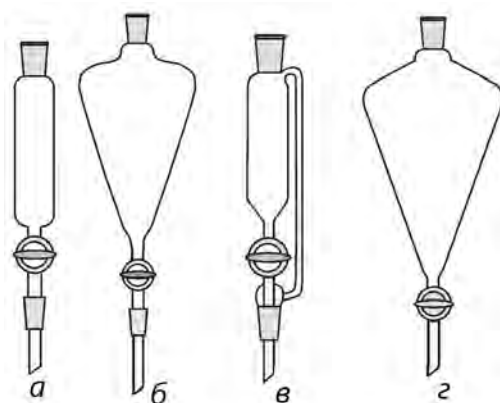


Рисунок 8. Капельные и делительные воронки: а, б – простые капельные воронки; в – капельная воронка с обводом; г – делительная воронка.

Капельные воронки (рис. 8, а-в) используются для приливания жидкости к реакционной смеси и представляют собой цилиндрические или конические емкости с муфтой сверху, а также краном и керном снизу. Перед работой с капельной воронкой шлиф стеклянного крана необходимо слегка смазать вакуумной смазкой – и обязательно проверить, не протекает ли кран в закрытом положении. Более удобными и универсальными являются воронки с обводом (компенсатором давления, впаянной "до" и "после" крана стеклянной трубкой).

Делительные воронки (рис. 8, г) конструктивно отличаются от простых капельных воронок тем, что обычно имеют коническую форму и не имеют

нижнего керна. Эти воронки служат для разделения двух несмешивающихся жидкостей и комплектуются стеклянными или пластиковыми пробками.

В синтетической практике используются самые разные по конструкции насадки – спаянные под нужными углами трубки со шлифами разного диаметра (рис. 9). Они обычно вставляются в колбы и используются для монтажа лабораторных приборов из отдельных предметов (колб, холодильников, капельных воронок, термометров, и пр.). Удобной является насадка (ловушка) Дина-Старка (рис. 9, *з*), в основном используемая при проведении реакции дегидратации: керн вставляется в колбу, в муфту же вставляют обратный холодильник. В колбе кипит раствор вещества, выделяющаяся вода конденсируется в ловушке Дина-Старка и сливается через кран. Аллонжами называют специальные изогнутые насадки, предназначенные для соединения прямых холодильников с приемными колбами (рис. 9, *д, е*).

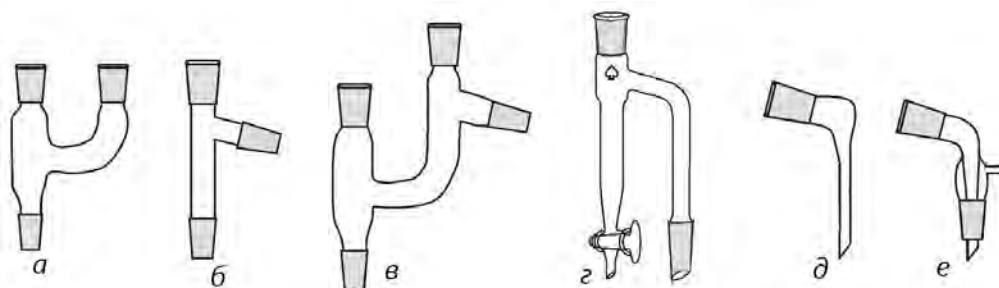


Рисунок 9. Насадки и аллонжи: *а* – двурога насадка; *б* – насадка Вюрца; *в* – насадка Клайзена; *з* – насадка Дина-Старка; *д-е* – аллонжи.

Основное предназначение мерной посуды – определение объема жидкостей (рис. 10). Для отбора нужных объемов жидких реагентов используют пипетки и мерные цилиндры. Мерные колбы применяют для приготовления в них растворов известной концентрации.

Хлоркальциевые трубки (рис. 11) используются для осушки газов. Хлоркальциевая трубка содержит поглощающее воду вещество, чаще всего – гранулированный  $\text{CaCl}_2$  (отсюда и название). На рис. 11 изображены два основных типа таких трубок – предназначенная для изоляции прибора от водяных паров (через нее выравнивается с атмосферным давление в приборе, содержащем чувствительные к влаге воздуха вещества) и предназначенная для осушки потока газов (иногда возникает и такая необходимость – например, получение сухих  $\text{CO}_2$ ,  $\text{HCl}$ ).

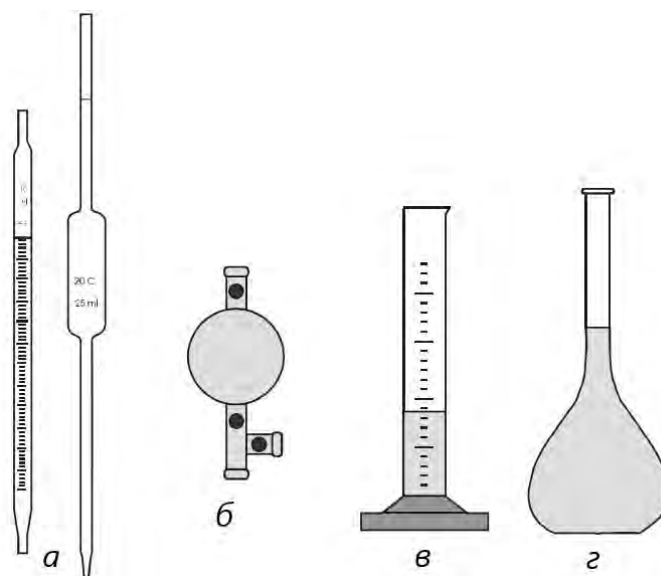


Рисунок 10. Мерная посуда: *а* – пипетки; *б* – груша с клапанами для заполнения пипеток; *в* – мерный цилиндр; *г* – мерная колба.



Рисунок 11. Осушительные трубки: *а* – хлоркальциевая трубка с одним шаром; *б* – U-образная трубка (обычно используется для осушки потока газа).

Весы – измерительное оборудование, широко используемое научной и производственной сферами для измерения массы. Весы разнятся по принципу работы – механические и электронные (рис. 12). Электронные варианты имеют более богатый функционал - они могут иметь такие опции как: запоминание результатов, их перенос на компьютер или принтер, суммирование показаний, процентное вычисление, смена единиц, режимов взвешивания. Механические весы дешевле, не требуют подключения к электросети, но сейчас практически не используются. Современные модели делятся по категориям, классам точности, позволяя вычислить не только общую массу образцов, но и процентное, количественное содержание веществ в смеси, россыпи, вычислять объем методом погружения в воду на поддонном крюке. Каждый прибор, используемый на социальных объектах, должен соответствовать требованиям ГОСТ.

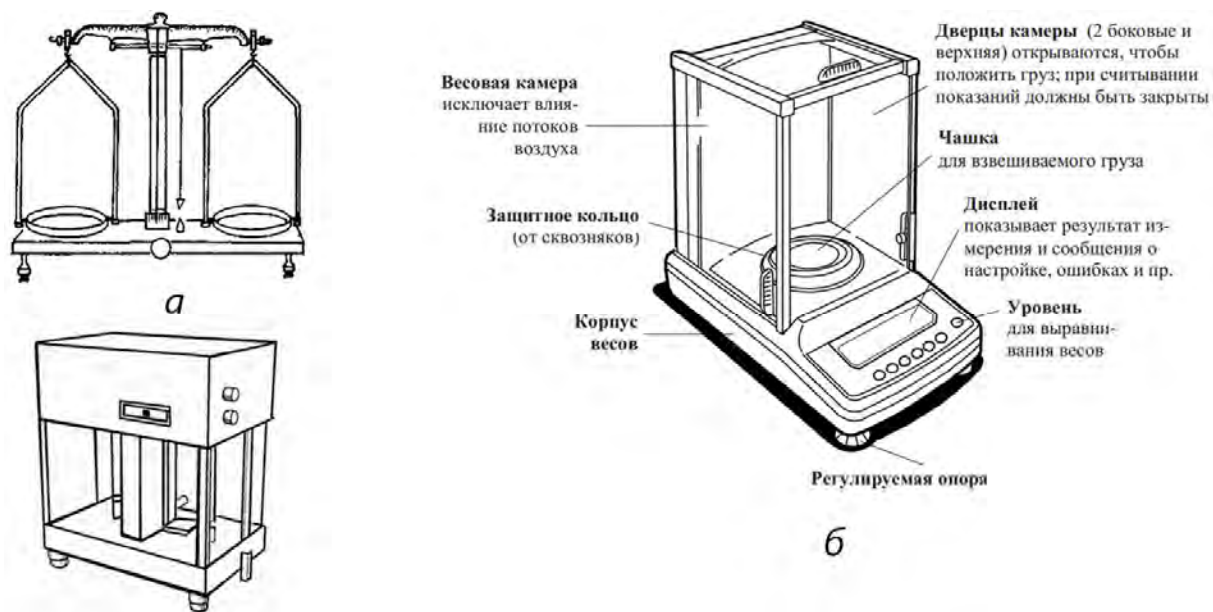


Рисунок 12. Механические (а) и электронные аналитические весы (б).

Для нагревания веществ и их растворов используют электроплитки с закрытой спиралью или колбонагреватели (рис. 13, а, в, г). Применение плиток с открытой нагревательной спиралью в лаборатории запрещено (рис. 13, б). Во избежание местных перегревов, а также для более точной регулировки температурного режима используют различные бани. Наиболее простым их видом является баня воздушная (рис. 13, д). Водяная баня (рис. 13, е), позволяет осуществлять мягкий нагрев в диапазоне температур 20-100°C, замена теплоносителя на силиконовое масло, парафин или глицерин (называющиеся соответственно масляными, парафиновыми или глицериновыми), позволяют нагревать реакционную массу до температуры 200-250°C. Однако при высоких температурах они сильно дымят и становятся пожароопасными, а попадание воды приводит к разбрызгиванию содержимого, что чревато ожогами

Способ охлаждения реакционного сосуда, как и способ нагрева, зависит от требуемой температуры. Охлаждения до комнатной температуры достигают обычно, погружая колбу или стакан в баню с проточной холодной водой. При необходимости отвода большего количества тепла пользуются ледяными банями – сосудами, наполненными мелко накрошенным льдом с водой. С помощью ледяных бань можно достичь охлаждения до +5°C. Если допустимо разбавление реакционной массы водой, то быстрого охлаждения можно достичь, внося лед непосредственно в реакционную массу. Для охлаждения смесей ниже 0°C чаще всего применяют смеси льда с различными солями. Так, смесь льда с NaCl позволяет достичь -21°C (в бане); с NaNO<sub>3</sub> -18°C; с CaCl<sub>2</sub> -55°C. Однако температура бани сильно зависит от соотношения лед-соль, а также от степени измельчения льда. Достижение более низких температур возможно при использовании растворов сухого льда (твердого CO<sub>2</sub>) в ацетоне (-80°C), этаноле

( $-75^{\circ}\text{C}$ ), диэтиловом эфире ( $-99^{\circ}\text{C}$ ) и т.д. Для таких охлаждающих бань применяют специальные сосуды, обеспечивающие теплоизоляцию бани, с двойным дном и теплоизоляцией или вакуумированные сосуды Дьюара (рис. 13, ж, з).

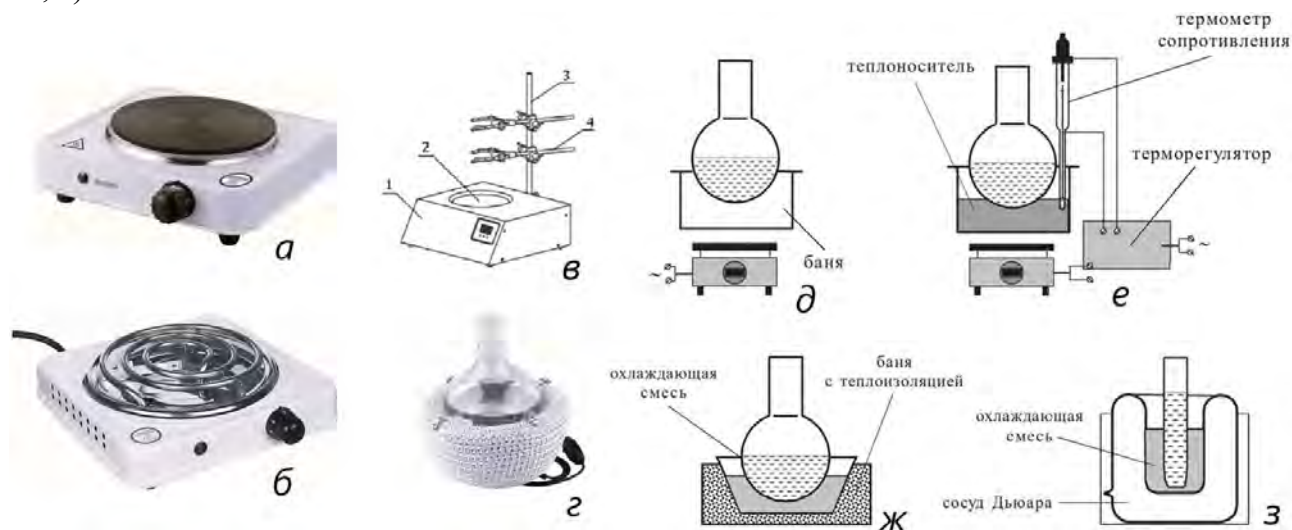


Рисунок 13. Оборудование для терморегулирования синтеза: а – электроплитка с закрытой нагревательной спиралью; б – электроплитка с открытой нагревательной спиралью; в, г – колбонагреватели различной конструкции; д – воздушная баня; е – жидкостная баня; ж – охлаждающая баня с двойным дном и теплоизоляцией; з – вакуумированный сосуд Дьюара. Устройство нагревателя: 1 – корпус колбонагревателя; 2 – корзина с нагревательным элементом; 3 – штатив сборный; 4 – лапка большая.

Перемешивание в процессе органического синтеза позволяет достигать термической однородности по всему объему смеси. Простейший случай перемешивания наблюдается при кипячении реакционной массы. В тех случаях, когда вязкость среды не слишком велика, интенсивное кипячение позволяет добиться вполне удовлетворительного перемешивания. Самые простые мешалки представляют собой стеклянные палочки (рис. 14, а), но эффективность их невелика. Наиболее эффективны пропеллерные мешалки (рис. 14, б), они же часто используются при работе с широкогорлыми сосудами. Для узкогорлых сосудов используют лопастные (рис. 14, в) или проволочные мешалки, однако их эффективность мала. Очень мощными и удобными в работе являются мешалки, изготовленные из тефлоновой трубки. Магнитные мешалки (рис. 14, г) часто используют в лабораторных синтезах, особенно при необходимости перемешивания в закрытом сосуде. Якорь из металла, заключенный в стеклянную, полиэтиленовую или тефлоновую оболочку, приводится в движение вращением сильного постоянного магнита. Мешалки такого рода очень удобны, однако их мощность невелика и в вязких реакционных массах они часто останавливаются.

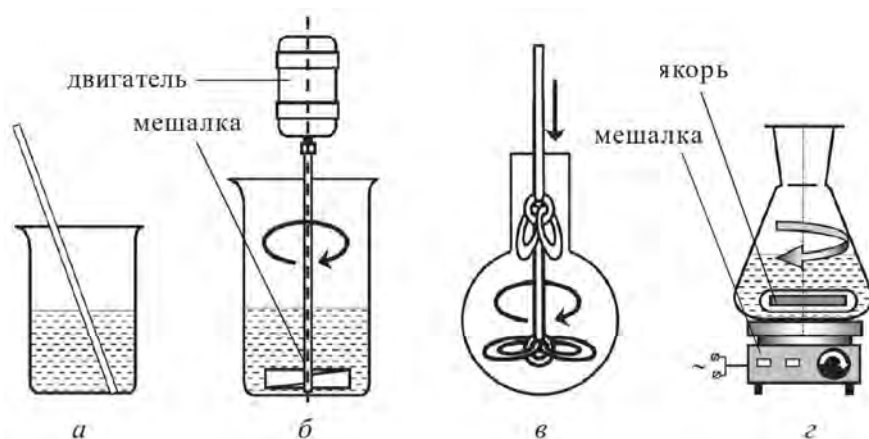


Рисунок 14. Виды мешалок: *а* – простейшая; *б* – пропеллерная; *в* – лопастная; *г* – магнитная.

подавляющую часть органических реакций проводят в растворителях. Кроме того, растворители широко применяют на этапах обработки реакционных смесей и очистки органических веществ. Наиболее быстрым, эффективным и удобным методом удаления растворителей из растворов является упаривание с помощью вакуумного роторного испарителя (рис. 15). Снижение давления в роторном испарителе приводит к понижению температуры кипения растворителя, что увеличивает скорость и эффективность его отгонки. При вращении вакуумированной колбы на ее внутренней поверхности постоянно образуется тонкая пленка жидкости, а внешняя поверхность обогревается баней, что приводит к интенсивному испарению растворителя и снижает вспенивание остающейся жидкости.

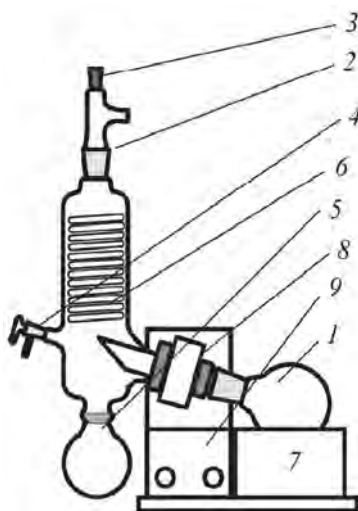


Рисунок 15. Схема роторного испарителя: 1 – колба с раствором; 2 – стеклянный корпус прибора; 3 – вакуумный отвод; 4 – кран связи с атмосферой; 5 – приемник для отгоняемого растворителя; 6 – обратный холодильник; 7 – термостатируемая баня; 8 – мотор с редуктором; 9 – блок управления.

Для работы вакуумного роторного испарителя требуется создание вакуума в рабочей камере прибора, изолированной от атмосферы. Таким оборудованием является лабораторный вакуумный насос, служащий для откачивания воздуха из замкнутого объема. В течение рабочего цикла происходит последовательное изменение объема рабочей полости устройства, результатом чего является удаление части газа или паров из пространства, в котором требуется создать разрежение. Основными видами вакуумных насосов, применяемыми в органическом синтезе, являются – водоструйный, мембранный и масляный, различающиеся по конструктивному признаку (рис. 16).

Водоструйный лабораторный насос (рис. 16, а) подходит для стандартных лабораторных задач – откачки газов, отведения пара, создания небольшого вакуума и разрежения различной степени в замкнутом пространстве. Основной движущей силой является обычная водопроводная вода. Принцип работы основан на захвате газов и удалении вместе со струей проточной воды.

Под мембранным вакуумным насосом следует понимать агрегат, внутри которого имеется шток с мембраной (рис. 16, б). При совершении возвратно-поступательных движений происходит откачивание воздушной или газовой среды.

Масляные вакуумные насосы работают на принципе механического всасывания и выталкивания газа, которое обеспечивается вращением роторов устройства (рис. 16, в). Для уплотнения зазоров между корпусом и подвижными элементами используется специальное вакуумное масло, которое также выступает в качестве смазки. Для предупреждения попадания масла в окружающую среду и перекачиваемый поток насосы оснащаются масляным фильтром и обратным клапаном.

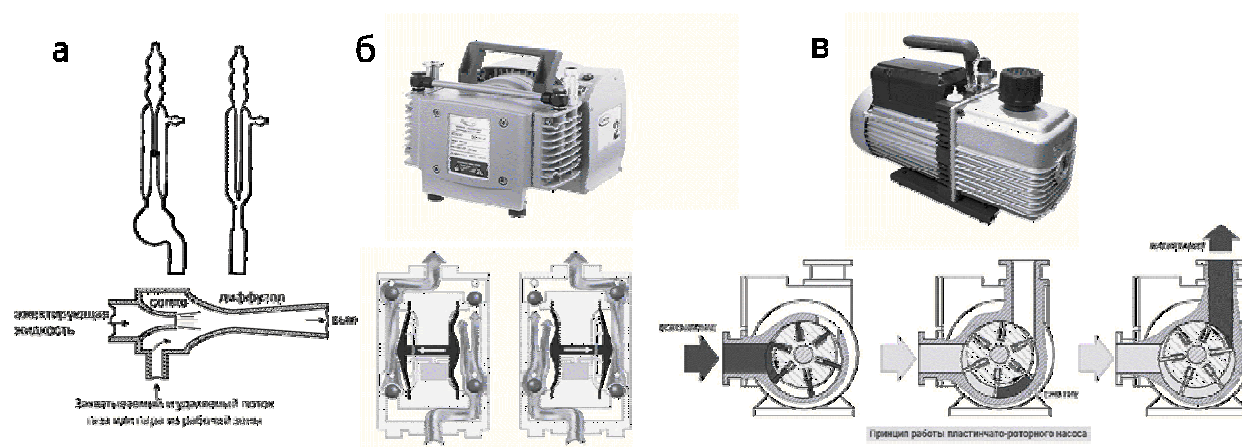


Рисунок 16. Вакуумные насосы: а – водоструйный; б- мембранный; в – масляный.



Для контроля за степенью чистоты твердых органических соединений часто используют измерение температуры его плавления. Чистые вещества обычно обладают четко выраженной температурой плавления, примеси обычно понижают эту температуру или увеличивают интервал, в котором плавится данное соединение. Для известных соединений температуры плавления табулированы.

Классическим методом определения температуры плавления является метод с использованием капилляра (рис. 17). Для этого вещество помещают в капилляр диаметром 1 мм, создавая столбик высотой 2-5 мм. Затем капилляр помещают в нагреваемый блок и наблюдают за изменениями, происходящими с веществом. Отмечают температуру, при которой появляется жидкая фаза (начало плавления) и температуру, при которой исчезают последние кристаллы вещества (конец плавления). Отмечают также все изменения, происходящие с веществом, а именно – изменение цвета, разложение, возгонку и т.п. Результаты представляют в виде интервала, например 135 -135.5°C. Измерения повторяют 2-3 раза. Более быстрым, но менее точным методом является метод плавления на шарике термометра. Для этого на шарик термометра, держа его горизонтально, помещают несколько кристаллов вещества, затем, не меняя положения, термометр помещают над поверхностью нагретой электроплитки на небольшой высоте. Температуру стараются поднимать медленно и отмечают точки начала и окончания плавления. Скорость нагрева регулируется расстоянием от плитки. Измерения повторяют 2-3 раза и берут среднее.

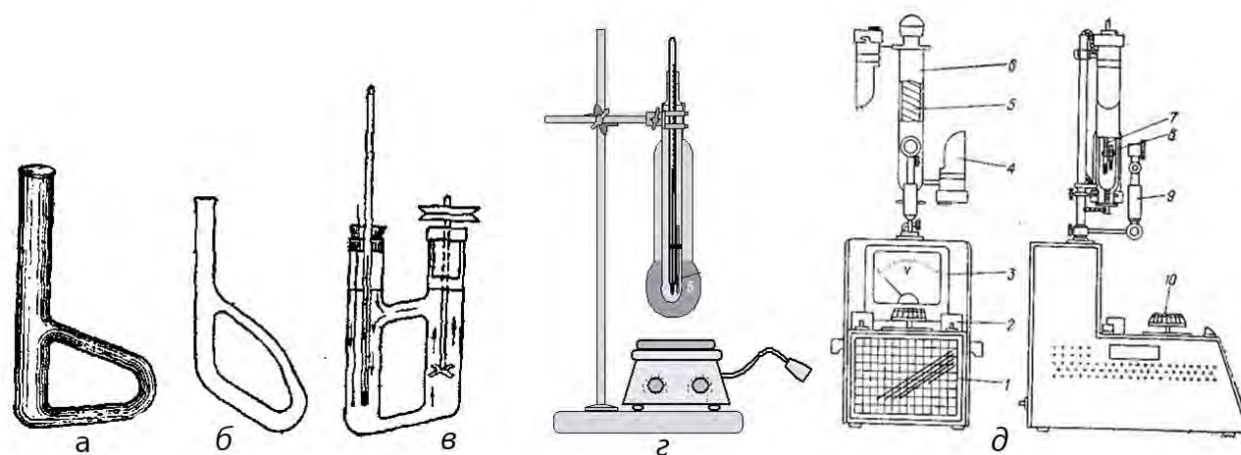


Рисунок 17. Приборы для измерения температуры плавления: а – Тиле; б — Денниса; в – Эвери; г – колба с удлинённым горлом, термометром и капилляром; д – ПТП для определения температуры плавления.

### III. Способы выделения и очистки органических соединений

**Перекристаллизация.** Наиболее часто применяемым методом очистки твердых веществ является перекристаллизация. Метод основан на различной растворимости соединений в растворителе при различных температурах. При кристаллизации вещество, как правило, необходимо растворить, приготовить раствор для кристаллизации, нагреть, дождаться охлаждения, отфильтровать полученные кристаллы и промыть их чистым растворителем. Растворитель для кристаллизации выбирают, руководствуясь следующими основными принципами. Вещество должно очень ограниченно растворяться в нем при нормальных условиях (или при охлаждении) и хорошо растворяться при нагревании. Обычно растворимость веществ резко возрастает вблизи точки кипения, поэтому при перекристаллизации жидкость всегда необходимо доводить до кипения. Растворимость примесей при этом должна быть либо очень хорошей, либо, наоборот, очень малой. В первом случае растворившиеся загрязнения не кристаллизуются из раствора, а во втором — не растворяются и их можно удалить фильтрованием. Необходимо также помнить о том, что растворитель не должен химически взаимодействовать с продуктом.

Перекристаллизацию проводят в приборе, состоящем из колбы и обратного холодильника (рис. 18, *а*). К веществу, помещенному в колбу, приливают такое количество растворителя, чтобы образовалась так называемая кашицеобразная консистенция, вносят кипелки, присоединяют обратный холодильник и доводят массу до кипения. Если после минутного кипячения осадок не растворился, через верхнее отверстие холодильника добавляют небольшое количество растворителя и снова доводят смесь до кипения. Операцию повторяют до тех пор, пока вещество полностью не растворится в минимальном количестве растворителя. Если примеси остаются в осадке, нет необходимости добавлять слишком много растворителя. Не надо пытаться растворять механические примеси. Полученный кипящий раствор быстро фильтруют горячим через хорошо нагретую воронку Бюхнера для удаления примесей. После этого горячий прозрачный раствор переливают в стакан и хорошо охлаждают. При быстром охлаждении получают мелкие кристаллы, а при медленном — крупные. Образовавшиеся кристаллы отделяют от маточного раствора фильтрованием под вакуумом, используя колбу Бунзена и воронку Бюхнера, и высушивают до постоянного веса.

Еще одним методом, не рекомендуемым к применению в лаборатории, является перекристаллизация в стакане (рис. 18, *б*). Стоит быть крайне осторожным, контролировать процесс нагрева растворителя и надевать на руки плотные хлопчатобумажные перчатки.

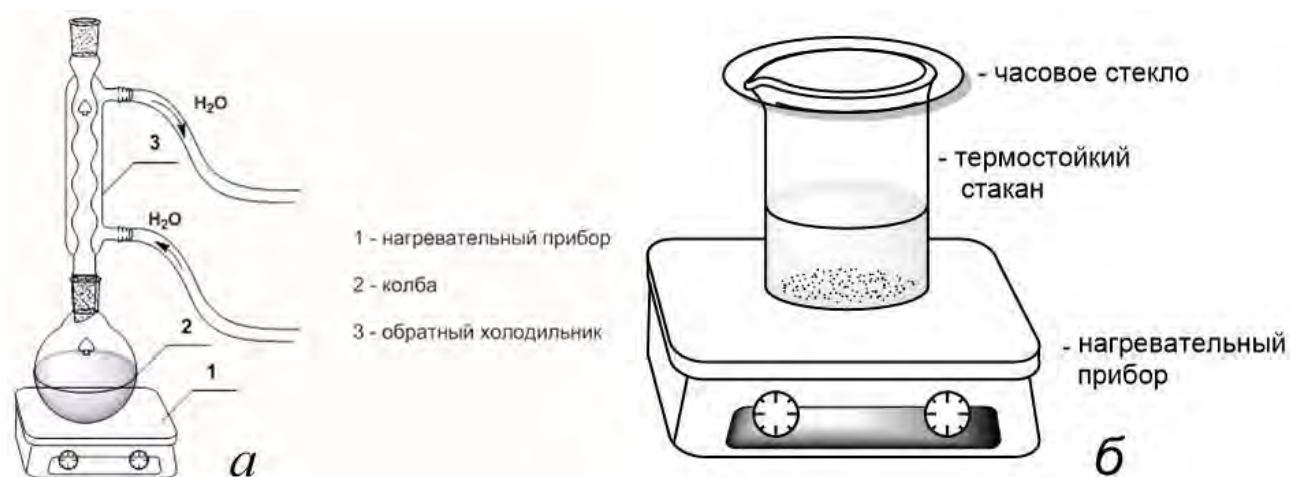


Рисунок 18. Перекристаллизация: *a* – в колбе с обратным холодильником; *б* – в стакане, прикрытым часовым стеклом.

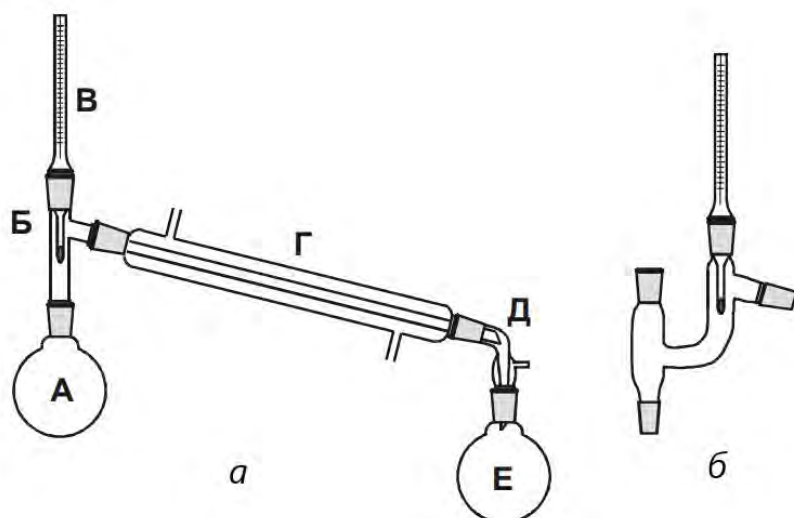


Рисунок 19. *a* – Установка для перегонки при атмосферном давлении: А – круглодонная колба с веществом; Б – насадка Вюрца; В – термометр; Г – прямой холодильник; Д – аллонж; Е – приемник. *б* – Насадка Клайзена с термометром

**Перегонка при атмосферном давлении.** Простая перегонка применяется для жидкостей, кипящих в интервале 40-150°C, так при низких температурах возникают определенные затруднения с обеспечением полноты конденсации паров, а выше 150°C многие соединения заметно разлагаются. Прибор для перегонки под обычным давлением состоит из круглодонной колбы, насадки Вюрца или Клайзена с термометром, прямого холодильника, аллонжа и приемника (рис. 19). В качестве приемника при такой перегонке допускается использование плоскодонных колб. Нагревание осуществляют с помощью нагревательной бани или горелки (для высококипящих соединений). Перед

перегонкой для обеспечения равномерного кипения в жидкость помещают несколько кусочков пористого фарфора. Следует обращать внимание на то, чтобы шарик термометра полностью омывался парами, т. е. находиться несколько ниже отводной трубки насадки. Количество жидкости в перегонной колбе не должно превышать половины общего объема колбы.

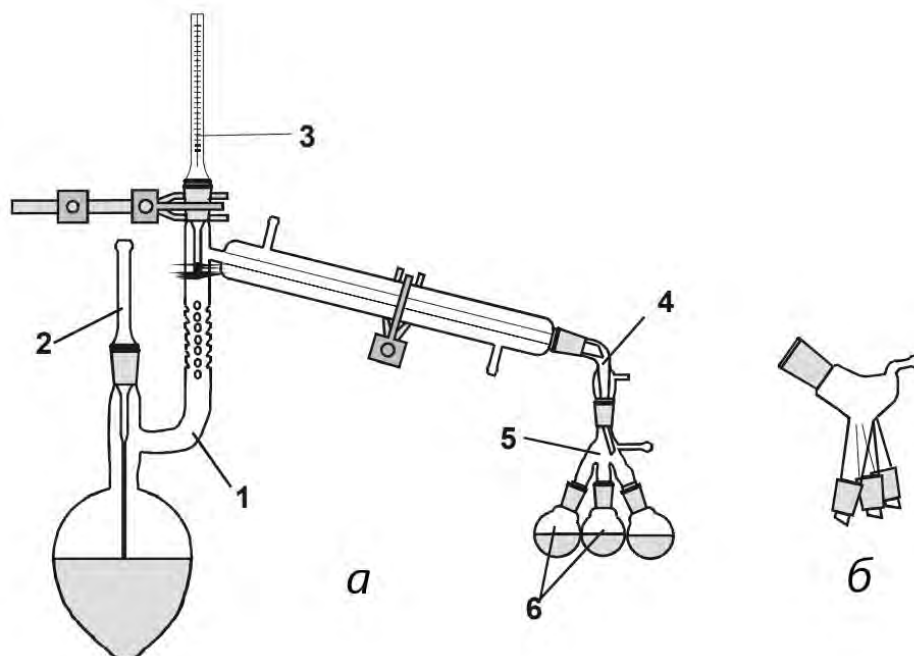


Рисунок 20. *а* - Установка для перегонки под вакуумом: 1 – Колба Клайзена с холодильником; 2 – капилляр; 3 – термометр; 4 – аллонж; 5 – "паук"; 6 – приемные колбы. *б* – Аллонж "паук".

**Перегонка под вакуумом.** При перегонке в вакууме используют аналогичные приборы – только вместо круглодонной колбы с насадкой предпочтительнее использовать колбу Клайзена или Фаворского (рис. 4). Это обусловлено тем, что при нагревании смазка шлифа между колбой и насадкой становится жидкой, течет – через шлифы начинает проникать воздух, и давление в приборе растет (а кипение вещества, соответственно, прекращается). Это является одной из причин удобства использования колб для перегонки, в которых отсутствует шлифованный переход между колбой и холодильником. Прибор для вакуумной перегонки представляет собой колбу Фаворского или Клайзена. В нижний шлиф колбы обычно вставляется капилляр – тонкая стеклянная трубка, с одного конца оттянутая практически до толщины волоса, с другого – имеющая оливку для одевания резинового шланга или кран (капилляр оттягивают на стеклодувной горелке, т.к. обычные лабораторные горелки неэффективны, непосредственно перед перегонкой). Колба для перегонки либо уже имеет холодильник, либо холодильник присоединяют к ней. На выходе холодильника одевается аллонж с изогнутым наконечником и насадка-"паук", обеспечивающая отбор в приемники кипящих при разных температурах фракций

без снятия вакуума. Такая насадка обеспечивает отбор 4 фракций, причем это число можно увеличить, используя вместо одного из приемников такую же насадку. Более простой вариант – использование аллонжа типа "паук", позволяющего собрать 3 фракции (рис. 20).

При вакуумной перегонке категорически запрещается использовать в качестве приемников плоскодонные колбы! Рекомендуемый объем колбы для вакуумной перегонки – вдвое больше объема перегоняемой жидкости

**Перегонка с водяным паром.** Перегонка с водяным паром – один из распространенных методов выделения и очистки органических веществ. Перегонка с паром применяется к веществам, которые практически не смешиваются и не взаимодействуют с водой. Перегонку с паром используют в следующих случаях.

- Для выделения из смесей и очистки веществ, которые кипят при очень высокой температуре или вообще не перегоняются без разложения.
- Для очистки веществ, загрязненных большим количеством смолистых нелетучих примесей.
- Для отделения нелетучих с паром твердых веществ от высококипящих растворителей.
- Для выделения мало растворимых в воде веществ, имеющих при температуре около 100°C заметное давление пара.

Перегонку с водяным паром проводят в приборе, состоящем из парообразователя, перегонной колбы, холодильника и приемника (рис. 21). Парообразователь представляет собой металлический сосуд (его можно заменить обычной круглодонной колбой емкостью 1.5-2 л), имеющий предохранительную и водомерную трубки. Предохранительная трубка доходит почти до дна парообразователя и предохраняет систему от резкого повышения давления, вызванного сильным нагреванием – это повышение компенсируется поднятием воды по предохранительной трубке. Парообразователь соединен с перегонной колбой при помощи резиновой трубки. В качестве перегонной можно применять колбу Вюрца или обычную круглодонную колбу. Трубка, по которой пар вводится в колбу, должна доходить почти до самого дна. Необходимо не допускать переброса перегоняемой жидкости в приемник. Для этого колба должна иметь длинное горло и быть расположена наклонно (рис. 21), чтобы брызги не попадали в пароотводную трубку, соединенную с холодильником. Колбу наполняют жидкостью не более чем на 1/3 ее объема. Между парообразователем и колбой помещают стеклянный тройник. Его боковой отросток снабжен краном или резиновой трубкой с зажимом. Этот тройник выполняет роль водоотделителя (в начале перегонки конденсируется некоторое количество воды, которую необходимо слить). Важно помнить, что

перед прекращением нагревания парообразователя кран или зажим тройника открывают, т.к. в противном случае жидкость из колбы 3 будет переброшена в парообразователь 1.

Перегонку с водяным паром ведут следующим образом: парообразователь заполняют водой приблизительно на 2/3 его объема и нагревают до температуры кипения. Одновременно нагревают перегонную колбу. Тройник открыт. Когда вода в парообразователе закипит, закрывают резиновую трубку и начинают перегонку. Образующиеся пары конденсируются в холодильнике и поступают в приемник в виде эмульсии. Если вещество осаждается в холодильнике в виде кристаллов, то на короткое время выпускают охлаждающую воду, и пары вещества, идущие из колбы, расплавляют кристаллы. При этом нужно следить, чтобы не сконденсировавшийся пар не увлек с собой перегоняемое вещество. Впускание холодной воды в холодильник следует производить с осторожностью. Перегонку ведут до тех пор, пока из холодильника не начнет вытекать чистая вода. После окончания перегонки сначала открывают тройник, а затем гасят горелки или выключают нагревательные приборы. Дистиллят разделяют с помощью делительной воронки, водную фазу при необходимости экстрагируют подходящим растворителем, который затем упаривают.

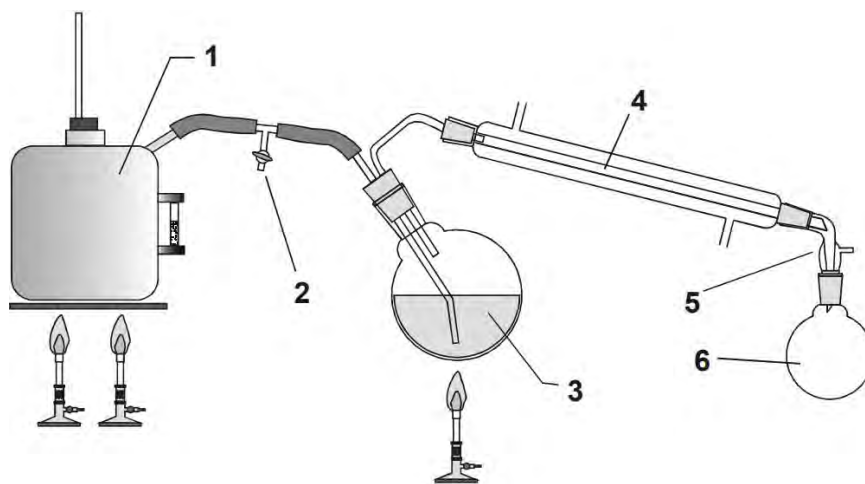


Рисунок 21. Установка для перегонки с паром: 1 - парообразователь, 2 - тройник с краном, 3 - перегонная колба, 4 - холодильник, 5 - аллонж; 6 - приемник.

## IV. Методики синтезов и очистки органических соединений

### 1. Очистка бензойной кислоты.

Работа заключается в очистке бензойной кислоты методом перекристаллизации с горячим фильтрованием.

#### **Реактивы и оборудование:**

Загрязненная углем бензойная кислота - 3 г.

Стаканы: объемом 100-150 мл - 2 шт., объемом 250- 300 мл - 1 шт.

Стеклянная палочка, воронка стеклянная, бумажный фильтр, колба Бунзена и воронка Бюхнера, электроплитка.

#### **Методика работы:**

3 г загрязненной углем бензойной кислоты помещают в стакан емкостью 100 мл, заливают 60 мл воды и нагревают при перемешивании стеклянной палочкой до кипения. Если в растворе остается белый осадок бензойной кислоты, добавляют дополнительно 10-15 мл кипящей воды. Кипящий раствор бензойной кислоты отделяют от нерастворимых примесей методом горячего фильтрования, для чего в стакан емкостью 150-200 мл наливают около 20 мл воды (толщина слоя воды должна быть около 10 мм), закрывают стакан обычной воронкой с фильтром и нагревают на плитке (рис. 22). Когда воронка с фильтром нагреется парами кипящей воды, проводят фильтрование горячего раствора бензойной кислоты. На фильтре остаются не растворимые в воде примеси (уголь). Полученный фильтрат медленно охлаждают. Когда основная масса бензойной кислоты закристаллизуется, стакан с фильтратом охлаждают холодной водой. Полученную бензойную кислоту отфильтровывают на воронке Бюхнера (рис. 23). Сушат на воздухе в течение 1-2 дней и взвешивают для определения выхода. *Ожидаемый выход: 1.7 г.* Температура плавления бензойной кислоты 122°C.

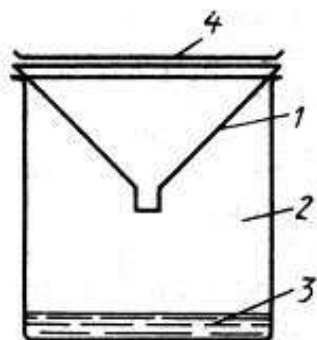


Рисунок 22. Установка для горячего фильтрования: 1 - стеклянная воронка; 2 - стакан; 3 - вода; 4 - бумажный фильтр.

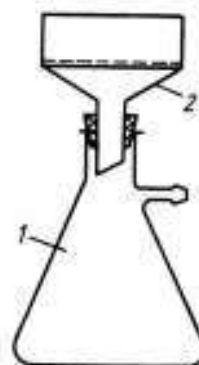


Рисунок 23. Установка для фильтрования: 1-колба Бунзена; 2-воронка Бюхнера.

## 2. Фракционирование скипидара.

Скипидар представляет собой смесь терпеновых углеводородов общей формулы  $C_{10}H_{16}$ . В состав живичного скипидара входят следующие терпены: пинены, карен, камфен, лимонен, мирцен (рис. 24).

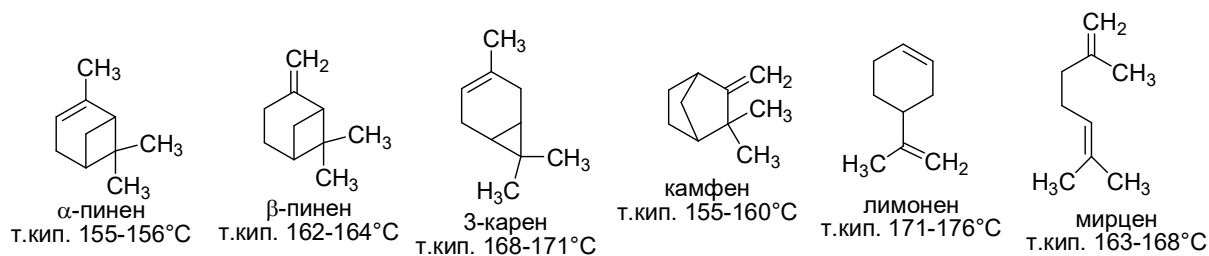


Рисунок 24. Основные компоненты живичного скипидара и их температуры кипения.

В небольшом количестве, в скипидаре содержатся также сесквитерпены и терпеновые спирты. Терпеновые углеводороды и другие компоненты можно выделить из скипидара при его перегонке (фракционирование).

Терпены обладают высокой реакционной способностью, которая обуславливается их химическим строением. Наличие в них двойных связей, трех- и четырехчленных циклов делает их способными вступать во многие реакции присоединения. Наиболее же характерной чертой бициклических терпенов является их склонность к изомеризациям, приводящим иногда к очень глубоким изменениям строения исходного терпена. Эти изомеризационные превращения вызываются действием самых разнообразных агентов, высокой температурой, солнечным светом, кислородом воздуха и часто совершаются с большой легкостью. Скипидар очень легко окисляется кислородом воздуха, особенно на свету. В результате этого превращения он желтеет, осмоляется, становится вязким, повышается его показатель преломления, плотность и температура кипения, уменьшается удельное вращение.

При сравнительно недолгом хранении (8-10 недель) в неплотно закрытых сосудах скипидар приобретает кислую реакцию и сильные окислительные свойства. Такой скипидар выделяет иод из иодистого калия, окисляет закисные соли железа, обесцвечивает раствор индиго и т.д. При длительном соприкосновении с воздухом скипидар "стареет", и из него выпадает осадок. Процесс окисления скипидара представляет собой комплекс различных превращений входящих в него терпеновых углеводородов.

Помимо окисления совершаются и другие побочные реакции. Первоначально образуются гидропероксиды (кислород внедряется в  $\alpha$ -положение по отношению к двойной связи). В основу взглядов на механизм



окисления терпеновых углеводов положены перекисная теория Баха-Энглера и представления о цепном свободнорадикальном характере окислительных процессов. Согласно названной теории, молекулярный кислород первоначально присоединяется по связи углерод-водород с образованием гидроперекиси, содержащей связи типа С-О-О-Н. Образующиеся гидроперекиси терпенов в условиях окисления претерпевают различные превращения. Они подвергаются разложению, взаимодействуют с исходными терпенами и инициируют полимеризацию ненасыщенных соединений. В результате этих превращений, которые часто сопровождаются изомеризацией, образуется сложная смесь спиртов, альдегидов, кетонов, кислот, эфиров, полимеров и других соединений.

На основании изучения продуктов окисления терпеновых углеводов признано, что спирты образуются непосредственно из гидроперекисей, карбонильные соединения могут образовываться также и из спиртов при дальнейшем окислении последних, а кислоты – в результате окисления вторичных продуктов, главным образом, кетонов.

Гидроперекиси терпенов взрываются от нагревания и являются сильными окислителями. Присутствие в скипидаре больших количеств гидроперекисей может вызвать при его перегонке бурный процесс окисления и привести вследствие этого к сильному вскипанию горячей массы скипидара из перегонной колбы. Поэтому скипидар, длительное время находившийся в соприкосновении с воздухом и сильно окислившийся не безопасно подвергать фракционированию без предварительной обработки.

Обычно с целью разрушения перекисей скипидар перегоняют с водяным паром. При этом удается не только разрушить перекисные соединения, но и отделить от терпенов ряд продуктов, образовавшихся в процессе окисления и трудно перегоняющихся с водяным паром. Некоторые кислоты сравнительно летучи, и их перед перегонкой с паром удаляют из скипидара промывкой раствором соды.

### ***Реактивы и оборудование:***

Скипидар - 65 мл.

Водный 10%-ый раствор соды - 30 мл.

Хлористый кальций – 2 г.

Установка для перегонки с паром (рис. 21).

Установка для фракционирования (рис. 19).

Электроплитка.

Термометр.

### **Методика работы:**

В делительной воронке встряхивают 65 мл скипидара с 10 %-ным водным раствором соды. После отстаивания скипидара (верхний слой) его сливают в литровую колбу и проводят перегонку с паром. С помощью стеклянных изогнутых и резиновых трубок (рис. 21) соединяют ее с парообразователем, нисходящим холодильником, приемником и скипидар перегоняют с водяным паром. Перегонку заканчивают, когда соотношение воды и масла в пробе отгона, собираемой периодически в небольшой цилиндр или пробирку, достигнет соотношения 10:1. Дистиллят разделяют с помощью делительной воронки, верхний скипидарный слой сливают в сухую колбу и сушат хлористым кальцием в течение 10-12 часов. Взвешивают колбу со скипидаром и  $\text{CaCl}_2$ , сливают скипидар и взвешивают колбу без скипидара, содержащую  $\text{CaCl}_2$ , и по разности двух весов определяют количество сухого скипидара.

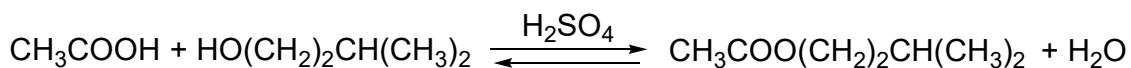
Затем проводят фракционирование сухого скипидара из круглодонной колбы объемом 100 мл (рис. 19). Для равномерного кипения в колбу бросают несколько пористых керамических кусочков – «кипелок». Отдельные фракции собирают в заранее взвешенные колбочки с пробками в интервалах температур указанных в табл. 1.

Перегонку скипидара проводят со скоростью, не превышающей 1-2 капли дистиллята в секунду. Скорость регулируют нагревом. После перегонки взвешивают приемники, определяют весовые количества всех фракций и остатка и вносят эти данные в табл. 1. Весовые данные выражают в % по отношению к первоначально взятой массе скипидара. Для подведения полного материального баланса следует учесть потери скипидара в результате промывания его содовым раствором, перегонки с водяным паром и сушки с  $\text{CaCl}_2$  (1-ая потеря), а также при фракционировании (2-ая потеря). Первая потеря определяется по разности масс скипидара, взятого для работы и высушенного после перегонки с паром. Вторая потеря - по разности между навеской скипидара, взятого для фракционирования и суммой весовых количеств всех фракций и остатка.

Таблица 1. Результаты фракционирования скипидара.

Температура кипения фракции, °С							Остаток	Потери		Всего
Масса	до 154	154-160	160-166	166-170	170-175	175-179		1	2	
Г										
%										

## 2. Изоамиловый эфир уксусной кислоты (уксусноизоамиловый эфир)



### **Реактивы и оборудование:**

Уксусная кислота – 6 мл.  
Изоамиловый спирт – 10 мл.  
Серная кислота (конц.).  
Водный раствор соды.  
Безводный сульфат натрия.  
Колба круглодонная (25 мл).  
Обратный холодильник.  
Ловушка Дина-Старка (рис. 9г).  
Делительная воронка (рис. 8г).  
Колба коническая (25 мл).  
Установка для перегонки при атмосферном давлении (рис. 19).  
Электроплитка.  
Термометр.

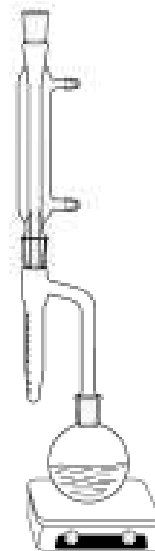
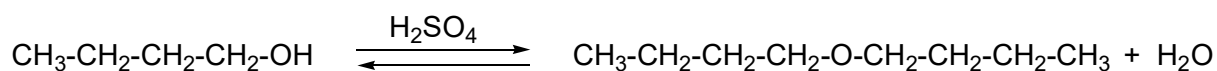


Рисунок 25. Установка для кипячения с ловушкой Дина-Старка и обратным холодильником.

### **Методика работы:**

Собирают установку для получения эфиров, состоящую из колбы, ловушки Дина-Старка для сбора воды и обратного холодильника (рис. 25). В круглодонную колбу помещают смесь уксусной кислоты и изоамилового спирта, прибавляют 2-3 капли концентрированной серной кислоты, тщательно перемешивают. В колбу бросают "кипелку" для равномерного кипения. Смесь кипятят на электроплитке. Примерно через час после закипания реакционной смеси в ловушке собирается вода в количестве, почти равном рассчитанному, что свидетельствует об окончании реакции. Содержимое колбы охлаждают, реакционную массу и конденсат из ловушки сливают в делительную воронку, промывают водой, раствором соды и снова водой. Полученный сложный эфир (верхний слой) отделяют в делительной воронке и сушат сульфатом натрия. Затем продукт перегоняют при атмосферном давлении. Основная масса отгоняется при температуре 138-142°C. *Ожидаемый выход: 6 г.* Температура кипения изоамилового эфира уксусной кислоты 142°C. Подобным образом получают бутиловый эфир уксусной кислоты (уксуснобутиловый эфир) и изобутиловый эфир уксусной кислоты (уксусноизобутиловый эфир).

#### 4. Дибутиловый эфир



##### **Реактивы, оборудование:**

Бутиловый спирт - 18 мл.

Серная кислота (конц.) – 2.5 мл.

2н водный раствор гидроксида натрия.

Безводный сульфат натрия.

Насыщенный водный раствор хлористого кальция.

Круглодонная колба (50 мл).

Обратный холодильник.

Ловушка Дина-Старка (рис. 9г).

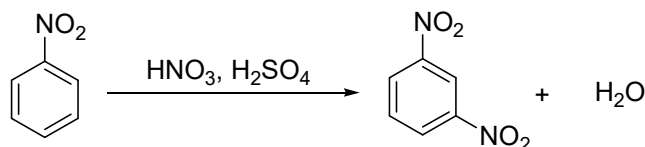
Электроплитка.

Термометр.

##### **Методика работы:**

Собирают установку для получения эфиров, состоящую из колбы, ловушки Дина-Старка для сбора воды и обратного холодильника (рис. 25). Бутиловый спирт (18 мл) и концентрированную серную кислоту (2.5 мл) тщательно перемешивают в круглодонной колбе ёмкостью 50 мл. В колбу бросают несколько «кипелок» и осторожно кипятят смесь. Реакцию заканчивают, когда будет собрано около 70% от вычисленной по уравнению реакции воды. Доводить реакцию до конца не следует, так как по мере накопления эфира повышается температура кипения смеси и усиливаются побочные реакции. Содержимое колбы охлаждают, реакцию массу и конденсат из ловушки сливают в делительную воронку с водой, отделяют нижний водный слой. Оставшийся в делительной воронке верхний слой промывают 2н водным раствором гидроксида натрия до щелочной реакции промывных вод, затем водой, после этого насыщенным раствором хлористого кальция и сушат безводным сернокислым натрием. Перегоняют эфир при атмосферном давлении, собирая фракцию в пределах 140 – 143°C. *Ожидаемый выход: 7 г.* Температура кипения дибутилового эфира 142°C. Диизобутиловый эфир получают таким же способом.

## 5. Мета-динитробензол



### **Реактивы, оборудование:**

Серная кислота (1.82 г/см<sup>3</sup>) – 4 мл.

Азотная кислота (1.36 г/см<sup>3</sup>) – 2.5 мл.

Нитробензол – 0.8 мл.

Пробирка (20 мл).

Стеклянная палочка с расплющенным кончиком.

Стакан (150 мл).

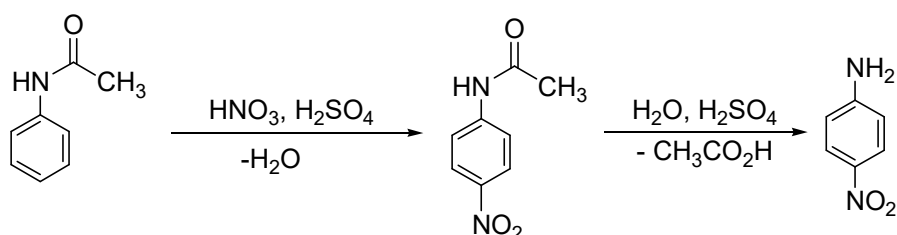
Электроплитка.

Вакуумный мини-фильтр.

### **Методика работы:**

В пробирке готовят нитрующую смесь путем смешения 2.5 мл азотной кислоты и 4 мл серной кислоты, затем добавляют 0.84 мл нитробензола. Помещают пробирку в стакан с кипящей водой и энергично перемешивают содержимое пробирки стеклянной палочкой, расплющенной на конце. Реакцию проводят в течение 20-30 мин. После окончания реакции пробирку слегка охлаждают на воздухе (около 2 мин) и быстро выливают в стакан, содержащий четырёхкратное количество воды по отношению к реакционной смеси (~30 мл). Осадок отфильтровывают на вакуумном мини-фильтре и сушат на фильтре на воздухе. *Ожидаемый выход: 1 г.* Температура плавления мета-динитробензола 89-90°C.

## 6. Пара-нитроанилин



### Реактивы и оборудование:

Ацетанилид – 5 г.

Азотная кислота (1.36 г/см<sup>3</sup>) – 1.2 мл.

Серная кислота (1.82 г/см<sup>3</sup>) – 7 мл.

Серная кислота (25%-ый водный раствор) – 13 мл.

Гидроксид натрия (10 %-ый водный раствор).

Стакан (100 мл).

Круглодонная колба (50 мл).

Обратный холодильник.

Установка для фильтрования (колба Бунзена и воронка Бюхнера, рис. 23).

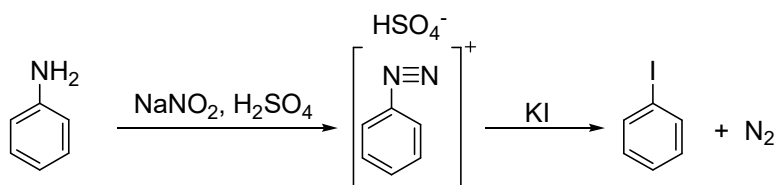
Термометр.

### Методика работы:

**Нитрование.** В стакане, снабженным термометром, растворяют 2.5 г ацетанилида в 5 мл концентрированной серной кислоты при температуре не выше 40°C. Затем содержимое стакана охлаждают в ледяной бане до температуры не выше 5°C, и медленно приливают при постоянном перемешивании смесь 2 мл концентрированной серной и 1.2 мл азотной кислоты, наблюдая за температурой, которая не должна быть выше 15°C. Реакционную смесь выдерживают при этой температуре 45 мин. Затем выливают в 150 мл охлажденной льдом воды. Образовавшийся осадок *пара*-нитроацетанилида отфильтровывают и промывают водой.

**Гидролиз *p*-нитроацетанилида.** Сырой *пара*-нитроацетанилид помещают в колбу с обратным холодильником и кипятят с 13 мл 25 %-ной серной кислоты до полного растворения. Горячий раствор фильтруют и подщелачивают 10%-ным раствором гидроксида натрия до слабо щелочной реакции. Выделившийся в виде твердого желтого вещества *пара*-нитроанилин отфильтровывают, промывают на фильтре холодной водой и сушат на воздухе. *Ожидаемый выход 4 г.* *Пара*-нитроанилин можно перекристаллизовать из воды, температура плавления 147-147.5°C.

## 7. Иодбензол



### **Реактивы и оборудование:**

Анилин – 2.5 г.

Соляная кислота (1.18 г/см<sup>3</sup>) – 6.8 мл.

Нитрит натрия – 2.2 г.

Иодид калия – 5.4 г.

Стакан (100 мл).

Круглодонная колба (100 мл).

Обратный холодильник.

Установка для перегонки с паром (рис. 21).

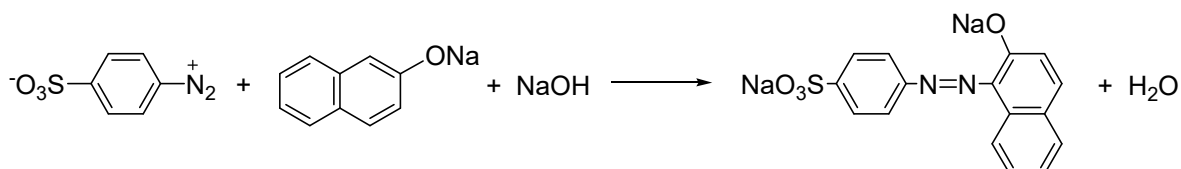
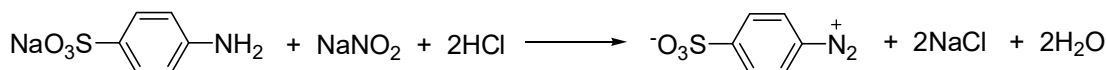
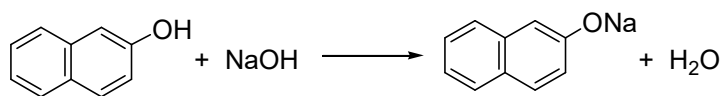
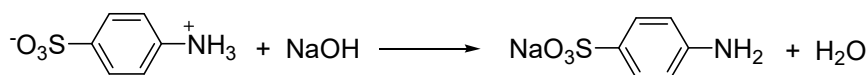
Электроплитка.

Термометр.

### **Методика работы:**

В стакане готовят раствор 6.8 мл соляной кислоты в 6 мл воды, затем прибавляют 2.45 мл свежеперегнанного анилина. Раствор охлаждают в ледяной бане до 1-2°C и постепенно, при перемешивании добавляют раствор 2.2 г нитрита натрия в 5мл воды так, чтобы температура реакционной смеси не поднималась выше 5°C. Окончание реакции проверяют по иодкрахмальной бумажке. Полученный раствор соли фенилдиазония постепенно при перемешивании добавляют в круглодонную колбу к охлажденному в ледяной бане раствору 5.4 г иодида калия в 7 мл воды и смесь оставляют на 1.5 часа при комнатной температуре. Затем к колбе присоединяют воздушный холодильник и нагревают на кипящей водяной бане до прекращения выделения азота. Раствор охлаждают, подщелачивают концентрированным раствором щелочи до сильно щелочной реакции, чтобы связать побочный продукт реакции – фенол. Иодбензол выделяется в виде тяжелого масла на дне колбе, верхний водный слой декантируют, а иодбензол отгоняют с водяным паром. Иодбензол отделяют в делительной воронке, сушат хлористым кальцием и взвешивают. Иодбензол можно перегнать, температура кипения 188°C. *Ожидаемый выход: 5 г.*

## 8. β-Нафтолоранж



### Реактивы и оборудование:

β-Нафтол – 0.73 г.

Сульфаниловая кислота – 1.05 г.

Нитрит натрия – 0.4 г.

Гидроксид натрия (2н водный раствор) – 12.5 мл.

Хлористый натрий (насыщенный водный раствор) – 2.5 мл.

Соляная кислота (2н водные раствор) – 10 мл

Стаканы (100-150 мл) – 4 шт.

Стеклянная палочка для перемешивания.

Электроплитка.

Установка для фильтрования (колба Бунзена и воронка Бюхнера, рис. 23).

### Методика работы:

На рис. 29 представлены стадии выполнения этого синтеза.

В стакане растворяют при нагревании сульфаниловую кислоту в 2.5 мл 2н водного раствора гидроксида натрия (стакан 3 на рис. 26). Раствор охлаждают до комнатной температуры и приливают к нему раствор нитрита натрия в 5 мл воды (стакан 4, действие 1 на рис. 26). Охладив смесь в ледяной бане, постепенно приливают её при помешивании стеклянной палочкой к соляной кислоте, предварительно охлаждённой льдом (стакан 1, действие 2 на рис. 26). Сюда же быстро при помешивании, приливают охлаждённый льдом раствор β-нафтола в 10 мл 2н водного раствора гидроксида натрия (стакан 2, действие 3 на рис. 26). Перемешивание продолжают 30 мин (действие 5 на рис. 26), а затем прибавляют 2.5 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия (действие 4 на рис. 26). Краситель (β-нафтолоранж) выпадает в виде оранжево-жёлтого твердого вещества. Его отфильтровывают, промывают холодной водой и сушат на фильтре на воздухе. *Ожидаемый выход: 1.7 г.*



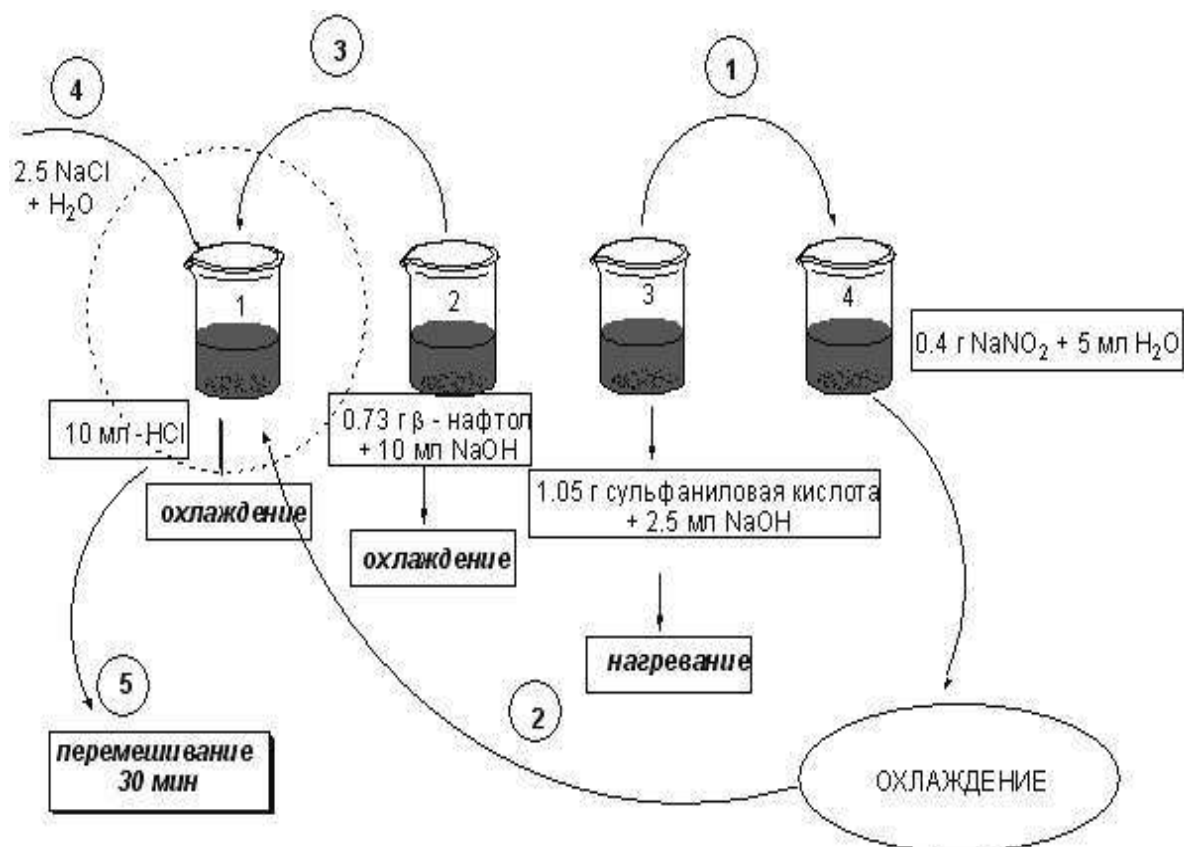
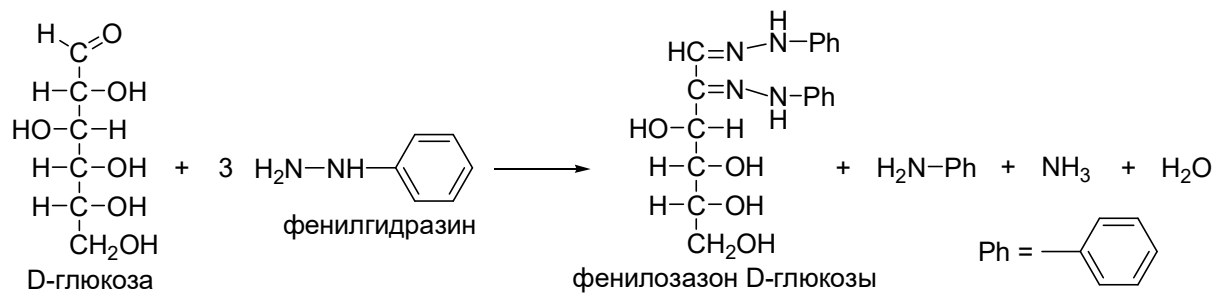


Рисунок 26. Схема последовательности проведения этапов синтеза β-нафтолоранжа.

### 9. Фенилозозон D-глюкозы



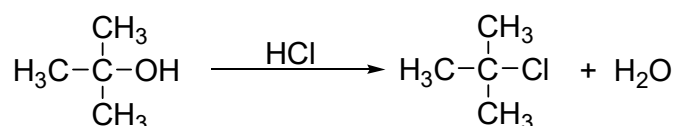
#### Реактивы и оборудование:

- D-глюкоза – 0.4 г.
- Фенилгидразин – 1 мл.
- Уксусная кислота – 1 мл.
- Вода – 4 мл.
- Круглодонная колба (30 мл).
- Обратный холодильник.
- Электроплитка.
- Вакуумный мини-фильтр.

### **Методика работы:**

В круглодонную колбу объемом 30 мл помещают 2 мл воды, 1 мл уксусной кислоты и 1 мл фенолгидразина. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают смесь на водяной бане до полного растворения содержимого колбы. Затем сверху через холодильник приливают раствор 0.4 г D-глюкозы в 2 мл воды. Смесь нагревают на кипящей водяной бане ещё 30 мин. Затем охлаждают и выделившийся твердый фенилазона D-глюкозы отфильтровывают, промывают водой, сушат на фильтре на воздухе. *Ожидаемый выход: 0.5 г.* Температура плавления фенилазона D-глюкозы 205°C.

### **10. Трет.-бутилхлорид (2-метил-2-хлорпропан)**



### **Реактивы и оборудование:**

Трет.-бутиловый спирт – 5 мл.

Соляная кислота (1.18 г/см<sup>3</sup>) – 20 мл.

Водный раствор соды.

Хлористый кальций.

Стакан (100 мл).

Стеклянная палочка.

Делительная воронка (рис. 8г).

Установка для перегонки при атмосферном давлении (рис. 19).

### **Методика работы:**

Смесь 5 мл трет.-бутилового спирта и 20 мл соляной кислоты помещают в стакан объёмом 100 мл и интенсивно перемешивают стеклянной палочкой в течение 30 мин до прекращения экзотермичной реакции и расслоения смеси. Затем реакцию массу переносят в делительную воронку, отделяют нижний водный слой, а верхний слой (продукт реакции – трет.-бутилхлорид) промывают водным раствором соды, водой, сушат хлористым кальцием. Перегоняют трет.-бутилхлорид при атмосферном давлении, собирая фракцию кипящую при 49-52°C. *Ожидаемый выход: 7 г.* Температура кипения трет.-бутилхлорида 51°C.

## V. Оформление отчета по лабораторной работе

Перед началом выполнения лабораторной работы студент должен ознакомиться с формой отчета и правильно его заполнить. Студенты заполняют все необходимые пункты отчета, приводят справочные данные по исходным соединениям, продуктам синтеза и другие сведения. После проверки преподавателем правильности заполнения пунктов 1-6 отчета, собеседованием по проведенным расчетам и методике выполнения работы и подписи преподавателя, студент приступает к выполнению работы.

### *Оформление отчета.*

В пункте 1а) приводятся стехиометрические уравнения реакций, приводящие к получению целевого продукта синтеза, отразив все исходные и образующиеся вещества. Температурные условия, применяемый катализатор и другие сведения приводят, как правило, над стрелкой, связывающей левую и правую часть уравнения реакции.

Выделяющиеся в результате реакции продукты можно приводит под стрелкой со знаком минус (-).

В пункте 1б) приводят уравнения возможных побочных реакций, которые могут протекать в проводимых условиях получения целевого продукта.

В пункте 2 даются соответствующие характеристики приготавливаемого вещества (молекулярная масса, температура кипения, температура плавления, плотность). Эти сведения можно найти в соответствующей справочной литературе.

В пункте 3 приводятся особые свойства исходных и получаемых веществ. Это может быть, например, растворимость в воде, летучесть вещества и др.

В пункте 4 должны быть приведены характеристики всех используемых в данной лабораторной работе веществ. Плотность указывают только для жидких веществ. Заполняя соответствующие графы этого пункта, необходимо учитывать, для какой концентрации вещества приведены соответствующие характеристики.

В пункте 5 приводятся сведения по количественным соотношениям исходных веществ и продуктов реакции, характеризующие проводимый синтез. В графе "Название" приводят формулы всех используемых в работе веществ. Заполнение пункта 5 начинают с заполнения граф, связанных с исходными количественными характеристиками веществ, используемых при выполнении работы. Эти данные приведены в методической части выполняемой работы. Далее, в графе "Количество веществ, взятых для синтеза" заполняют раздел "По руководству", внося для каждого вещества количество веществ в граммах или миллилитрах. Используя показатели плотности, массу веществ в граммах пересчитывают в объемы в миллилитрах. Это важно для жидких веществ.

Заполняя графы «В пересчете на химически чистое вещество», приводят количества вещества в граммах, далее определяют количество молей, взятых для синтеза веществ. Сопоставляя количество молей веществ, взятых по руководству и по стехиометрическому уравнению, определяют, какое из них будет находиться в недостатке. Вещество, содержащееся в недостатке, и будет определять количественный выход целевого соединения. Относительно его количества определяют также избыток других веществ как в граммах так и в процентах.

В пункте 6 приводят расчетные данные, характеризующие теоретический выход веществ по уравнению реакции, а также сведения об ожидаемом практическом выходе приготавливаемого вещества.

В пункте 7 отражают основные этапы выполняемой работы. Приготовление исходной реакционной смеси с указанием какие реагенты используются в данной работе, а также отмечается проведение синтеза, выделение и очистка получаемых продуктов.

В пункте 8 приводят эскизы (рисунки) используемых в работе установок и приборов. Рисунки должны быть нарисованы аккуратно, отражая особенности всех установок.

В пункте 9 дают краткое описание хода синтеза из соответствующей методики.

В пункте 10 и 11 приводят характеристики веществ, полученных в результате выполненной лабораторной работы: агрегатное состояние, цвет, запах, температура плавления или кипения и др.

После приемки преподавателем полученных студентом веществ и занесения соответствующих записей в специальном кафедральном журнале работа считается выполненной и зачтенной, что подтверждается подписью преподавателя в отчете по лабораторной работе.

## ОТЧЕТ №

студент \_\_\_\_\_ институт \_\_\_\_\_ курс \_\_\_\_\_ группа \_\_\_\_\_

по синтезу \_\_\_\_\_

1. Уравнения реакций:

а) главные реакции:

б) побочные реакции:

2. Свойства приготавливаемого вещества по литературным данным:

мол. масса \_\_\_\_\_ г/моль, т.пл. \_\_\_\_\_ °С, т.кип. \_\_\_\_\_ °С,

плотность \_\_\_\_\_ г/мл.

3. Особые свойства получаемого препарата, промежуточных продуктов и исходных веществ:

4. Свойства исходных веществ, применяемых при синтезе:

№	Формула	Мол. масса	Т.пл.	Т.кип.	Плотность	Содержание, %	Примечание

5. Таблица расчета количеств веществ, необходимых для синтеза:

№	Название	Количество веществ, взятых для синтеза				Количество веществ по уравнению		Избыток		Примечание
		По руководству		В пересчете на хим. чистое в-во		г	в молях	г	в %	
		в г	в мл	в г	в молях					

6. Теоретический выход: \_\_\_\_\_ г. Ожидаемый выход (по руководству): \_\_\_\_\_ г.

7. Главные этапы синтеза:

8. Схемы приборов:

9. Разрешение преподавателя на проведение синтеза:

10. Краткое описание хода синтеза:

11. Очистка сырого продукта (кристаллизация, перегонка и др. методы):

12. Выход чистого продукта \_\_\_\_\_ г, \_\_\_\_\_ % от теоретического количества.

Характеристика полученного вещества в) т.пл. \_\_\_\_\_ °С, т. кип. \_\_\_\_\_ °С, агрегатное состояние, цвет, запах и др.

Работа выполнена

Преподаватель:

## Библиографический список

1. Крутов С.М., Пономарев Д.А., Ковалев В.Е., Федорова Э.И. Лабораторный практикум по органической химии: Учебное пособие – СПб: Герда, 2007. – 184 с.
2. Костиков Р.Р., Кузнецов М.А., Новиков М.С., Соколов В.В., Хлебников А.Ф. Практикум по органическому синтезу. – СПб.: ВВМ, 2009. – 515 с.
3. Теренин В.И., Ливанцов М.В., Ливанцова Л.И., Матвеева Е.Д., Ивченко П.В., Нифантьев И.Э. Практикум по органической химии: Учебник для высшей школы. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. – 568 с.
4. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия: Реакции и синтезы в практикуме органической химии и научно-исследовательской лаборатории. – М.: Мир, 1999. – 704 с.
5. Беккер Х., Беккерт Р., Бергер В., Гевальд К., Генц Ф., Глух Р., Дошке Г., Зайлер Э., Майер Р., Мец П., Мюллер К., Пафель Д., Фангхенель Э., Фауст Ю., Фишер М., Хабихер В., Шветлик К., Шмидт Г., Шольберг К., Цеппенфельд Г. Органикум: В 2-х т. – М.: Мир, 2008. – Т.1 – 504 с. – Т.2 – 488 с.

**Рябухин** Дмитрий Сергеевич  
**Ипатова** Елена Владимировна  
**Закусило** Дмитрий Николаевич  
**Васильев** Александр Викторович

## ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

---

# ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Учебное пособие  
для подготовки бакалавров по направлениям  
18.03.01 «Химическая технология»  
18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы  
в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии»  
20.03.02 «Техносферная безопасность»  
35.03.02.03 «Технология лесозаготовительных  
и деревоперерабатывающих производств»  
всех форм обучения

*В авторской редакции с готового оригинал-макета*

---

Подписано в печать с оригинал-макета 05.12.2023  
Формат 60×84/16. Бумага офсетная. Печать трафаретная.  
Усл.-печ.л. 3,0. Тираж 100 экз. Заказ № 120. С. 151.

---

Санкт-Петербургский государственный лесотехнический университет  
Издательско-полиграфический отдел СПбГЛТУ  
194021, Санкт-Петербург, Институтский пер., 3