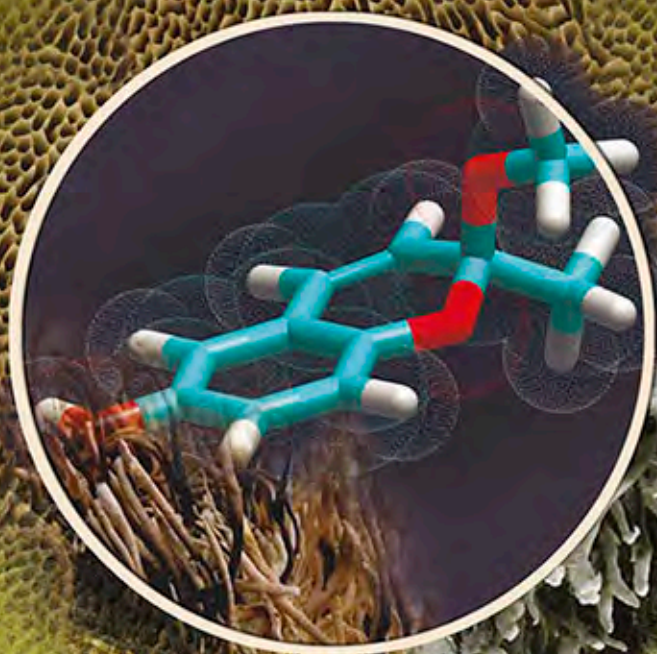


УЧЕБНИК ДЛЯ ВЫСШЕЙ ШКОЛЫ

В. Ф. Травень, А. Е. Щекотихин

ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ



ИЗДАТЕЛЬСТВО

БИНОМ

УЧЕБНИК ДЛЯ ВЫСШЕЙ ШКОЛЫ

В. Ф. Травень, А. Е. Щекотихин

ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Допущено

Учебно-методическим объединением
по классическому образованию в качестве учебного
пособия для студентов высших учебных заведений,
обучающихся по специальности 020201 –
фундаментальная и прикладная химия



Москва

БИНОМ. Лаборатория знаний

УДК 547 (075.8)
ББК 24.2я73
Т65

Серия основана в 2009 г.

Травень В. Ф.

Т65 Практикум по органической химии : учебное пособие / В. Ф. Травень, А. Е. Щекотихин. — М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2014. — 592 с. : ил. — (Учебник для высшей школы).

ISBN 978-5-9963-0359-5

Практикум включает прописи синтезов более 300 органических соединений всех классов веществ. Даны ссылки на литературные источники, из которых заимствована пропись соответствующего органического соединения, а также источники с информацией о других методах его синтеза. Приведены сведения об утилизации растворителей и побочных продуктов. Особый акцент сделан на новейших методиках синтеза органических соединений, в том числе тех, которые разработаны в соответствии с принципами «зеленой» химии.

Данное учебное пособие подготовлено в комплекте с учебником (В. Ф. Травень «Органическая химия», 2-е изд.) и задачным (В. Ф. Травень, А. Ю. Сухоруков, Н. А. Кондратова «Задачи по органической химии») с учетом требований, предъявляемых к содержанию учебных изданий двухуровневой системы высшего образования.

Для студентов, аспирантов и преподавателей химических факультетов университетов и химико-технологических вузов.

УДК 547 (075.8)

ББК 24.2я73

Учебное издание

Серия: «Учебник для высшей школы»

Травень Валерий Федорович
Щекотихин Андрей Егорович

ПРАКТИКУМ
ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Учебное пособие

Ведущий редактор канд. хим. наук *Д. К. Новикова*

Художественное оформление: *И. Е. Марев*. Художественный редактор *Н. А. Новак*

Технический редактор *Е. В. Денюкова*. Корректор *Е. Н. Клитина*

Подписано в печать 22.04.14. Формат 70×100/16.

Усл. печ. л. 48,10. Тираж 500 экз. Заказ

Издательство «БИНОМ. Лаборатория знаний»

125167, Москва, проезд Аэропорта, д. 3

Телефон: (499) 157-5272, e-mail: binom@Lbz.ru, <http://www.Lbz.ru>

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	9
----------------	---

ЧАСТЬ I. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА И МЕТОДЫ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

<i>Раздел 1. БЕЗОПАСНАЯ РАБОТА В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ</i> ..	12
1.1. Общие правила работы в лаборатории	13
1.2. Меры предосторожности при работе с едкими и ядовитыми веществами	14
1.3. Меры предосторожности при работе со стеклом	14
1.4. Меры предосторожности при работе с бромом	16
1.5. Меры предосторожности при работе с натрием	16
1.6. Меры предосторожности при работе со ртутью	17
1.7. Меры предосторожности при работе с легковоспламеняющимися веществами и горючими жидкостями	18
1.8. Тушение местного возгорания	19
1.9. Доврачебная помощь при ожогах	19
<i>Раздел 2. ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА И ПРИБОРЫ</i>	21
2.1. Посуда, наиболее часто применяемая в лаборатории органической химии	21
2.2. Типовые приборы для проведения реакций	24
<i>Раздел 3. ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ. ПРИНЦИПЫ «ЗЕЛЕННОЙ ХИМИИ»</i>	30
3.1. Перемешивание	31
3.2. Нагревание	34
3.3. Охлаждение	37
3.4. Методы сушки веществ	39
3.4.1. Высушивание жидкостей	39
3.4.2. Сушка твердых веществ	42
3.4.3. Получение и осушка газов	43
3.5. Экстракция	46
3.6. Перегонка	48
3.6.1. Перегонка при атмосферном давлении	49
3.6.2. Перегонка с водяным паром	53
3.6.3. Фракционная перегонка	57
3.6.4. Ректификация	59
3.6.5. Перегонка в вакууме	61
3.7. Перекристаллизация	64
3.7.1. Выбор растворителя для перекристаллизации	65
3.7.2. Порядок работы при проведении перекристаллизации	67
3.8. Возгонка	71
3.9. Отгонка растворителей	73

3.9.1. Отгонка диэтилового эфира и других легколетучих растворителей	75
3.9.2. Отгонка растворителей в вакууме	77
3.9.3. Упаривание водных растворов	78
3.10. Хроматография	78
3.10.1. Тонкослойная хроматография	81
3.10.2. Газожидкостная хроматография	89
3.10.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография	94
3.10.4. Препаративная колоночная хроматография	98
3.11. Химические методы разделения смесей веществ и их очистки	106
3.12. Принципы «зеленой химии»	111
<i>Раздел 4. МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И КОНТРОЛЯ ПРОТЕКАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ</i>	<i>114</i>
4.1. Определение температуры плавления	114
4.2. Определение температуры кипения	117
4.3. Определение показателя преломления	118
4.4. Поляриметрия	120
4.5. Идентификация новых органических соединений	123
4.6. Методы контроля протекания органических реакций	123
<i>Раздел 5. ДЛЯ УГЛУБЛЕННОГО ИЗУЧЕНИЯ</i>	<i>125</i>
5.1. Методы проведения реакций в безводной и инертной среде	125
5.1.1. Сушка лабораторной посуды и сборка установки для проведения синтеза	126
5.1.2. Приборы для проведения реакций в инертной атмосфере	127
5.1.3. Методы работы с реагентами, чувствительными к влаге и кислороду воздуха	130
5.2. Техника полумикрометодов органического синтеза	135
ЧАСТЬ II. ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА И КОНТРОЛЬ РАБОТ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ	
<i>Раздел 1. ПРАВИЛА ВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА</i>	<i>142</i>
<i>Раздел 2. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ МЕТОДАМ ВЫДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И ИДЕНТИФИКАЦИИ ВЕЩЕСТВ</i>	<i>149</i>
<i>Раздел 3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ И КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ МЕТОДАМ ВЫДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И ИДЕНТИФИКАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ</i>	<i>153</i>
Работа 1. Качественный анализ смеси веществ методом тонкослойной хроматографии	153
Работа 2. Перегонка и определение температуры кипения неизвестного вещества	155
Работа 3. Перекристаллизация неизвестного вещества	157
ЧАСТЬ III. СИНТЕТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ	
<i>Раздел 1. АЛКАНЫ</i>	<i>160</i>
Работа 4. Пентан	160
<i>Раздел 2. АЛКЕНЫ</i>	<i>164</i>

Работа 5. Циклогексен	164
Работа 6. 1-Гептен	167
Работа 7. Стирол	170
Работа 8. <i>транс</i> -1,2-Дибромциклогексан	173
Работа 9. <i>транс</i> -Циклогексан-1,2-диол	176
<i>Раздел 3. АЛКИНЫ</i>	179
Работа 10. Фенилацетилен	179
Работа 11. 2-Гептанон (реакция Кучерова)	182
<i>Раздел 4. АЛКАДИЕНЫ</i>	185
Работа 12. 2,3-Диметил-1,3-бутадиен и пинаколин	185
Работа 13. Ангидрид <i>цис</i> -бицикло[2.2.2]окт-5-ен-2,3-дикарбоновой кислоты (реакция Дильса–Альдера)	188
<i>Раздел 5. АРЕНЫ И ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ</i> <i>УГЛЕВОДОРОДЫ</i>	190
Работа 14. Этилбензол. Вариант 1 (реакция Фриделя–Крафтса)	190
Работа 15. Бензилхлорид	193
Работа 16. (1-Бромэтил)бензол	197
Работа 17. 1-Бромнафталин	201
Работа 18. 9-Формилантрацен	204
<i>Раздел 6. ГАЛОГЕНАЛКАНЫ</i>	208
Работа 19. <i>n</i> -Бутилбромид	208
Работа 20. Изопропилбромид	210
Работа 21. 2-Метил-2-хлорбутан	212
Работа 22. <i>N</i> -Бензилфталимид	214
<i>Раздел 7. ГАЛОГЕНАРЕНЫ</i>	217
Работа 23. Бромбензол	217
Работа 24. <i>n</i> -Броманилин	221
<i>Раздел 8. СПИРТЫ</i>	226
Работа 25. 2-Метил-2-бутанол	226
Работа 26. Тетрагидро-2-(2-пропинилокси)-2Н-пиран	234
Работа 27. Ацетон	236
<i>Раздел 9. ФЕНОЛЫ</i>	240
Работа 28. Фенол	240
Работа 29. Фенилбензоат (метод Шоттен–Баумана)	245
Работа 30. Ацетилсалициловая кислота. Варианты 1, 2	247
Работа 31. Бензохинон	250
Работа 32. <i>о</i> -Нитрофенол	252
Работа 33. <i>n</i> -Нитрофенол	255
<i>Раздел 10. ЭФИРЫ</i>	259
Работа 34. Ди- <i>n</i> -бутиловый эфир	259
<i>Раздел 11. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	262
Работа 35. Бензальдегид (реакция Соммле)	262
Работа 36. <i>n</i> -Метилацетофенон (реакция Фриделя–Крафтса)	265
Работа 37. <i>n</i> -Метоксиацетофенон (реакция Фриделя–Крафтса)	270
Работа 38. Пинаколин	272

Работа 39. Бензойная кислота и бензиловый спирт (реакция Канницаро)	275
Работа 40. Коричная кислота. Вариант 1 (конденсация Перкина)	278
Работа 41. Бензальацетофенон (конденсация Кляйзена–Шмидта)	282
Работа 42. Дибензальацетон (конденсация Кляйзена–Шмидта)	284
Работа 43. (<i>E</i>)-Бензальдоксим.	287
<i>Раздел 12. КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ</i>	291
Работа 44. Бензойная кислота. Вариант 1	291
Работа 45. <i>n</i> -Ацетамидобензойная кислота	293
Работа 46. <i>n</i> -Толуиловая кислота (реакция Эйхорна)	296
Работа 47. Фенилуксусная кислота	300
Работа 48. <i>n</i> -Бутилацетат. Вариант 1	304
Работа 49. Изопропилацетат	307
Работа 50. Этилбензоат	309
Работа 51. Бензоилхлорид.	313
Работа 52. Бензамид.	316
Работа 53. Фталимид.	319
Работа 54. Антрапиловая кислота (перегруппировка Гофмана)	321
Работа 55. Диэтилацетамидомалонат.	324
<i>Раздел 13. СУЛЬФОКИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ</i>	328
Работа 56. <i>n</i> -Толуолсульфокислота	328
Работа 57. <i>N</i> -(<i>трет</i> -Бутил)метансульфамид.	331
<i>Раздел 14. НИТРОСОЕДИНЕНИЯ</i>	335
Работа 58. Нитробензол.	335
Работа 59. <i>n</i> -Нитроанилин. Варианты 1, 2	337
Работа 60. 5-Нитро-2-хлорбензойная кислота	344
Работа 61. 4-Метил-3-нитроанилин	346
<i>Раздел 15. АМИНЫ</i>	349
Работа 62. Анилин. Варианты 1, 2	349
Работа 63. Ацетанилид. Варианты 1, 2	354
Работа 64. <i>n</i> -Ацетотолуидид.	357
Работа 65. <i>N,N</i> -Диэтиланилин	359
Работа 66. Бензальанилин	361
Работа 67. Бензиламин	363
<i>Раздел 16. ДИАЗОСОЕДИНЕНИЯ</i>	366
Работа 68. Иодбензол.	366
Работа 69. Хлорбензол (реакция Зандмейера)	370
Работа 70. <i>o</i> -Хлорбензойная кислота (реакция Зандмейера)	375
Работа 71. Гелиантин.	377
<i>Раздел 17. ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	381
Работа 72. 3,5-Дикарбоэтокси-2,4-диметилпиррол (реакция Кнорра).	381
Работа 73. 2-Бромтиофен.	385
Работа 74. 1-Метилимидазол	388

Раздел 18. АМИНОКИСЛОТЫ	390
Работа 75. <i>L-N-трет</i> -Бутоксикарбонилфенилаланин	390
Раздел 19. УГЛЕВОДЫ	394
Работа 76. 1,2,3,4,6-Пента-О-ацетил- α - <i>D</i> -глюкопираноза	394
Работа 77. 1,2:5,6-Ди-О-изопропилиден- α - <i>D</i> -глюкофураноза	397

ЧАСТЬ IV. «ЗЕЛЕННЫЕ» СИНТЕЗЫ

Раздел 1. СТЕРЕОИЗОМЕРИЯ	402
Работа 78. <i>L</i> -Фенилаланин и <i>D</i> -фенилаланин	402
Раздел 2. АЛКЕНЫ	407
Работа 79. Адипиновая кислота	407
Раздел 3. СПИРТЫ	411
Работа 80. 4-Метилбензофенон	411
Раздел 4. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ	416
Работа 81. 4'-Метоксibenзальацетофенон (конденсация Кляйзена–Шмидта)	416
Раздел 5. КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ	419
Работа 82. Бензойная кислота. Вариант 2	419
Работа 83. 2-Хлорбензойная кислота и 2-хлорбензиловый спирт (реакция Канниццаро)	422
Работа 84. <i>n</i> -Бутилацетат. Вариант 2	424
Раздел 6. ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ	428
Работа 85. Этиловый эфир 1,2,3,4-тетрагидро-6-метил-2-оксо- 4-фенилпиримидин-5-карбоновой кислоты (реакция Бигинелли)	428
Работа 86. 1-Бутил-4-метилимидазолия тетрафторборат	433
Работа 87. 3,5-Диметил-2,6-дифенил-4-пиперидон (реакция Манниха)	437

ЧАСТЬ V. СИНТЕЗЫ ДЛЯ УГЛУБЛЕННОГО ИЗУЧЕНИЯ

Раздел 1. АЛКАНЫ	442
Работа 88. Декан (реакция Вюрца)	442
Раздел 2. СТЕРЕОИЗОМЕРИЯ	447
Работа 89. (<i>S</i>)-2-(4-Изобутилфенил)пропановая кислота	447
Работа 90. (<i>R</i>)-1-Фенил-3-хлор-1-пропанол (метод Кори–Бакши–Шибата)	451
Работа 91. (<i>R</i>)-Фенилэтан-1,2-диол (метод Шарплесса)	456
Раздел 3. АЛКЕНЫ	464
Работа 92. Коричная кислота. Вариант 2 (реакция Хека)	464
Работа 93. (<i>E</i>)-Стильбен (реакция Хорнера–Уодсворта–Эммонса)	468
Раздел 4. АЛКИНЫ	472
Работа 94. 2-(3-(4-Нитрофенил)проп-2-инилокси)-тетрагидро-2Н-пиран (реакция Соногаширы)	472
Раздел 5. АРЕНЫ И ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ УГЛЕВОДОРОДЫ	477
Работа 95. <i>n</i> -Терфенил (реакция Сузуки)	477

Работа 96. Этилбензол. Вариант 2 (реакция Вюрца–Фиттига)	482
<i>Раздел 6. ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	485
Работа 97. Фенилборная кислота	485
Работа 98. Тиофен-2-карбоновая кислота	491
Работа 99. Этил(трифенилфосфоранилиден)ацетат	495
Работа 100. Диэтилбензилфосфонат (реакция Арбузова)	498
<i>Раздел 7. ПРОСТЫЕ ЭФИРЫ</i>	501
Работа 101. Фенетол (синтез Вильямсона)	501
<i>Раздел 8. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	506
Работа 102. Этиловый эфир коричной кислоты (реакция Виттига)	506
<i>Раздел 9. ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ</i>	509
Работа 103. Ацетоуксусный эфир (конденсация Кляйзена)	509
Работа 104. Бензоилацетон	512
<i>Раздел 10. СУЛЬФОКИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ</i>	516
Работа 105. N-(<i>трет</i> -Бутил)-2-гидрокси-2-фенилэтансульфамид	516
<i>Раздел 11. НИТРОСОЕДИНЕНИЯ</i>	522
Работа 106. 4-Нитрохлорбензол	522
Работа 107. 1-(4-Диметиламинофенил)-2-нитроэтилен (реакция Анри)	524
<i>Раздел 12. ДИАЗОСОЕДИНЕНИЯ</i>	528
Работа 108. Фторбензол (реакция Шимана)	528
Работа 109. Фенилгидразин	533
<i>Раздел 13. ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	538
Работа 110. 1,2,3,4-Тетрагидрокарбазол (реакция Фишера)	538
Работа 111. Изатин (метод Зандмейера)	541
Работа 112. 2,6-Диметил-3,5-диэтоксикарбонил-1,4-дигидропиридин (реакция Ганча)	546
Работа 113. Хинолин (реакция Скраупа)	549
<i>Раздел 14. АМИНОКИСЛОТЫ И ПЕПТИДЫ</i>	553
Работа 114. D,L-N-ацетилфенилаланин	553
Работа 115. Этиловый эфир глицина (гидрохлорид)	556
Работа 116. Этиловый эфир N- <i>трет</i> -бутоксикарбонилфенил- аланилглицина	560
<i>Приложение 1. ФИЗИОЛОГИЧЕСКОЕ ДЕЙСТВИЕ НЕКОТОРЫХ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ</i>	567
<i>Приложение 2. ХАРАКТЕРИСТИКИ РАСТВОРОВ НЕОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И ОСНОВАНИЙ</i>	570
<i>Приложение 3. КРАТКИЙ СПРАВОЧНИК ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ОРГАНИЧЕСКИХ И НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРАКТИКУМЕ</i>	574
<i>Приложение 4. СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ ДЛЯ ОБОЗНАЧЕНИЯ ЯМР-СИГНАЛОВ</i>	586
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	587
УКАЗАТЕЛЬ ПРОДУКТОВ	589

*Чтобы совершить великий поход,
надо сделать первый шаг.*
Конфуций

ВВЕДЕНИЕ

Несмотря на несомненные успехи химиков-органиков в объяснении (а иногда и предсказании) результатов органических реакций, органический синтез по-прежнему в значительной мере остается искусством. Поэтому авторы настоящего пособия не могут обещать начинающему химику того, что старательное и аккуратное выполнение всех заданий настоящего практикума гарантирует ему приобретение способности всегда успешно проводить сложные многостадийные синтезы целевых органических соединений. Тем не менее, изучая и выполняя задания практикума, студент приобретет уверенность в своих силах и получит знания для решения наиболее типичных задач органического синтеза.

Первое и безусловное требование, предъявляемое химику, начинающему экспериментальную работу в лаборатории органической химии, заключается в изучении правил техники безопасности. Именно эти правила вынесены авторами в первый раздел первой части настоящего учебного пособия. При этом важно иметь в виду, что залогом успеха работы в лаборатории является не только и не столько *изучение*, сколько *соблюдение* всех правил безопасной работы, поддержание чистоты и порядка на рабочем месте. Последнему условию классические немецкие лабораторные пособия уделяли особое внимание: нечаянно попавший на стол продукт реакции или ценное исходное вещество не окажутся потерянными, если химик содержит в чистоте свое рабочее место.

Особенностью настоящего практикума по сравнению с ранее опубликованными аналогичными пособиями является двухуровневое изложение учебного материала. Например, в первой части пособия, посвященной правилам и методам экспериментальной работы в лаборатории органической химии, в качестве сведений, безусловно необходимых каждому начинающему химику, приводятся основные правила техники безопасности, методы подготовки, проведения и контроля хода органического синтеза, идентификации образующихся продуктов, пра-

вила оформления записей в лабораторном журнале. В разделе 5 «Для углубленного изучения» первой части пособия студенту, желающему углубить свои знания в области органической химии, предоставляется возможность познакомиться с полумикрометодами органического синтеза, со спецификой работы с элементо- и металлоорганическими соединениями, чувствительными к кислороду и влаге воздуха, с перегонкой в вакууме и фракционной перегонкой.

Настоящее пособие издается в комплекте с учебником «Органическая химия». Поэтому в его второй части в соответствии с главами учебника даны методики синтезов, иллюстрирующих методы получения и реакции основных классов органических веществ. Принятое изложение даст возможность студенту убедиться в том, что теоретические сведения об органических реакциях и их механизмах не только логичны и убедительны на бумаге, но и составляют основу препаративных прописей синтеза, позволяющих получать органические вещества с высокими выходами. Методики синтезов, рекомендуемых студентам для углубленного изучения, содержатся в заключительной части пособия. Ряд методик этой части иллюстрируют современные методы органического синтеза, основанные на реакциях элементо- и металлоорганических соединений.

Авторы обращают особое внимание читателя на то, что отдельной частью практикума являются синтезы «зеленой химии». Идеи, сформулированные защитниками окружающей среды около 15 лет тому назад, оказывают все возрастающее влияние на мировоззрение современных химиков-органиков. В основе этого мировоззрения лежит стремление искать такие синтетические решения, которые сводят к минимуму ущерб окружающей среде со стороны химических производств, а в идеале и вовсе исключают какие-либо его отходы и побочные продукты.

Еще одной особенностью настоящего практикума является то, что приводимые в нем прописи синтезов дополнены информацией о механизмах соответствующих превращений органических веществ, практическими комментариями и советами, сведениями об утилизации отходов проведенных реакций.

Методики синтезов, приводимые в пособии, снабжены ссылками на литературные источники. Подавляющая часть этих методик проведена в лабораторных практикумах по органической химии, проводимых в МГУ им. М. В. Ломоносова и РХТУ им. Д. И. Менделеева.

Часть I

**ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА
И МЕТОДЫ РАБОТЫ
В ЛАБОРАТОРИИ
ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

БЕЗОПАСНАЯ РАБОТА В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Перед началом работ в лаборатории органической химии каждый студент обязан ознакомиться с инструкцией по технике безопасности и пройти у преподавателя контрольный тест. Значительная часть работ в органической лаборатории связана с применением токсичных и горючих веществ, поэтому во избежание несчастных случаев необходимо выполнять правила работы и соблюдать необходимые меры предосторожности.

Работающему в химической лаборатории всегда следует придерживаться основных правил:

- а) при работе с любыми химическими соединениями следует максимально ограничить непосредственный контакт с ними, держать реактивы подальше от глаз, рта, кожи и одежды, избегать вдыхания паров или пыли;
- б) не направлять горло колбы или склянки с реактивами на себя, не смешивать, не нагревать и не взбалтывать реактивы вблизи от лица;
- в) не засасывать жидкие реактивы в пипетку ртом — для этих целей служат специальные груши или приспособления;
- г) все работы с вредными веществами проводить только в вытяжном шкафу с использованием защитных перчаток;
- д) работать в халате и с применением защитных очков.

В лаборатории категорически запрещается:

- а) работать без халата (или в расстегнутом халате) и без защитных очков;
- б) работать в одиночку или в отсутствие преподавателей и сотрудников лаборатории;
- в) оставлять без присмотра действующие приборы и зажженные горелки;
- г) пробовать химические вещества на вкус;

- д) оставлять открытыми вредные химические вещества и хранить в столе вещества без соответствующей надписи;
- е) выливать или высыпать любые химические вещества в раковины или мусорные баки — все реактивы или растворители следует сливать в сборники согласно инструкции по утилизации, приведенной в соответствующей методике.
- ж) принимать пищу, курить и пить воду из химической посуды.

1.1. ОБЩИЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

1. Во время работы следует соблюдать чистоту, тишину, порядок и правила техники безопасности. Беспорядочность, поспешность или неряшливость часто являются причиной необходимости повторного выполнения работы и даже приводят к несчастным случаям с тяжелыми последствиями.
2. Перед началом работы студент обязан сдать вступительный коллоквиум по правилам работы и технике безопасности и расписаться в журнале инструктажа.
3. Студент может приступать к выполнению работы только после того, как:
 - а) хорошо изучит методику синтеза и четко уяснит, для чего проводится каждая операция;
 - б) правильно оформит лабораторный журнал (с. 144);
 - в) обсудит с преподавателем теоретические основы синтеза и методику его проведения (план коллоквиума перед синтезом приведен на с. 152);
 - г) соберет прибор и покажет его преподавателю;
 - д) выпишет реактивы на требовании, подписанном преподавателем.
4. Полученный продукт должен быть очищен перегонкой, перекристаллизацией или возгонкой и охарактеризован (т. кип. или т. пл., n_D и т. п.).
5. Синтезированное и очищенное вещество сдается преподавателю и регистрируется в журнале преподавателя и лабораторном журнале студента. Продукт должен иметь этикетку с указанием его названия, структуры и характеристик, даты получения, а также фамилии того, кто его синтезировал.
6. После выполнения программы лабораторного практикума студент сдает зачет по проделанным работам.

1.2. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ЕДКИМИ И ЯДОВИТЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

1. Все работы с ядовитыми, слезоточивыми или раздражающими веществами (хлор, бром, хлорид алюминия, оксиды азота, диметилсульфат и пр.) необходимо проводить под тягой, применяя соответствующие поглотители для выделяющихся газов. Во время работы створки вытяжных шкафов следует держать опущенными, оставляя зазор для притока воздуха.
2. Перед разборкой прибора, в котором содержался ядовитый газ, последний необходимо вытеснить из прибора водой или воздухом.
3. Мытье посуды из-под ядовитых, слезоточивых или раздражающих веществ необходимо производить под тягой.
4. Отработанные едкие жидкости (кислоты, щелочи, смолы) следует сливать в специальные сборники с соответствующей надписью, стоящие под тягой.
5. Вещества, дающие едкую или ядовитую пыль (например, гидроксиды щелочных металлов), измельчают в вытяжном шкафу в защитных очках и резиновых перчатках.
6. Растворение едких щелочей производят в фарфоровых стаканах.
7. Разбавление концентрированной серной кислоты, приготовление нитрующей смеси можно проводить только в тонкостенной или фарфоровой посуде.
8. При разбавлении концентрированной серной кислоты **следует приливать** небольшими порциями **кислоту в воду, а не наоборот**.
9. Для приготовления нитрующей смеси к азотной кислоте медленно при охлаждении ледяной водой и перемешивании приливают серную кислоту.

1.3. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ СО СТЕКЛОМ

1. Большинство работ в лаборатории органической химии проводится в стеклянных приборах. Следует помнить, что неправильная или неосторожная работа со стеклом (сборка и разборка приборов, разрезание стеклянных трубок и пр.) приводит к несчастным случаям. Наиболее опасны порезы стеклом, загрязненным химическими веществами.
2. При стеклодувных работах (вытягивание капилляров и пр.) необходимо беречь глаза от мелких осколков, стеклянных нитей и пленок, получающихся при раздувании и растягивании стекла.

3. При разрезании стеклянной палочки или трубки делают надрез напильником или специальным ножом. Затем, закрыв место надреза полотенцем, переламывают трубку, слегка растягивая ее концы, держа руки как можно ближе к месту перелома.
4. Для соединения трубки с пробкой или со шлангом концы трубки оплавливают на горелке и после остывания смазывают глицерином или смачивают водой. Вставляя в пробку или в шланг, трубку держат как можно ближе к месту соединения, в противном случае легко сломать ее и порезать руки.
5. При присоединении перегонной колбы или дефлегматора к холодильнику и при сборке других приборов необходимо держать руки как можно ближе к месту соединения.
6. Во избежание травмы при возможной поломке прибора во время работы, или выбросе из него продукта, или взрыве либо загорании вещества необходимо:
 - а) перед сборкой прибора убедиться в целостности и неповрежденности (нет трещин и других дефектов) его деталей;
 - б) **проверить, имеет ли собранный прибор сообщение с атмосферой**, в противном случае прибор может взорваться;
 - в) перед началом нагревания бросить в реакционную массу «кипятильники» (кусочки пористой керамики, или длинные капилляры, запаянные с конца, который будет находиться над жидкостью, или активированный уголь) для равномерного кипения. **В горячую жидкость «кипятильники» опускать нельзя во избежание выброса реакционной массы;**
 - г) нагревать реакционную смесь или растворы на плитках, асбестовых сетках или банях только в круглодонных колбах.
7. При нагревании легколетучих, горючих или вредных веществ необходимо всегда применять обратный холодильник.
8. Нельзя нагревать на сетке толстостенные стаканы, колбы Бунзена, фарфоровые ступки.
9. Все работы с приборами, работающими в вакууме или при избыточном давлении, лучше проводить за защитным экраном. При вакуумировании вакуумного эксикатора необходимо использовать специальную защитную оплетку или обернуть его полотенцем. Не подключать к вакуумному насосу колбы с нагретыми веществами. При работе в вакууме следует применять только круглодонные колбы, колбы Кляйзена или Вюрца. Нельзя работать в вакууме с плоскодонными колбами, а также с колбами, имеющими трещины или сильные царапины.

1.4. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С БРОМОМ

1. Работу с бромом можно производить только в вытяжном шкафу, рядом с чашкой, наполненной аммиаком. Дверцы шкафа необходимо опустить, оставив отверстие для рук. На руки необходимо надеть резиновые перчатки.
2. Наливать бром следует с большой осторожностью, заранее наклеив на мерный цилиндр бумажную отметку с нужным объемом реагента. Слянку с бромом необходимо держать так, чтобы горлышко было направлено от себя. Чтобы стекающие капли брома не попадали на руки, слянку следует брать за верхнюю часть и ни в коем случае не поддерживать снизу.
3. Капельная воронка для брома предварительно проверяется на герметичность. Для этого кран воронки смазывается силиконовой или вазелиновой смазкой и закрывается. При закрытом кране наливают в воронку немного (1–2 мл) хлороформа или эфира и проверяют, нет ли течи растворителя через шлиф крана. Для работы с бромом можно использовать только воронку, в которой кран не протекает.
4. При попадании брома на кожу следует немедленно обмыть пораженное место большим количеством воды из-под крана или раствором сульфита натрия.
5. При попадании паров брома в дыхательные пути рекомендуется понюхать аммиак, спирт, немедленно выйти на улицу дышать свежим воздухом. При необходимости следует обратиться к врачу.

1.5. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С НАТРИЕМ

1. Металлический натрий необходимо хранить под слоем керосина или ксилола в толстостенной банке, закрытой корковой пробкой (ни в коем случае нельзя использовать банки с притертой стеклянной пробкой).
2. Соприкосновение натрия как с водой, так и водяным паром или льдом может привести к взрыву и вызвать пожар.
3. Нельзя допускать соприкосновения металлического натрия с органическими галогенопроизводными, так как может произойти взрыв.
4. При работе с натрием следует надевать защитные очки.
5. Нельзя брать натрий руками — только пинцетом или щипцами.

6. Разрезать натрий следует только на сухой фильтровальной бумаге ножом, смоченным керосином.
7. Взвешивать натрий надо в сухом керосине или ксилоле в фарфоровой чашке.
8. Во избежание попадания воды, очистку металла от корки и разрезание на кусочки следует производить вдали от других людей, работающих в лаборатории, и вдали от приборов с действующими холодильниками или водоструйными насосами.
9. Нельзя оставлять обрезки натрия на столе открытыми или бросать их в раковины или мусорные ящики.
10. Обрезки или негодные кусочки натрия должны храниться под слоем керосина или ксилола в банках, закрытых корковыми пробками.
11. Незначительные количества натрия, оставшиеся после реакции или приставшие ко дну колбы, следует уничтожить растворением в большом количестве спирта, приливая его сразу столько, чтобы остатки металла были полностью покрыты. При утилизации остатков натрия их следует небольшими порциями вносить в избыток этанола.
12. Реакцию с металлическим натрием следует проводить только с применением колбонагревателя или на воздушной, песчаной или масляной бане.

1.6. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ СО РТУТЬЮ

Неосторожное обращение с ртутными термометрами и вакуумметрами может привести к их поломке и загрязнению атмосферы лаборатории парами ртути.

Ртуть и ее соли чрезвычайно ядовиты. Несмотря на малую летучесть ртути, отравление происходит почти исключительно вследствие вдыхания ее паров. При ртутных отравлениях поражаются органы пищеварения, почки, центральная нервная система, сердце. Типичные признаки отравления: сильное слюноотделение, опухоли десен, падение способности к умственному сосредоточению. Ртуть обладает кумулятивным свойством и, накапливаясь в организме, вызывает тяжелое хроническое отравление. Вследствие этого со ртутью надо работать очень осторожно, выполняя следующие меры предосторожности.

1. Не выбрасывать в раковину или мусорное ведро ртуть, а также части прибора, ее содержащие.

2. Если разбит термометр, но цел ртутный шарик, его необходимо сдать лаборанту.
3. При попадании ртути на стол или пол ее необходимо собрать медной амальгамированной пластинкой (взять у лаборанта), стряхивая в стакан.
4. Щели между керамической плиткой засыпать серой и оставить на сутки.
5. При попадании ртути в реакционную смесь последнюю следует осторожно слить, а ртуть растворить в азотной кислоте и сдать раствор лаборанту.

1.7. МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ ПРИ РАБОТЕ С ЛЕГКОВОСПЛАМЕНЯЮЩИМИСЯ ВЕЩЕСТВАМИ И ГОРЮЧИМИ ЖИДКОСТЯМИ

Необходимо помнить, что легковоспламеняющиеся жидкости (диэтиловый эфир, петролейный эфир, бензол, спирты, сероуглерод) опасны не только из-за легкой воспламеняемости, но и тем, что определенные концентрации паров этих веществ в воздухе взрывоопасны.

При работе с легковоспламеняющимися веществами необходимо соблюдать следующие меры предосторожности.

1. Нельзя хранить в столе колбы с эфиром, бензолом, сероуглеродом и другими горючими веществами.
2. Нагревание любых органических веществ, и особенно легковоспламеняющихся, следует проводить в круглодонной колбе с обратным холодильником.
3. Перегонку легковоспламеняющихся веществ нельзя осуществлять на открытом огне, следует использовать водяную, масляную или песчаную бани.
4. Следует следить за тем, чтобы все шлифовые соединения прибора были плотно соединены и хорошо подогнаны.

Во избежание испарения летучей жидкости из дистиллята можно использовать аллонж с отводом или же колбу Вюрца в качестве приемника. На отводной трубке должен быть надет каучуковый шланг, конец которого опущен в канализационный отвод.

Пары эфира и сероуглерода стелются по поверхности стола и могут воспламеняться на значительном расстоянии от места их образования.

[. . .]

Практикум включает прописи синтезов более 300 органических соединений и содержит как традиционные методики, так и новейшие приемы, в том числе разработанные в соответствии с требованиями «зеленой» химии.

Практикум по органической химии подготовлен в комплекте с учебником (Органическая химия: 2-е издание, в 3-х томах / В. Ф. Травень) и задачником (Задачи по органической химии / В. Ф. Травень, А. Ю. Сухоруков, Н. А. Кондратова). Данный набор учебных изданий в настоящее время не имеет аналогов.

Для студентов, аспирантов и преподавателей химических факультетов университетов и химико-технологических вузов.