

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 14.09.2022 16:36:53

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb13a5d426d59e5f1271eab0173e745df4a4851fda56d089

# **ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ**

**Государственное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Курский государственный технический университет»**

**Кафедра органической и аналитической химии**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Первый проректор –**

**Проректор по учебной работе**

**Е.А. Кудряшов**

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2010 г.

## **ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ТЕХНОЛОГИИ ПРОМЫШЛЕННОГО ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА**

**Методические указания к лабораторным работам по дисциплине  
«Основы технологии промышленного органического синтеза» для  
студентов специальности (направления) «Химия»**

**Курск 2010**

УДК 661.7 (075.8)

Составители: Е.Н. Розанова, Т.Н. Кудрявцева, Ю.Д.Маркович

Рецензент

Кандидат химических наук,  
доцент кафедры органической и аналитической химии  
Курского государственного технического университета  
*Е.В. Грехнева*

**Лабораторный практикум по технологии промышленного органического синтеза [Текст]** : методические указания к лабораторным работам по дисциплине «Основы технологии промышленного органического синтеза»/ Курск. гос. техн. ун-т; сост.: Е.Н. Розанова, Т.Н. Кудрявцева, Ю.Д. Маркович. Курск, 2010. 43 с: табл. 2 . Библиогр.: с.42.

Содержат требования техники безопасной работы в химических лабораториях, описание лабораторных работ по технологии основного органического синтеза, представленных работами по синтезу, по методам анализа органических соединений, методам выделения и очистки.

Предназначены для студентов специальности (направления) «Химия»

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 03.02.10. Формат 60x84 1/16.  
Усл.печ.л. 2,5. Уч.-изд. л. 2,3. Тираж 30 экз. Заказ 354. Бесплатно.  
Курский государственный технический университет.  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## Содержание

1 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ.....	4
1.1 Общие положения безопасной работы в химических лабораториях.....	4
1.2 Источники опасности и меры предосторожности при выполнении работ.....	5
2 ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ ПО ХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА.....	15
Лабораторная работа № 1. Этерификация уксусной кислоты.....	16
Лабораторная работа № 2. Синтез кислотных азокрасителей.....	17
Лабораторная работа №3. Получение тиазиновых основных красителей.....	20
Лабораторная работа № 4. Определение альдегидов солями гидроксиламина.....	22
Лабораторная работа № 5. Определение этилового спирта методом отгонки с предварительным удалением примесей.....	24
Лабораторная работа № 6. Определение эфира в спиртоводных смесях.....	27
Лабораторная работа № 7. Определение непредельных соединений в жидких продуктах бромид-броматным методом.....	28
Лабораторная работа № 8. Фотоколориметрический метод анализа растворов, содержащих один или смесь двух красителей.....	30
Лабораторная работа №9. Определение типа ПАВ. Определение концентрации ПАВ рефрактометрическим способом.....	33
Лабораторная работа №10. Перегонка смеси этилового спирта с водой с добавлением разделяющего агента.....	36
Контрольные вопросы к лабораторным работам.....	39
Список рекомендованной литературы.....	42

# **1 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОЙ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ**

Основой для нормальной работы в химической лаборатории может служить лишь сознательное соблюдение каждым сотрудником правил техники безопасности. Никакое отступление от требований безопасности не может быть оправдано ни особыми обстоятельствами, ни «разумными доводами». Недопустимо нарушать эти требования даже при полной уверенности, что в данном случае нарушение не приведет к аварии: если неправильный навык закрепиться, в дальнейшем он может быть автоматически применен в других, более опасных условиях.

Умение работать без травм и аварий - один из основных критериев при определении профессиональной квалификации любого специалиста.

## **1.1 Общие положения безопасной работы в химических лабораториях**

При работе в химической лаборатории необходимо выполнять следующие правила:

1. Приступая к работе, студенты должны ознакомиться с местонахождением средств пожаротушения и уметь пользоваться ими.
2. Получив задание от преподавателя внимательно изучить его, обращая особое внимание на правила, обеспечивающие безопасное выполнение работы.
3. Собранный прибор или установку студент должен показать преподавателю и лишь после получения от него разрешения приступить к выполнению работы.
4. При отклонении хода опыта от описанного в литературе немедленно обратиться к преподавателю.
5. Не оставлять без надзора работающую установку.
6. Содержать свое рабочее место в порядке и не иметь на столе лишних предметов, не относящиеся к опыту.
7. По окончании работы надо выключить на своем рабочем месте электроприборы, водопроводные краны и навести порядок.

Все необходимое для дальнейшей работы, за исключением предметов общего пользования (штативы, огнестойкие подставки и т.д.), нужно убрать в лабораторный стол.

При этом все склянки с веществами должны иметь этикетки с четкими надписями, на которых указывается, что находится в сосуде и фамилия студента.

Сосуды с горючими жидкостями в количестве больше 100 мл или растворителями над металлическим натрием нельзя хранить в лабораторном столе. Их следует ставить в специально отведенные для этой цели металлический ящик или сдавать на хранение инженеру или старшему лаборанту. Хранение легко воспламеняющихся жидкостей в тонкостенных колбах недопустимо.

8. Перед уходом студент обязан сдать свое рабочее место дежурному по лаборатории.

В лаборатории студентам запрещается:

1. Самостоятельно делать какие-либо переключения проводов на силовых электрощитах.
2. Выливать в раковины остатки кислот и органических жидкостей, хромовую смесь после мытья посуды и остатки охлаждающей смеси.
3. Допускать во время работы посторонних лиц.
4. Пить воду из лабораторной посуды и принимать пищу в помещении лаборатории.

## **1.2 Источники опасности и меры предосторожности при выполнении работ**

### ***1.2.1 Взрывоопасные газовые смеси***

Большинство органических веществ в паро- или газообразном состоянии в смеси с воздухом в известных пределах концентраций способно взрывать от действия внешнего возбудителя – пламени, искры, раскаленного тела, а также при нагреве до 400 – 500 °С. В наиболее широких пределах взрывают в смеси с воздухом ацетилен, водород, оксид углерода, оксид этилена.

Меры предосторожности от таких взрывов:

- 1) Предупреждение образования взрывоопасных смесей в тех случаях, когда наличие таких смесей в приборе недопустимо (воздух из прибора вытесняют рабочим или инертным газом);

2) Устранение возможности воспламенения взрывоопасных смесей в тех случаях, когда наличие их в приборе допустимо.

Опасность в отношении взрыва представляют порожние склянки, из которых недавно вылита горючая жидкость с высокой упругостью пара. Для вытеснения из таких склянок взрывоопасной газовой смеси их сразу же после освобождения от огнеопасной жидкости необходимо заполнять до самого верха водой.

Особое внимание следует уделять предотвращению образования взрывоопасных смесей в приборах, имеющих нагретые до высокой температуры поверхности. Включать электрообогрев в таких приборах можно лишь после полного вытеснения воздуха инертным газом или парами.

### ***1.2.2 Пероксидные соединения***

Пероксидные соединения (пероксид бензоила, гидропероксид изопропилбензола, персульфат калия и др.) являются неустойчивыми веществами и многие из них способны разлагаться со взрывом. Взрыв может быть вызван самыми незначительными причинами: сотрясением, легким трением, небольшим нагревом.

При работе с пероксидами нельзя допускать трения (поэтому нельзя хранить пероксиды в склянках с притертыми пробками), ударов, перегрева; нужно обязательно пользоваться средствами защиты: щиток на лицо, толстые резиновые перчатки, защитный экран из органического стекла.

Наибольшую опасность представляют собой самопроизвольно образующиеся пероксиды, т.к. их присутствие может оказаться неожиданным. Возможность образования пероксидных соединений необходимо учитывать также при работе с пипериленом, дипропенилом, простыми эфирами и тетрагидрофураном.

Во избежание взрыва перегонку жидкостей, в которых могут оказаться пероксиды, до конца доводить нельзя. В перегонной колбе следует оставлять около  $\frac{1}{4}$  -  $\frac{1}{5}$  взятого для разгонки объема жидкости. Перегонную установку надо собирать в таком месте, чтобы в случае взрыва разлетающимися осколками не были поранены люди, находящиеся в том же помещении, и закрывать экранами из мелкой сетки или из органического стекла.

### ***1.2.3 Правила работы с приборами, работающими под давлением или при разрежении***

Все работы с приборами, давление в которых значительно отличается от атмосферного, связаны с постоянной опасностью разруше-

ния прибора и поэтому во избежание ранения работающего должны выполняться в защитных очках или со щитком из органического стекла.

Ампулу, в которой проводится реакция при нагревании, нельзя вынимать из патрона до полного охлаждения. Ни в коем случае не следует держать ампулу в руках, если заметна самопроизвольно идущая реакция (разогревание). Встряхивать ампулы можно лишь завернув их предварительно в полотенце или металлическую сетку.

Все работы с применением вакуума также выполняются в защитных очках или со щитком на лице. Вакуум, создаваемый водоструйным насосом (давление 10-20 мм рт. ст), не менее опасен, чем глубокий вакуум. Опасность разрушения прибора быстро возрастает с увеличением его размеров и отклонением от сферической формы. При больших размерах даже достаточно толстостенные приборы могут быть раздавлены давлением наружного воздуха. Совершенно недопустимо использование для работы под вакуумом тонкостенных приборов с плоским дном.

Для предотвращения разбрасывания осколков перед прибором следует ставить экран из органического стекла или металлической сетки, а части прибора, не подвергающиеся нагреванию, завертывать плотной тканью.

#### ***1.2.4 Причины возникновения пожаров при работе в лаборатории***

Причиной вспышек и пожаров в лаборатории чаще всего бывает несоблюдение правил пожарной безопасности, а также невнимательность и небрежность, допущенные в работе.

Приступая к работам, опасным в пожарном отношении, необходимо знать расположение в лаборатории средств пожаротушения и уметь пользоваться ими.

Плотность паров органических жидкостей почти всегда больше плотности воздуха, поэтому они могут стлаться на горизонтальной поверхности, распространяясь на значительное расстояние. Все работы с огнеопасными легколетучими жидкостями следует проводить вдали от открытого огня, плиток и других источников воспламенения.

Не допускается нагревание огнеопасных жидкостей на открытом пламене или электронагревательными приборами с открытым обогревом. При кипячении жидкостей, во избежание их перегрева и неравномерного кипения, в них помещают кипелки – кусочки пемзы

или неглазурованного фарфора, или же стеклянные капилляры диаметром 0,2 – 0,4 мм, запаянные с одного конца. Во избежание бурного вскипания жидкости и выброса ее из сосуда кипелки нельзя бросать в жидкость, предварительно нагретую до кипения.

Недопустимо нагревание жидкостей до кипения в герметически закрытых сосудах, кроме приборов, специально предназначенных для этой цели.

При перегонке легколетучих жидкостей (температура кипения  $\leq 50$  °С) приемник для дистиллята следует помещать в баню с ледяной водой. Если расстояние от установки до источника воспламенения меньше 3-4 м, между ними следует поставить вертикально лист асбестового картона или другого негорючего материала, плотно прилегающий к поверхности стола и доходящий до его края.

Нагревание производится обязательно в круглодонных колбах без дефектов (царапин, пузырей и т.п.), которые не следует зажимать в лапке с лишним усилием и необходимо оберегать от ударов.

Резиновые пробки вставляют плотно, но без усилий в отверстия на  $\frac{1}{2}$  -  $\frac{2}{3}$  их длины. Стеклянные детали прибора следует закреплять в лапках достаточно надежно, но также без излишних усилий; применение металлических лапок без эластичных прокладок недопустимо. Штативы, на которых крепятся детали прибора, должны быть устойчивыми. Также можно собирать установки на монтажных решетках и стендах. Отдельные стеклянные детали прибора, особенно на шлифах надо соединять так, чтобы в них не создавалось напряжений.

Проникновение паров в помещение может произойти при бурном протекании реакции или при неожиданном прекращении подачи воды в холодильник. Поэтому не следует приступать к проведению реакции, не ознакомившись предварительно с ее особенностями, и не оставлять работающую установку без присмотра.

Нельзя ставить электронагревательные приборы непосредственно на стол или деревянные предметы во избежание их перегрева или обугливания. Для этого следует применять огнестойкие подставки из асбеста, керамики и т.п.

Применение масляной бани сопряжено с опасностью воспламенения масла при перегреве его выше допустимой температуры (допускается нагрев масла до температуры на 40-50 град ниже температуры вспышки). Масло, долго не находившееся в применении, перед использованием для полного удаления влаги необходимо осторожно прогреть в вытяжном шкафу и в процессе работы строго следить за



температурой масла, для чего в бане должен постоянно находиться предназначенный для этой цели термометр.

Причиной вспышек и пожаров может быть неосторожная работа с металлическим натрием. Поэтому все операции с ним необходимо проводить с особой тщательностью, избегая возможности соприкосновения натрия с водой или охлаждающей смесью льда с солью. Мелкие обрезки натрия нужно сразу же помещать в специальную склянку с осушенным керосином или уничтожать, обрабатывая спиртом. Металлические предметы, находившиеся в соприкосновении с натрием (нож, щипцы, части пресса для выдавливания натрия), сразу же после работы следует обтирать тканью, смоченной спиртом и затем вытирать насухо. Запрещается оставлять в рабочих столах стеклянные сосуды, в которых находится металлический натрий; их надо хранить в особо отведенных местах в металлических патронах.

Перегонку растворителей над металлическим натрием можно проводить лишь на масляной бане или нагревательном приборе с закрытым обогревом. Применение водяной бани недопустимо.

Особую пожарную опасность представляют вещества, обладающие способностью самовозгораться, например силаны, литий- и алюминийорганические соединения, желтый фосфор. Хранить эти вещества и работать с ними можно лишь с применением специальных приемов, исключающих возможность их соприкосновения с воздухом.

Красный фосфор, хотя и не способен к самовозгоранию, представляет пожарную опасность, так как в нем может содержаться некоторое количество желтого фосфора. Ни в коем случае нельзя выбрасывать даже незначительные остатки красного фосфора в урну с мусором.

### ***1.2.5 Средства тушения пожаров***

Средства для тушения пожаров в химической лаборатории должны находиться в легко доступных местах.

Для тушения небольших вспышек в зависимости от характера загоревшихся веществ и конкретной обстановки могут применяться асбестовое или шерстяное одеяло, сухой песок и углекислотные огнетушители.

При тушении пожаров нужно знать, какие средства тушения *нельзя* применять в каждом конкретном случае.

Если горящие вещества могут бурно реагировать с водой или выделять при взаимодействии с ней горючие продукты, то примене-

ние воды и пенных огнетушителей недопустимо. К таким веществам относятся щелочные металлы (литий, натрий, калий), магний, гидриды металлов, металлоорганические соединения, карбид кальция. В этом случае тушение можно проводить лишь одеялами, сухим песком или углекислотными огнетушителями, прекращая доступ воздуха к источнику горения.

Воду нельзя применять также и для тушения несмешивающихся с ней органических жидкостей, разлитых на горизонтальной поверхности. Горящая жидкость будет растекаться по поверхности воды и площадь пожара может увеличиться. В этом случае следует пользоваться асбестовым или шерстяным одеялом, песком, а также огнетушителями (углекислотными и густопенными).

Пенные огнетушители нельзя применять при тушении электроприборов и электропроводок, находящихся под напряжением, так как струя пены является хорошим проводником, и возможно поражение током. В случае использования пенного огнетушителя необходимо предварительно выключить общий рубильник.

Для тушения загоревшейся масляной бани следует иметь наготове два куска асбестового картона с вырезами по форме колбы. При прекращении доступа воздуха к горящему маслу обычно легко удаётся его потушить.

Успешность ликвидации пожара зависит от быстроты действий и правильности применения средств пожаротушения. Пожар легче потушить в самом начале, поэтому в случае вспышки действовать нужно быстро, но без лишней суетливости.

Если вспышка произошла в вытяжном шкафу, то прежде всего необходимо выключить вентилятор, чтобы пламя не затянуло в воздуховод, по которому пожар может распространиться на другой этаж.

Студент, на котором загорелась одежда, ни в коем случае не должен бежать по лаборатории, так как при этом горение усиливается. Если нельзя быстро снять с себя горящую одежду, следует упасть на пол и попытаться погасить пламя, перекатываясь по полу. В этом случае пострадавшему может быть быстро оказана помощь: на него необходимо накинуть асбестовое или шерстяное одеяло. Если человек в горящей одежде бежит по лаборатории, необходимо прежде всего повалить его на пол и затем накинуть на него одеяло. При тушении горящей одежды возможно также обливание водой.

*Применение огнетушителей при тушении горячей одежды недопустимо.*

### **1.2.6 Опасность электрического тока**

*Пожарная опасность электрического тока.* При применении электронагревательных приборов необходимо выполнять следующие правила:

- 1) пользоваться только исправными приборами;
- 2) употреблять огнестойкие подставки;
- 3) не применять абажуры из несгораемых материалов и т.д.

Электрический ток создает значительную пожарную опасность при неумелом или небрежном монтаже экспериментальных установок с применением силового или осветительного тока. Непосредственной причиной пожара могут быть: искрение, перегрев при плохом соединении проводов, короткое замыкание. Поэтому монтаж соединительных проводов надо производить тщательно, применять провода необходимого сечения с хорошей изоляцией. Провода с нитяной оплеткой должны быть закрыты (например, помещены в шланг), все соединения должны быть сделаны надежно и покрыты изоляционной лентой.

*Воздействие электрического тока на организм человека.* Электрический ток, проходящий через тело человека, представляет большую опасность для его здоровья и жизни. Он может вызывать тяжелые ожоги, а прохождение тока через жизненно важные органы человека (мозг, сердце) вызывает паралич дыхания и остановку сердца. В этом случае опасность представляет даже ток силой 0,01 А. Величина тока, прошедшего через тело человека, зависит от напряжения и сопротивления электрической цепи, одним звеном которой является человек. При влажной коже и плотном контакте с проводником сопротивление может быть относительно небольшим, поэтому уже невысокое напряжение может представлять опасность.

Известны случаи гибели людей при воздействии напряжения 24 В и даже 12 В, поэтому напряжение силовой и осветительной электрической сети 127 В или 220 В при любых обстоятельствах следует считать опасным. Все работы, связанные с применением электрического тока, требуют особой внимательности и осторожности при строгом соблюдении правил безопасной работы.

Основные правила безопасной работы с электроприборами общего назначения в химической лаборатории:

1. Разрешается пользоваться только исправными приборами. Соединительные шнуры должны иметь неповрежденную изоляцию и закрыты шлангом. Концы многожильных проводов при соединении

их к прибору под гайку должны иметь специальные наконечниками или быть хорошо скрученными и пропаянными. Все соединения должны быть надежными и исключать возможность случайного замыкания или отсоединения проводов во время работы.

2. Все крупные электроприборы в металлических корпусах (муфельные печи, термостаты, электродвигатели и т.д.) необходимо снабжать защитным заземлением или занулением (присоединение корпуса прибора к заземленному нейтральному проводу). Провод для заземления (зануления) должен выдерживать ток, при котором срабатывает автоматическая защита на электрощитке; он должен быть без изоляции, чтобы перелом провода или какой-либо другой дефект сразу был обнаружен. Защитное заземление (зануление) служит для исключения возможности появления напряжения на корпусе прибора при случайном пробое изоляции.

3. Все монтажные работы, а также присоединение и отсоединение проводов можно производить только на установке, полностью отключенной от электросети.

4. Включать в электросеть собранную электрическую схему можно лишь после осмотра ее преподавателем и получения от него разрешения.

5. Студентам запрещается самостоятельно производить какие-либо переключения проводов.

6. Следует избегать прикосновения к проводникам, находящимся под напряжением.

7. Нельзя вынимать вилку из штепсельной розетки, дергая ее за шнур.

### ***1.2.7 Едкие и ядовитые вещества***

В лаборатории приходится иметь дело с такими едкими веществами, как кислоты, щелочи, бром. Неосторожное обращение с ними может привести к тяжелым и трудно заживающим ожогам. Особенно опасно попадание этих веществ в глаза.

При всех работах с едкими веществами следует избегать их проливания и разбрызгивания и обязательно защищать глаза и руки, для чего пользоваться предохранительными очками и резиновыми перчатками.

Сосуд, в который наливают раствор, не следует держать в руках, его надо поставить на стол или укрепить в штативе. Переливание брома можно производить только в вытяжном шкафу.

При наборе в пипетку едких и ядовитых жидкостей запрещается втягивание их ртом. Для этого нужно пользоваться резиновой грушей или водоструйным насосом.

Пары многих химических веществ оказывают вредное действие на человеческий организм. Из них следует особо отметить бром, ртуть, а также ряд органических веществ, к которым в первую очередь относятся бензол и другие ароматические углеводороды. Сильными ядами являются метиловый спирт и дихлорэтан.

Пары брома уже в небольших концентрациях сильно раздражают органы дыхания. Все работы с бромом нужно вести в вытяжном шкафу при возможно меньшей площади открытых дверей. При работе с вредными веществами вне вытяжного шкафа нужно предусмотреть меры, предохраняющие от выделения паров этих веществ в атмосферу (работать с герметичными приборами, для сообщения с атмосферой пользоваться поглотительными трубками и т.п.).

При работе со ртутью необходимо всегда помнить, что ее пары являются сильно действующим ядом и поэтому опасны для работающего и окружающих. При длительном воздействии они вызывают хроническое отравление.

При проливании ртуть дробится на мельчайшие капли с большой суммарной поверхностью. Пары ртути обладают способностью быстро распространяться в воздухе, проникать через пористые тела и адсорбироваться тканями, штукатуркой, деревом, заражая все помещение.

Пролитая ртуть должна быть сразу и с возможно большей полнотой убрана. Для больших капель ртути применяются специальные ртутные щипцы (рис.). Небольшие капли удобно собирать с помощью амальгамированной медной или латунной пластинки. Мелкие капли ртути, а также капли, попавшие в щели, можно убрать с помощью узкой стеклянной трубки с оттянутым концом, к которой присоединены ловушка и водоструйный насос. После сбора основной части пролитой ртути убирают таким же образом мельчайшие капли ртути, которые обнаруживают с помощью лупы.

Собранную ртуть помещают в толстостенную склянку с пробкой и хранят под слоем воды. Амальгамированная пластинка должна также храниться в закрытой широкогорлой склянке с водой.

Для «дегазации» место пролива ртути (после удаления ее) обрабатывают 3% раствором перманганата калия или раствором поли-

сульфида натрия, который приготавливают насыщением серой 5-10 % раствора сернистого натрия при кипении.

Неисправные приборы, в которых находилась ртуть, перед отправкой в ремонт должны быть тщательно промыты азотной кислотой или хромовой смесью.

### ***1.2.8 Оказание первой помощи***

Своевременное оказание помощи пострадавшему может в значительной мере уменьшить тяжесть последствий несчастного случая. Для этой цели в химической лаборатории должна иметься аптечка с перевязочными средствами и некоторыми медикаментами, а каждый студент обязан знать наиболее необходимые меры оказания первой помощи. После оказания первой помощи пострадавшего должен осмотреть врач.

Работающие в лаборатории должны знать следующие меры оказания первой помощи:

1. При ожогах кислотами необходимо быстро промыть обожженное место большим количеством воды из-под крана, а затем нейтрализовать разбавленным раствором соды. При ожогах щелочами после обильной промывки водой производят нейтрализацию разбавленным раствором уксусной кислоты.

2. При попадании кислоты или щелочи в глаза нужно быстро промыть их водой из-под крана. Никаких нейтрализующих средств применять не следует. Во всех случаях при поражении глаз, после оказания первой помощи, пострадавшего необходимо направить к врачу.

3. При ожогах бромом – быстро промыть пораженное место водой или спиртом, затем наложить компресс из 1 % раствора фенола или 1-5 % раствора тиосульфата натрия.

4. При не сильном отравлении парами брома или хлора следует вдыхать пары разбавленного раствора аммиака, а затем выйти на свежий воздух.

5. При термических ожогах следует немедленно делать примочку в месте ожога раствором перманганата калия или этиловым спиртом, затем нанести мазь от ожогов.

6. При поражении электрическим током пострадавшего необходимо сначала освободить от действия тока, выключив рубильник, а затем, если это необходимо, делать искусственное дыхание до прихода врача.

## 2 ПРАКТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ ПО ХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

Основной задачей практически значимого процесса является получение максимального выхода продукта при минимальных затратах энергии, времени и оборудования. Это может быть достигнуто, если реагирующие вещества обладают достаточно высокой реакционной способностью, которая определяется: 1) строением вещества; 2) термодинамическими характеристиками реакции; 3) кинетическими закономерностями.

Исследованием зависимости реакционной способности от строения вещества в основном занимаются в процессе изучения теоретической органической химии. Технология органического синтеза рассматривает конкретные реакции, которые должны приводить к определенным конечным продуктам. Положительный результат определяется термодинамическими и кинетическими факторами реакционной способности.

Продукты основного органического синтеза относятся к соединениям различных классов, имеющих соответствующие функциональные группы. Эти группы определяют специфические свойства веществ, от которых зависит возможность их дальнейшего практического применения, идентификации и анализа при нахождении в виде смесей с другими соединениями, препаративного и промышленного выделения в чистом виде и т.д.

Использование продуктов основного органического синтеза может быть как в качестве самостоятельных соединений, так и в виде полупродуктов для других синтезов. В промышленности часто используется несколько различных методов производства одного и того же продукта, причем выбор метода связан с многими обстоятельствами и, в конечном счете, обуславливается экономической целесообразностью и экологической безопасностью.

Разделение продуктов реакции и их очистка такой же важный этап работы, как и сам синтез. Результаты химического опыта сводятся на нет, если не удастся выделить из реакционной смеси целевой продукт с достаточной полнотой и в достаточно чистом виде.

Вопрос чистоты полученного продукта довольно часто имеет большое значение. Иногда присутствие незначительных количеств примесей в веществе, применяемом для дальнейшей работы, может очень сильно сказаться на полученных результатах. Также только по-

сле тщательной очистки можно проводить идентификацию и определение свойств вещества.

Для разделения и очистки продуктов реакции служат такие методы, как фильтрование, декантация, центрифугирование, экстрагирование из твердых веществ и из жидкостей, перегонка и ректификация, отгонка с водяным паром, перекристаллизация, возгонка, распределительная хроматография и др. Все эти операции относятся к области техники лабораторных работ и достаточно подробно рассмотрены в соответствующей литературе.

Основные задачи, стоящие перед студентами при выполнении ниже приведенных лабораторных работ: 1) проведение заданной реакции в готовой или самостоятельно собранной установке; 2) исследование технологических параметров; 3) определение кинетических параметров; 4) выбор методов выделения и очистки; 5) выбор и выполнение анализа полученных соединений.

## **Лабораторная работа № 1** **Этерификация уксусной кислоты**

Реакция этерификации является характерной особенностью карбоновых кислот. Она заключается в способности карбоновых кислот образовывать сложные эфиры со спиртами. Реакции этерификации обратимы, а следовательно, ограничены состоянием равновесия. Реакции, обратные этерификации, состоящие в том, что сложный эфир, присоединяя воду, превращается в спирт и кислоту, называются реакциями омыления или гидролиза.

Этерификация ускоряется в присутствии сильных минеральных кислот, так как в растворах таких кислот создается высокая концентрация ионов водорода, являющихся катализаторами реакции.

**Цель работы:** Изучение реакции этерификации карбоновых кислот на примере взаимодействия уксусной кислоты с этиловым спиртом. Выделение и характеристика этилацетата, сравнение констант полученного эфира со справочными данными.

**Используемые реактивы и оборудование:** этиловый спирт-ректификат; концентрированная серная кислота; ледяная уксусная кислота; 10 % раствор бикарбоната натрия; хлористый кальций кристаллический; лакмусовая бумага; плавленый хлористый кальций; установка для получения эфира; делительная воронка на 200-250 мл;



масляная или глицериновая баня с электрообогревом; водяная баня; прибор Вюрца для перегонки эфира.

### ***Методика проведения эксперимента***

В круглодонную колбу на 250 мл, снабженную прямым холодильником с приемником и капельной воронкой, помещают 25 мл этилового спирта и 25 мл концентрированной серной кислоты (охлаждая извне водой со льдом), а затем нагревают на масляной или глицериновой бане до 140°C. При достижении этой температуры начинают постепенно прибавлять из капельной воронки смесь, состоящую из 125 мл этилового спирта и 125 мл ледяной уксусной кислоты. Скорость прикапывания этой смеси регулируют так, чтобы происходила нормальная отгонка образующегося уксусноэтилового эфира (этилацетата). Реакцию заканчивают, когда отгонка эфира прекратится.

Для нейтрализации примеси уксусной кислоты, отогнанной вместе с этилацетатом, погон встряхивают с 10 % раствором соды, добавляя последний малыми порциями в колбу до тех пор, пока верхний слой не перестанет окрашивать синюю лакмусовую бумажку в красный цвет. Затем оба слоя разделяют в делительной воронке и для удаления примесей этилового спирта встряхивают эфирный слой с раствором 100 г хлористого кальция в 100 мл воды. Снова разделяют оба слоя на делительной воронке, сушат верхний (эфирный) слой прокаленным хлористым кальцием в течение 0,5-1 ч в колбе с обратным холодильником при нагревании на водяной бане и охлаждают до комнатной температуры. Эфир с хлористым кальцием можно оставлять для сушки на ночь.

Затем высушенный уксусноэтиловый эфир перегоняют. Температура кипения чистого уксусноэтилового эфира 77,2 °С,  $d_4^{20}=0,901$ .

Этерификацией уксусной кислоты можно получить сложные эфиры высших спиртов, причем техника выполнения работы не отличается от приведенной.

### ***Обработка результатов эксперимента***

1. Записать уравнение реакции.
2. Определить массу уксусноэтилового эфира, выход на взятый этиловый спирт, плотность и показатель преломления (сравнить со справочными данными).
3. Полученный эфир фасовать по всем правилам фасовки веществ.
4. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## Лабораторная работа № 2

### Синтез кислотных азокрасителей

Кислотные красители представляют собой растворимые в воде соли органических кислот, преимущественно сульфо-, реже – карбоновых кислот, иногда – фенолов. В водных растворах кислотные красители диссоциируют с образованием цветных анионов; компенсирующим катионом является катион натрия, реже – аммония. Обладают сродством к волокнам, имеющим амфотерный характер (белковые и синтетические полиамидные волокна), и окрашивают их из водного раствора в присутствии кислот, образуя соли с молекулами этих веществ за счет содержания в них основных групп (аминогрупп). Удерживаются на волокне силами ионных связей. К целлюлозным волокнам сродством не обладают.

**Цель работы:** ознакомление с методами синтеза и выделения кислотных азокрасителей.

**Используемое оборудование:** магнитная мешалка, фарфоровый стакан, плоскодонные колбы, капельная воронка, термометр, воронка Бюхнера, колба Бунзена, баня с охлаждающей смесью.

#### **Методика проведения эксперимента**

**Общая методика получения растворов диазотированных ароматических аминов.** В стакане растворить 1 моль первичного ароматического амина в 2,5 – 3 молях разбавленной (1:1) соляной кислоты (вместо нее можно использовать бромоводородную или серную кислоту; при диазотировании полиаминов количество кислоты необходимо пересчитать в соответствии с числом аминогрупп). При перемешивании и охлаждении льдом с солью добавить 2,5 М водный раствор нитрита натрия в количестве, эквивалентном взятому амину. Добавление вести медленно, с такой скоростью, чтобы температура не поднималась выше 5 °С. Перед окончанием диазотирования сделать пробу на присутствие свободной азотистой кислоты (синее окрашивание от капли раствора, нанесенной на йодкрахмальную бумагу). Нитрит прибавлять до тех пор, пока проба не будет положительной через 5 мин после прибавления очередной порции нитрита. Если при растворении амина в минеральной кислоте из-за слишком большей концентрации выпадает соль, то диазотировать следует при хорошем перемешивании суспензии этой соли. Поскольку в гетерогенной системе реакция идет медленнее, то в этих случаях необходи-

мо тщательное перемешивание и более медленное добавление нитрита.

*Общая методика проведения азосочетания.*

1. *Сочетание в кислой среде (с аминами).* К раствору 0,1 моля азокомпонента в эквивалентном количестве 1 Н минеральной кислоты (в случае аминокислот – в эквивалентном количестве раствора едкого натрия) постепенно, при перемешивании и охлаждении до 5 – 10 °С прилить раствор соли диазония, приготовленный из 0,1 моля амина. Из кислого окрашенного раствора краситель выделить нейтрализацией содой и высаливанием поваренной солью. Выпавший краситель отфильтровать на воронке Бюхнера и высушить на воздухе.

2. *Сочетание в щелочном растворе (с фенолами).* К раствору 0,1 моля фенола в 0,2 моля 2 Н раствора едкого натра (на каждую кислотную группу, содержащуюся в азокомпоненте, надо дополнительно брать эквивалентное количество щелочи) медленно, при перемешивании, поддерживая температуру 5 – 10 °С, прибавить раствор 0,1 моля диазотированного амина. рН раствора контролировать при помощи индикаторной бумаги, в случае необходимости прибавить еще щелочь, следя за тем, чтобы раствор постоянно оставался щелочным. Полноту выпадения красителя увеличить, добавляя поваренную соль. Для очистки краситель промыть на фильтре небольшим количеством ледяной воды.

*Задание на лабораторную работу:*

1. Из предложенных исходных соединений (таблица 1) выбрать диазокомпоненту и азокомпоненту, в соответствии с этим выбрать вариант проведения реакции азосочетания. Записать уравнения соответствующих реакций.

Таблица 1 - Варианты для индивидуального выполнения

<i>Краситель</i>	<i>Диазо- и азокомпоненты</i>
Кислотный желтый светопроочный	анилин солянокислый 1-(4-сульфофенил)-3-метил-5-пиразолон
Кислотный оранжевый светопроочный	анилин солянокислый Г-соль
Кислотный ярко-оранжевый Ж	анилин солянокислый соль Шеффера
Кислотный красный 2 Ж	аминобензол Г-кислота

2. Рассчитать в соответствии с методикой необходимые количества исходных реагентов на заданное преподавателем количество диазосоставляющей.

3. Провести реакции диазотирования и азосочетания, выделить получившийся краситель и определить после высушивания его выход в процентах от теоретического.

### ***Обработка результатов эксперимента***

1. Рассчитать количество полученного красителя в граммах и в процентах от теоретического выхода.

2. Составить материальный баланс по стадиям и для всего процесса.

3. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## **Лабораторная работа №3 Получение тиазиновых основных красителей**

Основные красители представляют собой соли органических оснований; компенсирующими анионами служат хлорид-, гидросульфат- и оксалат- ионы. В воде диссоциируют с образованием цветного катиона, поэтому их часто называют катионными красителями (в настоящее время название “катионные” применяется по отношению к специальным основным красителям для полиакрилонитрильных волокон, содержащих свободные карбоксильные группы). Основные красители обладают сродством к шерсти, шелку, полиамидному и полиакрилонитрильному волокнам. В процессе окрашивания из водного раствора они образуют соли с кислотными группами волокна и удерживаются на нем силами ионных связей.

***Цель работы:*** ознакомление с методами получения и выделения тиазиновых основных красителей.

***Стадия 1. Получение *p*-нитрозо-*N,N*-диметиланилина***

***Используемое оборудование:*** фарфоровый стакан емкостью 250 мл, мешалка, капельная воронка, термометр, баня со льдом, воронка Бюхнера, колба Бунзена.

### ***Методика проведения эксперимента***

В стакане, снабженном мешалкой, капельной воронкой и термометром, растворить при перемешивании 13,3 г *N,N*-

диметиланилина в 35 мл концентрированной соляной кислоты. Раствор охладить до 0 °С и прибавить 8,3 г нитрита натрия в виде 20 % раствора с такой скоростью, чтобы температура реакционной массы не превышала 3 - 4 °С. Смесь перемешивать 1 ч, осадок *n*-нитрозо-N,N-диметиланилина отфильтровать, отжать и высушить.

### *Стадия 2. Получение метиленового голубого*

**Используемое оборудование:** колба круглодонная емкостью 1000 мл, мешалка, капельная воронка, термометр, шариковый холодильник, водяная баня, воронка Бюхнера, колба Бунзена, фарфоровый стакан емкостью 1000 мл, электрическая плитка.

### **Методика проведения эксперимента**

В стакане растворить 12 г *n*-нитрозо-N,N-диметиланилина в 450 мл воды, к этому раствору добавить 67,5 мл концентрированной соляной кислоты и маленькими порциями вводить цинковую пыль, продолжая энергичное перемешивание. После обесцвечивания раствора избыток кислоты нейтрализовать, добавляя раствор соды до начала помутнения реакционной смеси. Смесь отфильтровать. Фильтрат перенести в стакан и прибавить раствор дитионита натрия ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$ ) в 90 мл воды и 120 г льда. При перемешивании из капельной воронки прибавлять к полученному раствору 10 % раствор бихромата калия до тех пор, пока проба, нанесенная пипеткой на фильтровальную бумагу, не будет оставлять на ней отчетливый вытек желтого цвета.

Затем смесь перенести в колбу, соединенную с обратным холодильником, и прибавить к ней раствор 9 г N,N-диметиланилина в смеси 7 мл концентрированной соляной кислоты и 75 мл воды. После этого в течение 40 мин при энергичном перемешивании прибавить из капельной воронки 180 мл 10 % раствора бихромата калия и 75 мл насыщенного раствора хлорида цинка. Эту смесь нагревать на водяной бане при 85 - 90 °С до тех пор, пока окраска не станет синей.

Добавить 75 г хлорида натрия (высаливание) и, хорошо перемешав, дать раствору отстояться. Краситель, выпавший в виде темно-синего осадка, отфильтровать и высушить.

### **Обработка результатов эксперимента**

1. Записать уравнения основной и побочных реакций синтеза красителя.

2. Рассчитать количество полученного красителя в граммах и в процентах от теоретического выхода.

3. Составить материальный баланс по стадиям и для всего процесса.
4. Сделать вывод о результатах эксперимента.

### **Лабораторная работа № 4**

#### **Определение альдегидов солями гидроксилamina**

Метод основан на свойстве альдегида реагировать солянокислым или сернокислым гидроксилaminом по уравнению 1:



Выделившуюся кислоту определяют титрованием раствором щелочи в присутствии смешанного индикатора метилового оранжевого с индигокармином или в присутствии бромфенолового синего. При применении первого индикатора окраска меняется от фиолетовой (в кислой среде) до зеленой (в щелочной среде), переходный цвет серый. При применении второго индикатора окраска изменяется от желтой (в кислой среде) до голубой (в щелочной среде), переходный цвет зеленый.

Так как раствор соли гидроксилamina имеет кислую реакцию, то после приготовления определяют его кислотность. Для этого следует брать те количества раствора соли гидроксилamina и дистиллированной воды, какие применяются при анализе (холостой опыт). Это необходимо особенно при малых количествах альдегида, так как дистиллированная вода по отношению к данному индикатору не нейтральна. Кроме того, при проведении холостого опыта учитывают возможную ошибку при титровании до появления зеленой окраски.

**Цель работы:** научиться определять альдегиды солями гидроксилamina в различных составах.

**Используемые реактивы и оборудование:** 1 Н раствор соли гидроксилamina, 0,1 Н раствор щелочи, индикатор (смесь метилового оранжевого с индигокармином или бромфеноловый синий), 2 конические колбы (200 – 250 мл), пипетка (3-5 мл), пипетка на 50 мл.

#### **Методика проведения эксперимента**

1. **Определение альдегида в углеводородных фракциях.** В коническую колбу наливают 50 мл дистиллированной воды, 1 - 2 мл 1 Н раствора соли гидроксилamina и пипеткой точно 3 или 5 мл анализируемого продукта, охлажденного до 0 °С. Содержимое колбы энергично встряхивают в течение 5 мин, после чего выдерживают 10 мин для

достижения полного взаимодействия альдегида с гидроксиламином. Затем прибавляют 2 - 3 капли индикатора и титруют 0,1 Н раствором щелочи до появления переходной окраски.

Навеску вычисляют умножением взятого объема анализируемого продукта на его плотность, определенную при 0 °С.

При анализе углеводородных фракций с очень малым содержанием альдегида навеску увеличивают (10 – 20 мл).

2. *Определение альдегида в альдегидной воде.* В коническую колбу вводят из бюретки 5 мл 1 Н раствора соли гидроксиламина, 20 мл дистиллированной воды и пипеткой 5 мл исследуемой альдегидной воды, охлажденной во льду.

Содержимое колбы перемешивают, прибавляют 2 – 3 капли индикатора и титруют 0,1 н раствором щелочи до появления зеленой (со смешанным индикатором) или голубой (с бромфеноловым синим) окраски. При расчете плотность альдегидной воды принимают условно равной единице.

3. *Определение альдегида в спирто-водных смесях.* В коническую колбу вливают 20 мл дистиллированной воды, 5 мл 1 Н раствора соли гидроксиламина и пипеткой точно 3 или 5 мл анализируемого продукта. После этого колбу встряхивают, прибавляют в нее 1 - 2 капли индикатора и титруют смесь 0,1 Н раствором щелочи до появления переходной окраски.

Навеску рассчитывают умножением емкости пипетки на плотность анализируемого продукта, приведенного к температуре, измеренной во время набора пробы.

4. *Особенности проведения данного анализа.*

1. При приготовлении новых растворов соли гидроксиламина или щелочи кислотность гидроксиламина необходимо определять заново.

2. При анализе продуктов, содержащих большие количества альдегида, можно применять раствор соли гидроксиламина, предварительно нейтрализованный щелочью.

3. При анализе других, не упомянутых выше продуктов, содержащих различные количества альдегида, необходимо руководствоваться следующим:

а) навеску анализируемого продукта брать с таким расчетом, чтобы на определение затрачивалось не менее 5 мл щелочи;

б) растворы соли гидроксиламина вводить в реакцию из расчета, что 1 мл 1 Н раствора соли связывает 0,044 г альдегида, при этом затрачивается примерно 10 мл 0,1 Н раствора щелочи;

в) определять альдегид с помощью соли гидроксиламина можно только в продуктах, имеющих нейтральную среду по отношению к смешанному индикатору, в случае щелочной или кислой среды необходимо сначала оттитровать навески анализируемого продукта до нейтральной реакции, а затем внести раствор соли гидроксиламина.

### **Обработка результатов эксперимента**

1. Рассчитать содержание альдегида  $x$  (в процентах по массе) в анализируемом продукте (в расчете на ацетальдегид) по формуле 2:

$$x = (a - b)Fn \cdot 100/g \quad (2)$$

где  $a$  – объем раствора щелочи, затраченной на титрование пробы, мл;

$b$  – кислотность раствора соли гидроксиламина (холостой опыт), мл;

$F$  – фактор применяемого раствора щелочи;

$g$  – навеска продукта, г;

$n$  – количество ацетальдегида, эквивалентное 1 мл раствора щелочи, г (для 0,1 Н – 0,0044; для 0,5 Н – 0,022).

2. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## **Лабораторная работа № 5**

### **Определение этилового спирта методом отгонки с предварительным удалением примесей**

Определение заключается в удалении основных примесей (углеводородов, диэтилового эфира, ацетальдегида и высших спиртов), находящихся в спиртовых продуктах, после чего этиловый спирт отгоняют с водой и находят содержание его по плотности дистиллята.

Способы удаления примесей меняются в зависимости от состава продукта. Углеводороды и диэтиловый эфир, при их небольшом содержании, удаляют путем экстрагирования керосином при разбавлении продукта раствором поваренной соли, а при большом содержании выделяют этиловый спирт путем отмывки его 10 % раствором поваренной соли с последующим экстрагированием керосином. Ацетальдегид удаляют, осмолая его раствором щелочи при кипячении.



**Цель работы:** научиться определять этиловый спирт методом отгонки.

**Используемые реактивы и оборудование:** керосин; насыщенный раствор NaCl (плотность 1200 кг/м<sup>3</sup>); 10 % раствор NaCl; твердый NaCl; 30 % раствор щелочи; грушеобразные делительные воронки на 250-300 и 500 мл (2 шт.); мерные цилиндры на 25, 50 и 100 мл (3 шт.); круглодонные колбы на 250 и 500 мл (2 шт.); плоскодонные колбы на 100-250 мл (2 шт.); холодильник с длиной муфты 50-60 см; прибор для отгонки, состоящий из двухшарикового дефлегматора с термометром на 100 °С, холодильника (длина муфты 45-50 см) и форштоса; пикнометры на 10 мл (2 шт.).

### **Методика проведения эксперимента**

#### **1. Удаление примесей.**

**Спиртоводный конденсат.** В чистую, взвешенную на технических весах с точностью до 0,05 г делительную воронку цилиндром вливают 50 мл анализируемой пробы и взвешивают вторично с той же точностью. Затем в воронку вливают 25 мл дистиллированной воды, 75 мл насыщенного раствора поваренной соли, 50 мл керосина и производят экстрагирование, встряхивая содержимое воронки 3 мин; после чего слоям дают отстояться 10 мин. Нижний слой сливают через кран в другую делительную воронку, приливают к нему вновь 50 мл керосина и проводят второе экстрагирование точно так же, как и первое. После второго экстрагирования нижний слой, содержащий этиловый спирт и альдегид, переводят в колбу емкостью 250 мл, добавляют 30-40 мл раствора щелочи, несколько мелких кусочков пористого материала и присоединяют колбу к прибору для отгонки.

До начала отгонки, для осмоления альдегида жидкость слегка кипятят в течение 15-20 мин так, чтобы пары из колбы не достигали дефлегматора, после чего начинают отгонку. Количество отгона должно составлять 60-70 мл.

**Спиртоводная смесь с большим содержанием примесей.** В чистую, взвешенную с резиновой пробкой делительную воронку вливают цилиндром 50 мл анализируемого продукта, предварительно охлажденного до 0 °С, закрывают воронку пробкой и вторично взвешивают на технических весах с точностью до 0,05 г. Затем в воронку приливают 25 мл 10 % раствора поваренной соли и 50 мл керосина, закрывают воронку пробкой и встряхивают 2 мин; слоям дают отстояться 5 мин и сливают нижний слой в другую воронку. К верхнему слою, оставшемуся в первой делительной воронке, приливают еще 25

мл раствора поваренной соли и вновь производят извлечение спирта в том же порядке. Нижний слой вновь сливают в ту же воронку. Такую отмывку повторяют еще два раза.

Во вторую воронку с нижними слоями, собранными от всех отмывок, приливают 50 мл керосина, содержимое встряхивают 2 мин, дают слоям отстояться в течение 15 мин. Образовавшийся нижний слой сливают в круглодонную колбу, добавляют 30 мл раствора щелочи, несколько мелких кусочков пористого материала и присоединяют к обратному холодильнику. Содержимое колбы слабо кипятят 30 мин для осмоления альдегида. После охлаждения колбу отсоединяют от холодильника, вносят свежие кусочки пористого материала и присоединяют к прибору для отгонки.

*Спиртоводная смесь с малым содержанием примесей.* Во взвешенную на технических весах с точностью до 0,1 г делительную воронку вливают 100 мл спиртоводной смеси и взвешивают вторично с той же точностью. Затем в воронку всыпают 15 г сухой поваренной соли (чтобы получился 14-15 % раствор) и встряхивают до растворения. После этого цилиндром приливают 50 мл керосина и встряхивают воронку 2-3 мин. Слойм дают отстояться 20-25 мин. По истечении этого времени нижний слой сливают в колбу, добавляют в нее 30 мл раствора щелочи, несколько кусочков пористого материала и присоединяют к прибору для отгонки. Жидкость в колбе вначале слегка кипятят в течение 15-20 мин, а затем начинают отгонку.

*2. Отгонка и определение спирта по относительной плотности отгона*

Жидкость перегоняют до 99-100 °С, собирают отгон в чистую сухую взвешенную с резиновой пробкой плоскодонную колбу на 100 мл или в цилиндр. По окончании отгонки приемник закрывают пробкой и взвешивают на технических весах с точностью до 0,05 г.

Относительную плотность отгона определяют пикнометром при 20 °С и находят содержание спирта в отгоне в % по массе, используя справочные данные.

### ***Обработка результатов эксперимента***

1. Рассчитать содержание этилового спирта  $x$  в анализируемом продукте по формуле 3:

$$x = ab/g \quad (3)$$

где  $a$  – содержание спирта в отгоне, % по массе;

$b$  – масса отгона, г;

$g$  – навеска продукта, взятая на определение, г.

Продолжительность определения 70-100 мин.

Ошибка определения для спиртоводных смесей, содержащих 40-65 % спирта  $\pm 0,5$  %; при значительном содержании альдегида и высших спиртов  $\pm 1,0$  %. Допускаемое расхождение не более 1 %.

2. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## **Лабораторная работа № 6** **Определение эфира в спиртоводных смесях**

Метод основан на отгонке эфирной фракции и дальнейшем определении в отгоне эфира в сумме с углеводородами экстрагированием бензином в присутствии воды. Из найденного суммарного содержания эфира и углеводородов (в % по объему) вычитают содержание углеводородов (в % по объему), найденное принятым для анализируемого продукта методом.

**Цель работы:** научиться определять эфир в спиртоводных смесях методом отгонки и экстрагирования.

**Используемые реактивы и оборудование:** 30 % раствор щелочи; бензин; прибор для отгонки, состоящий из круглодонной колбы на 500 мл, четырехшарикового дефлегматора, термометра, четырехшарикового холодильника и цилиндра на 50 мл, к отводной трубке дефлегматора, согнутой под прямым углом, присоединяют в вертикальном положении четырехшариковый холодильник, трубка которого удлинена и доходит почти до дна цилиндра; бюретка емкостью 60-65 мл, отградуированная на 50 мл с ценой деления 0,1 мл, к верхней части ее присоединено шарообразное расширение на 50 мл, а нижний конец бюретки заплавлен; пипетка на 10 мл.

### **Методика проведения эксперимента**

В колбу вливают цилиндром 250 мл анализируемого продукта, охлажденного до 0 °С и 25 мл раствора щелочи и присоединяют ее к прибору для отгонки. Для осмоления альдегида содержимое колбы до начала отгонки слегка кипятят 10-15 мин.

После этого отгоняют примерно 50 мл эфирной фракции со скоростью 2 капли в секунду. Отгон собирают в цилиндр, охлаждаемый ледяной водой; в начале отгонки цилиндр устанавливают так, чтобы трубка холодильника доходила до дна, а по мере наполнения цилиндр постепенно опускают ниже.

По окончании отгонки измеряют количество отгона, а затем определяют в нем эфир и углеводороды следующим образом.

В чистую бюретку вливают пипеткой 20 мл дистиллированной воды и 20 мл бензина и встряхивают 2 мин. Через 10 мин после отстаивания слоев измеряют объем бензинового слоя. Затем в бюретку приливают 10 мл полученного отгона и встряхивают ее вторично 2 мин, затем в течение 10 мин дают отстояться и измеряют объем верхнего слоя. Увеличение верхнего слоя и показывает суммарное содержание эфира и углеводородов.

В случае образования стойкой эмульсии ее надо разрушить 1-2 каплями насыщенного раствора поваренной соли.

### **Обработка результатов эксперимента**

1. Рассчитать суммарное содержание эфира и углеводородов  $x_1$  (в % по объему) и содержание эфира  $x_2$  (в % по объему) в анализируемом продукте по формулам 4 и 5:

$$x_1 = ac \cdot 100 / (10 \cdot 250) = ac / 25 \quad (4)$$

$$x_2 = x_1 - x \quad (5)$$

где  $a$  – увеличение бензинового слоя, мл;

$c$  – объем отгона, мл;

$x$  – содержание углеводородов, найденное ранее, % по объему.

Для перевода % по объему в % по массе следует полученный результат умножить на 0,7135 (плотность эфира при 20 °С) и разделить на плотность продукта.

Продолжительность определения 1,5-2 ч.

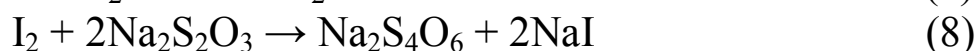
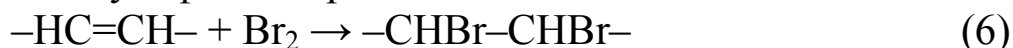
Допускаемое расхождение 0,3 %.

2. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## **Лабораторная работа № 7**

### **Определение непредельных соединений в жидких продуктах бромид-броматным методом**

Метод основан на присоединении непредельными соединениями по месту двойной связи брома, выделяемого бромид-броматным раствором под действием кислоты. Оставшийся избыток брома переводят в эквивалентное количество йода, который определяют титрованием раствором тиосульфата натрия:



Бромная вода готовится в расчете на 0,1 Н или 0,2 Н раствор:



**Цель работы:** освоить бромид-броматный метод определения непредельных соединений в жидких продуктах.

**Используемые реактивы и оборудование:** ледяная уксусная кислота или четыреххлористый углерод как растворители при анализе продуктов, содержащих большое количество непредельных углеводородов; 0,1 Н или 0,2 Н бромид-броматный раствор (2,8 г  $\text{KBrO}_3$  и 10-11 г  $\text{KBr}$  в 1 л воды для 0,1 Н раствора); 5 Н раствор серной или соляной кислоты; 5 % раствор йодистого калия; 0,1 Н раствор тиосульфата натрия; индикатор (крахмал); коническая колба на 150-250 мл с притертой пробкой; градуированные пипетки на 1 и 5 мл (2 шт.).

#### **Методика проведения эксперимента**

Фактор  $F$  и титр  $T$  приготовленного бромид-броматного раствора устанавливают следующим образом: в коническую колбу вливают из бюретки 10 мл бромид-броматного раствора, затем пипеткой вносят раствор йодистого калия – 5 мл для 0,1 Н бромид-броматного раствора или 10 мл (для 0,2 Н раствора) и 10 мл раствора кислоты.

Колбу закрывают пробкой и через 3 мин выделившийся йод титруют 0,1 Н раствором тиосульфата натрия. Перед концом титрования прибавляют примерно 1 мл раствора крахмала, об окончании реакции судят по исчезновению синей окраски.

Расчет проводят по формулам 10 и 11:

$$F = aF_1/10 \quad (10)$$

$$T = aF_1 \cdot 79,92 / (10 \cdot 10 \cdot 1000) \quad (11)$$

где  $a$  – объем 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, мл;

$F_1$  – фактор раствора тиосульфата натрия;

79,92 – атомная масса брома.

При анализе продуктов с небольшим количеством непредельных соединений во взвешенную на аналитических весах колбу с 10 мл Н раствора кислоты вносят пипеткой 0,5-0,6 мл анализируемой пробы и снова взвешивают.

При анализе продуктов со значительным содержанием непредельных соединений навеску в количестве 0,2-0,5 г вносят в колбу с 10 мл концентрированной уксусной кислоты или четыреххлористого углерода (взвешивание также производят на аналитических весах), а потом добавляют 10 мл 5 Н раствора соляной или серной кислоты.

После взятия навески содержимое колбы слегка охлаждают в ледяной воде, а затем прибавляют из бюретки бромид-броматный раствор до появления не исчезающей при взбалтывании желтой окраски; тогда колбу плотно закрывают пробкой и оставляют на 3 мин в темном месте. После этого добавляют 5 мл раствора йодистого калия и титруют выделившийся йод 0,1 Н раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала до обесцвечивания.

### **Обработка результатов эксперимента**

1. Расчет содержания непердельного соединения  $x$  (в % по массе) проводят по формуле 12:

$$x=(aF-bF_1)0,008\cdot M\cdot 100/(g\cdot 79,92n) \quad (12)$$

где  $a$  – объем бромид-броматного раствора, прилитого в избытке при титровании, мл;

$F$  - фактор бромид-броматного раствора;

$b$  – объем 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, затраченного на связывание выделившегося йода, мл;

$F_1$  – фактор раствора тиосульфата натрия;

0,008 – количество брома, соответствующее 1 мл 0,1 Н раствора тиосульфата натрия, г;

$M$  – молекулярная масса непердельного соединения;

$g$  – навеска анализируемого вещества, г;

79,92 – атомная масса брома;

$n$  – количество атомов брома, присоединяющихся к одной молекуле непердельного вещества.

При определении кротилового спирта расчет проводят по формуле 13:

$$x=(aF-bF_1)0,36/g \quad (13)$$

2. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## **Лабораторная работа № 8**

### **Фотоколориметрический метод анализа растворов, содержащих один или смесь двух красителей**

При определении содержания красящего вещества в технологических растворах широко используют физические методы, к которым относится колориметрический метод. Им пользуются для исследования растворов красителей, подчиняющихся закону Бугера-Ламберта-Бера.

**Цель работы:** получение и закрепление практических навыков определения концентрации красителей в растворах, содержащих один или смесь двух красителей.

**Используемые реактивы и оборудование:** фотоколориметр, мерные колбы на 100 мл или 250 мл, растворы исследуемых красителей.

### **Методика проведения эксперимента**

*1. Фотоколориметрический метод анализа растворов, содержащих один краситель*

Принцип действия фотоэлектрических колориметров основан на способности фотоэлемента превращать световую энергию в энергию электрическую. Изменение величины светового потока, прошедшего через кювету с окрашенным веществом, контролируется по изменению электрической энергии.

Метод количественного определения в растворе строится из построения концентрационной кривой и колориметрирования испытуемого раствора красителя. Для построения концентрационной кривой следует брать краситель с известным содержанием красящего вещества.

Навеску красителя с известным содержанием красящего вещества массой 10-20 мг (взвешивать на аналитических весах) растворить в дистиллированной воде в мерной колбе емкостью 250 мл. Из этого раствора путем разбавления водой приготовить серию растворов с уменьшающейся концентрацией, например, содержащих в 100 мл 90, 80, 70, 60, 50, 40, 30, 20, 10 мл исходного раствора.

Приготовленные растворы исследовать на фотоэлектроколориметре в соответствии с инструкцией, разработанной для данного прибора.

Показания прибора откладывают на оси ординат, а по оси абсцисс откладывают соответствующую концентрацию растворов красителя в мг/л. Соединив все точки, характеризующие ряд растворов, получают кривую, называемую *концентрационной кривой*.

При исследовании раствора красителя находят показания прибора также в тех же условиях, в которых была получена концентрационная кривая для данного красителя. В соответствии с кривой по показанию прибора находят концентрацию красителя в испытуемом растворе (мг/л).

## 2 Метод анализа растворов, содержащих смесь двух красителей

Одновременное определение концентрации двух веществ при их совместном присутствии основано на различии спектров поглощения определяемых веществ. Экспериментально подбирают такие светофильтры, один из которых пропускает лучи, поглощаемые в основном только одним из определяемых веществ, а другой светофильтр пропускает лучи, поглощаемые главным образом вторым компонентом.

Если в растворе имеются два окрашенных вещества А и В, не взаимодействующих друг с другом химически, суммарное поглощение света аддитивно складывается из поглощения света отдельными компонентами.

При исследовании бинарных систем *колориметрическим* методом предварительно устанавливают номер фильтров, при которых исследуемые красители А и В показывают максимальную плотность. Затем, используя эти фильтры, определяют оптическую плотность растворов индивидуальных красителей ( $A_1, A_2, B_1, B_2$ ), а также плотность смеси растворов ( $D_1, D_2$ ). Имея эти данные, проводят расчёт содержания красителя А ( $x$ ) и В ( $y$ ) в мг/л в неизвестной смеси по формулам 14 и 15:

$$x = \frac{D_1 B_2 - D_2 B_1}{k} m \quad (14)$$

$$y = \frac{-D_1 A_2 + D_2 A_1}{k} n \quad (15)$$

где  $k = A_1 B_2 - A_2 B_1$ ;

$A_1, A_2$  - оптическая плотность стандартного раствора красителя А при  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  соответственно;

$B_1, B_2$  - оптическая плотность раствора В при  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  соответственно;  $m$  и  $n$  - концентрации стандартных (известных) растворов А и В соответственно, мг/л;

$D_1, D_2$  - оптическая плотность неизвестной смеси при  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  соответственно;

$x, y$  - искомые концентрации компонентов А и В.

Найденные величины  $x$  и  $y$  умножают на число, указывающее, во сколько раз был разбавлен исследуемый раствор, и получают содержание искомых красителей А и В в исходном растворе.



### *Задание на лабораторную работу:*

1. Получить у преподавателя растворы индивидуальных или смеси двух красителей известной и неизвестной концентрации.
2. Путём разбавления приготовить серии растворов с уменьшающейся концентрацией.
3. В соответствии с инструкцией подготовить к работе фотокориметр и исследовать приготовленные растворы.
4. Построить концентрационные кривые по полученным показаниям прибора.
5. Найти концентрации красителей в испытуемых растворах.
6. При исследовании смеси красителей подобрать номера фильтров, при которых исследуемые красители показывают максимальную плотность.

### ***Обработка результатов эксперимента***

1. Рассчитать концентрации красителей в растворах.
2. Построить графики зависимости оптической плотности от концентрации растворов красителей.
3. Сделать вывод о результатах эксперимента.

## **Лабораторная работа №9**

### **Определение типа ПАВ. Определение концентрации ПАВ рефрактометрическим способом**

Поверхностно-активные вещества (ПАВ) – это вещества, адсорбирующиеся на поверхности раздела двух фаз (тел) и образующие на ней слой повышенной концентрации (адсорбционный слой). При соответствующих условиях поверхностно-активным может быть любое вещество, являющееся компонентом жидкого раствора или газа (пара), поскольку оно способно под действием межмолекулярных сил сгущаться на тех или иных межфазных поверхностях.

Каждая молекула типичных ПАВ имеет олеофильную, или липофильную, часть (один или несколько углеводородных радикалов) и гидрофобную часть (одну или несколько полярных групп). Поверхностная активность ПАВ, растворенных в углеводородных жидкостях, обусловлена гидрофильными группами, для ПАВ, растворенных в воде – олеофильными (гидрофобными) радикалами.

По типу гидрофильных групп ПАВ делят на ионные, или ионогенные, и неионные, или неионогенные.

Ионогенные ПАВ диссоциируют в растворе на ионы, одни из которых обладают адсорбционной активностью, другие (противоионы) - адсорбционно не активны. Если адсорбционно активны анионы, то ПАВ называют анионными, или анионоактивными, если активны катионы, то катионными, или катионоактивными.

Некоторые ПАВ содержат как кислотные, так и основные группы; такие ПАВ обладают амфотерными свойствами и в зависимости от рН среды проявляют себя как анионоактивные или как катионоактивные. Их называют амфотерными, или амфолитными, ПАВ.

Неионогенные ПАВ не диссоциируют при растворении на ионы. Носителями гидрофильности в них обычно являются гидроксильные группы и полигликолевые (полиоксиэтиленовые, или полиэтиленоксидные) цепи различной длины.

**Цель работы:** ознакомление с методом качественного определения типа ПАВ и количественного анализа концентрации неионогенных ПАВ рефрактометрическим способом.

*1. Определение типа ПАВ с применением метиленового голубого*

**Используемое оборудование:** пробирки вместимостью 25 мл, резиновые пробки, пипетка на 5 мл.

#### **Методика проведения эксперимента**

В пробирку вместимостью 25 мл, закрывающуюся резиновой пробкой, налить 8 мл раствора индикатора (метиленового голубого) и 5 мл хлороформа. Затем добавить по каплям 0,05% раствор известного анионоактивного вещества и после каждой прибавляемой порции раствора пробирку энергично встряхивать. Пробирку оставить стоять до разделения раствора на два слоя.

Голубая окраска, сначала сосредоточенная в верхнем водном слое, по мере прибавления анионоактивного вещества постепенно переходит в слой хлороформа. При этом раствор анионоактивного вещества продолжать прибавлять до тех пор, пока окраска водного и хлороформного слоев будет одинаковой, голубой.

Затем добавить 2 мл 0,1% раствора испытуемого вещества, пробирку энергично встряхнуть и оставить в покое до разделения её содержимого на два слоя. Если синяя окраска хлороформного слоя становится интенсивнее, а водный слой остаётся почти бесцветным, то испытуемое вещество - анионоактивное, если испытуемое вещество -

катионоактивное, то наблюдается обратное явление. В случае неизменности окраски двух слоев прибавляемое испытуемое вещество является неионогенным. Наличие в испытуемом растворе кальцинированной соды, триполифосфата натрия и карбоксиметилцеллюлозы не мешает проведению анализа.

## *2.Рефрактометрическое определение ПАВ в водных растворах.*

**Используемое оборудование:** мерные колбы на 25 мл, пипетки, рефрактометр.

Метод основан на определении показателя преломления водных растворов неионогенных ПАВ неизвестной концентрации и нахождения содержания ПАВ в растворе по предварительно построенному градуировочному (калибровочному) графику.

### ***Методика проведения эксперимента***

Перед началом работы правильность показаний рефрактометра следует проверить по дистиллированной воде (для воды  $n_D^{20} = 1,3330$ ).

Приготовить раствор ПАВ известной концентрации: навеску ПАВ, взятую с точностью до 4-й значащей цифры (около 5 г) поместить в мерную колбу на 25 мл и довести водой до метки. Из полученного раствора путём разбавления приготовить растворы ПАВ меньшей концентрации. Для этого в мерные колбы на 25 мл последовательно отобрать 5 мл, 7,5 мл и 10 мл раствора и довести до метки водой.

Для полученных растворов определить показатель преломления с точностью до 4-й значащей цифры. По полученным данным построить градуировочный (калибровочный) график, откладывая на оси абсцисс - соответствующие концентрации растворов в г/л, а на оси ординат - показатели преломления этих растворов.

Измерить показатель преломления контрольного раствора и по графику определить концентрацию ПАВ в этом растворе.

Можно определить коэффициент пропорциональности  $K$  (определяется для каждой партии ПАВ) как тангенс угла наклона прямой, полученной на калибровочном графике. Концентрацию ПАВ ( $x$ , г/л) в этом случае определяют по формуле 16:

$$x = (n_x - 1,333)/K \quad (16)$$

*Задание на лабораторную работу:*

1. Проверить изменение окраски индикатора в растворах известных ПАВ различных типов (катионоактивного, анионоактивного, неионогенного).

2. Получить у преподавателя раствор ПАВ неизвестного строения и с помощью индикаторов определить, к какому типу оно относится.

3. Приготовить растворы ПАВ (по заданию преподавателя) определенной концентрации. Определить показатели преломления.

4. Получить раствор ПАВ неизвестной концентрации, измерить его показатель преломления и определить концентрацию ПАВ.

#### ***Обработка результатов эксперимента***

1. Построить калибровочный график.

2. Показать на графике определение концентрации ПАВ.

3. Сделать вывод о результатах эксперимента.

### **Лабораторная работа №10**

#### **Перегонка смеси этилового спирта с водой с добавлением разделяющего агента**

В промышленности основного органического синтеза иногда приходится разделять смеси компонентов, имеющих малую относительную летучесть (с близкими температурами кипения) или перегоняющихся при определенном соотношении компонентов без изменения состава (азеотропные смеси). Большинство известных азеотропных смесей перегоняются при более низкой температуре, чем любой из образующих ее компонентов.

Для эффективного разделения таких смесей используется перегонка с добавлением разделяющего агента. Роль этого разделяющего агента заключается в увеличении относительной летучести разделяемых компонентов. В зависимости от применяемого разделяющего агента различают экстрактивную, азеотропную и солевую перегонку (ректификацию).

При экстрактивной перегонке (ректификации) применяемый растворитель должен быть менее летуч, чем разделяемые компоненты. Он подается в верхнюю часть установки и удаляется с остатком. Примером может служить разделение бутана и бутиленов с помощью водного ацетона или фурфурола.

При разделении азеотропной смеси разделяющий агент должен давать с одним из компонентов азеотроп, кипящий ниже исходной азеотропной смеси, или же образовывать тройной азеотроп. Желательно подобрать такой растворитель, который давал бы азеотроп с компонентом смеси, находящемся в меньшем количестве. При этом отделение азеотропа происходит более легко и требует меньшей затраты тепла.

Разделяющий агент должен легко отделяться от отгоняемого вместе с ним вещества. Очень удобно, когда он отличается от последнего по растворимости, что дает возможность применить метод экстракции. Еще лучше, если отгоняемый азеотроп расслаивается при конденсации. В последнем случае нет необходимости добавлять растворитель к разделяемой смеси в количестве, необходимом для полной отгонки одного из компонентов в виде азеотропа, так как из дистиллята слой, содержащий растворитель, может быть направлен назад в установку. Разделение большого количества смеси может быть осуществлено с малым количеством разделяющего агента. Поэтому азеотропная перегонка (ректификация) применяется при выделении из смеси компонента, находящегося в небольшом количестве.

Метод солевой ректификации применим в тех случаях, когда, по крайней мере, одно из разделяемых веществ обладает растворяющей способностью по отношению к некоторым солям. Заключается он в том, что в флегму, поступающую на орошение установки вводится соль. В присутствии соли в паровой фазе снижается содержание того компонента, в котором соль растворяется легче. Если этот компонент является менее летучим, то относительная летучесть разделяемых компонентов возрастает, что облегчает разделение смеси. Например, при расходе хлористого кальция 1 – 1,5 % от массы разделяемой смеси из этилового спирта-ректификата может быть получен абсолютный спирт.

**Цель работы:** ознакомление с азеотропной перегонкой смеси этиловый спирт-вода с применением в качестве разделяющего агента бензола.

**Используемые реактивы и оборудование:** этиловый спирт-ректификат; бензол; установка для азеотропной перегонки; приемники на 50 мл (2 шт.).

### **Методика проведения эксперимента**

Азеотроп этилового спирта с водой содержит воды 4,4 % по массе и перегоняется (без изменения состава) при температуре 78,15 °С.

При перегонке смеси спирта-ректификата с бензолом сначала отгоняется тройной азеотроп (температура кипения 64,86 °С), содержащий 74,1 % бензола, 18,5 % спирта и 7,4 % воды. Если количество добавленного бензола несколько больше, чем необходимо для отгонки с ним всей содержащейся в спирте воды, то после этого отгоняется двойной азеотроп (температура кипения 68,4 °С), содержащий 67,6 % бензола и 32,4 % спирта, после чего при 78,3 °С будет перегоняться абсолютный спирт.

Тройной азеотроп расслаивается. Верхний слой составляет примерно 83 % от массы азеотропа и имеет приблизительно следующий состав: 1 % воды, 87 % бензола, 12 % спирта. Нижний слой содержит (также приблизительно) 40 % воды, 12 % бензола и 48 % спирта. Если при перегонке верхний слой, содержащий основное количество бензола, возвращать в виде флегмы в установку, то количество бензола, необходимое для удаления всей воды из спирта, может быть небольшим.

В зависимости от конструкции установки, для работы берут от 50 до 100 г этилового спирта-ректификата. Определив концентрацию спирта спиртометром, рассчитывают минимально необходимое количество бензола. При этом надо иметь в виду, что при использовании установки для азеотропной перегонки при отгонке первой фракции выводится лишь нижний слой тройного азеотропа, а при использовании обычной установки – весь тройной азеотроп. Практически количество применяемого бензола в 1,5 – 2 раза больше рассчитанного. Приготовив смесь спирта с бензолом, загружают ее в перегонную колбу, бросают кипелки и присоединяют перегонную колбу к установке.

Производят перегонку и записывают ее результаты в таблицу 2.

Таблица 2 - Результаты эксперимента по азеотропной перегонке

№ фракции	Давление, мм рт.ст.	Температурный интервал, град	Масса пустого приемника, г	Масса приемника с фракцией, г	Масса вещества, г	Примечание
-----------	---------------------	------------------------------	----------------------------	-------------------------------	-------------------	------------

Сначала при температуре 70 °С отгоняется вся вода и основное количество избытка бензола. Затем в тот же приемник отбирают промежуточную фракцию, отгоняющуюся при 70 – 78 °С, после чего приемную колбу заменяют и перегоняют абсолютный этиловый спирт.

Приемник для абсолютного спирта присоединяют к установке на пробке. С атмосферой установка должна сообщаться через хлор-кальциевую трубку или склянку Алифанова, заполненную концентрированной серной кислотой.

### ***Обработка результатов эксперимента***

1. По окончании перегонки определить массу фракций и остатка в перегонной колбе. В абсолютном спирте определить содержание воды.

2. Затем составить материальный баланс перегонки. Рассчитать выход абсолютного спирта в % от взятого и от расчетного количества.

3. Полученный абсолютный спирт сдать лаборанту, а жидкость из первого приемника слить в склянку для остатков органических жидкостей.

4. Сделать вывод о результатах эксперимента.

### **Контрольные вопросы к лабораторным работам**

1. Парафины и нафтены. Технические свойства и применение.
2. Олефины. Технические свойства и применение.
3. Ароматические углеводороды. Технические свойства и применение.
4. Ацетилен. Технические свойства и применение. Производство ацетилена из карбида кальция. Получение ацетилена из углеводородов.
5. Оксид углерода и синтез-газ. Технические свойства и применение.
6. Хлорирование парафинов и их галогенпроизводных. Химия и теоретические основы процесса.
7. Галогенирование ненасыщенных соединений. Хлорирование олефинов с замещением водорода хлором. Присоединение галогенов по ненасыщенной связи.

8. Хлорирование ароматических соединений. Электрофильное хлорирование в ароматическое ядро. Радикально-цепные реакции хлорирования ароматических соединений.
9. Хлорирование различных органических соединений. Хлорирование спиртов, альдегидов и кетонов.
10. Процессы фторирования. Фторирование молекулярным фтором и высшими фторидами металлов. Фторирование фтористым водородом и его солями.
11. Гидролиз и щелочное дегидрохлорирование хлорпроизводных. Химия и теоретические основы.
12. Процессы этерификации и амидирования. Гидролиз и дегидратация производных кислот.
13. Получение эфиров серной кислоты и сернокислотная гидратация олефинов.
14. Прямая гидратация ненасыщенных соединений и процессы дегидратации.
15. Алкилирование по атому углерода. Химия и теоретические основы алкилирования ароматических соединений в ядро.
16. Алкилирование по атомам кислорода и серы.
17. Синтез аминов реакциями N-алкилирования.
18. Процессы  $\beta$ -оксиалкилирования и другие синтезы на основе  $\alpha$ -оксидов.
19. Процессы винилирования и родственные им реакции ацетилену.
20. Алкилирование по атомам других элементов.
21. Сульфирование ароматических соединений. Химия и теоретические основы процесса.
22. Сульфирование парафинов. Получение моющих веществ типа алкилсульфонатов. Сульфохлорирование. Сульфоокисление.
23. Процессы нитрования и нитрозирования. Нитрование ароматических и ненасыщенных соединений. Нитрование парафинов. Нитрозирование.
24. Общие основы процессов окисления молекулярным кислородом. Механизм гомогенного окисления. Основы технологии процессов окисления молекулярным кислородом.
25. Окисление парафинов и циклических насыщенных соединений.



26. Окисление олефинов и других ненасыщенных соединений. Окисление по насыщенному атому углерода. Окисление олефинов по ненасыщенному атому углерода.
27. Окисление ароматических соединений. Окисление алкилбензолов в гидропероксиды и окислительные методы синтеза фенола, ацетона, стирола и их гомологов. Жидкофазное окисление боковых цепей ароматических соединений в карбоновые кислоты. Парофазное окисление ароматических соединений в ангидриды кислот.
28. Окисление по функциональным группам органических соединений. Окисление спиртов и аминов. Окисление альдегидов. Производство карбоновых кислот и уксусного ангидрида.
29. Окислительный аммонолиз углеводородов. Производство синильной кислоты. Производство акрилонитрила и других нитрилов.
30. Химия и технология процессов дегидрирования. Дегидрирование и окислительное дегидрирование спиртов и аминов. Получение формальдегида. Дегидрирование алкилароматических соединений. Производство стирола и его гомологов. Дегидрирование парафинов.
31. Химия и технология процессов гидрирования: углеводородов, кислородсодержащих соединений, азотистых соединений. Технологии жидкофазного и газофазного гидрирования.
32. Конденсация альдегидов и кетонов с ароматическими соединениями. Синтез ацеталей и реакция Принса. Конденсация альдегидов и кетонов с азотистыми основаниями. Реакция типа альдольной конденсации. Реакции карбонильных соединений с ацетиленом (алкинольный синтез).
33. Получение и применение красителей различных классов.
34. Методы анализа органических соединений.
35. Хлораторы, сульфураторы, нитраторы.
36. Аппаратурное оформление процессов восстановления нитросоединений и щелочного плавления.
37. Аппаратурное оформление процессов диазотирования, азосочетания и нитрозирования.
38. Аппаратурное оформление перегонки и ректификации, абсорбции, жидкостной экстракции, экстракции из твердых тел, адсорбции, процессов ионного обмена, сушки.

## Список рекомендованной литературы

### *Основная литература*

1. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза. М.: Химия, 1988.
2. Потехин В.М., Потехин В.В. Основы теории химических процессов технологии органических веществ и нефтепереработки// Учебник для ВУЗов. СПб.: Химиздат. 2005. 911 с, 2-е издание 2007. 944 с.
3. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. М.: Химия, 1973. 750 с.
4. Плановский А.Н., Николаев П.И. Процессы и аппараты химических и нефтехимических производств. М.: Химия, 1988 . 496 с.
5. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологии: В 2 кн. М.: Химия, 1995.
6. Павлов К.Ф., Романков П.Г., Носков А.А. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. Л.: Химия, 1981. 560 с.
7. Бородкин В.Ф. Химия красителей.– М.: Химия, 1981.- 248 с.
8. Лаптев Н.Г., Богословский Б.М. Химия красителей.– М.: Химия , 1970.– 423 с.
9. Кудрявцева Т.Н. Химия красителей и текстильных вспомогательных веществ: Учебное пособие /Курск. гос. техн. ун-т. Курск, 2000.-72 с

### *Дополнительная литература*

1. Коган В.В. Теоретические основы типовых процессов химической технологии. Л.: Химия, 1977. 592 с.
2. Массообменные процессы химической технологии (Системы с твердой фазой)/ Под ред. П.Г.Романкова. Л.: Химия, 1975.
3. Степанов Б.И. Введение в химию и технологию органических красителей: Учебн. для вузов. – 3-е изд., перераб. и доп.– М.: Химия 1984.– 592 с.
4. Мельников Б.Н., Виноградова Г.И. Применение красителей: Учебн. для вузов.– М.: Химия, 1986.– 240 с.
5. Ягодин Г.А., Каган С.З., Тарасов В.В. и др. Основы жидкостной экстракции. М.: Химия, 1981. 400 с.
6. Аксельруд Г.А., Молчанов А.Д. Растворение твердых веществ. М.: Химия, 1977. 272 с.

7. Кельцев Н.В. Основы адсорбционной техники. М.: Химия, 1976. 512 с.
8. Сеневин М.М. Ионный обмен в технологии и анализе неорганических веществ. М.: Химия, 1980. 272 с.
9. Лыков М.В. Сушка в химической промышленности. М.: Химия, 1970. 432 с.
10. Гельперин Н.И., Носов Г.А. Основы техники кристаллизации расплавов. М.: Химия, 1975. 352 с.