

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 16.02.2026 11:58:49
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)
Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.А. Локтионова
« 9 » 02 2026 г.



ТЕХНОЛОГИЯ ОСНОВНОГО ОРГАНИЧЕСКОГО И НЕФТЕХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

Методические указания по подготовке к лабораторным занятиям и
выполнению самостоятельной работы для обучающихся,
осваивающих ОПОП ВО – программы магистратуры, реализуемые
по модели «перевернутого обучения»

УДК 547 (075.8)

Составитель Р.В. Лавров

Рецензент

К.х.н, доцент Пожидаева С.В.

Технология основного органического и нефтехимического синтеза: к лабораторным занятиям и выполнению самостоятельной работы для обучающихся, осваивающих ОПОП ВО – программы магистратуры, реализуемые по модели «перевернутого обучения» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Р.В. Лавров. – Курск, 2026. – 45 с.:– Библиогр.: с. 42.

Методические указания содержат сведения для систематизации материала, полученного при выполнении лабораторных работ, рекомендации к применению изученных в курсе «Технология основного органического и нефтехимического синтеза» теоретических основ и практических навыков, а также вопросы для самостоятельной подготовки

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 9.02.26 . Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 2,2 Уч.-изд.л.2,81 Тираж 35 экз. Заказ ~~88~~ Бесплатно

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Лабораторная работа № 1

Правила техники безопасности при работе в лаборатории органического синтеза

1. Общие правила работы в лаборатории органического синтеза.

1) Во время работы в химической лаборатории соблюдайте тишину, порядок, чистоту, рационально организуйте свою деятельность, выполняйте все точно, аккуратно, быстро, но без спешки.

2) Не приступайте к работе без разрешения преподавателя или лаборанта.

3) Запрещается находиться в лаборатории одному.

4) Каждый учащийся должен работать на закрепленном за ним месте.

5) Содержите рабочий стол в чистоте и не загромождайте его.

6) Экономьте газ, воду, электричество, реактивы.

7) Во время работы надевайте халат; имейте в лаборатории мыло, полотенце.

8) Запрещается курить и принимать пищу в лаборатории.

9) При возникновении пожара, немедленно выключите газ и электричество во всей лаборатории, уберите из помещения все горючие вещества, засыпьте песком и прикройте одеялом очаг пожара и сообщите дежурному пожарной охраны о случившемся. Усвойте и соблюдайте правила пожарной безопасности.

10) Уходя из лаборатории, проверьте, выключены ли газ, вода и электричество.

11) Аккуратно и осторожно обращайтесь с химической посудой, реактивами и приборами. Во избежание несчастных случаев вследствие возможных выбросов реакционной смеси не заглядывайте в пробирку или колбу сверху.

12) Не работайте с грязной посудой, не оставляйте ее невытой.

13) Не пускайте ни одного прибора без предварительной проверки. Не оставляйте действующий прибор без присмотра.

14) Не выносите из лаборатории приборы, посуду и реактивы.

15) Не путайте пробки от склянок, содержащих разные реактивы, во избежание загрязнения последних.

- 16) Работу с ядовитыми веществами проводите в вытяжном шкафу.
- 17) Соблюдайте меры предосторожности при работе с взрывоопасными и легковоспламеняющимися веществами.
- 18) Не выливайте в раковины остатки кислот, щелочей, огнеопасных жидкостей и т.д. Сливайте эти вещества в специальные склянки, помещенные в вытяжном шкафу. Не бросайте в раковину бумагу, песок, другие твердые вещества.
- 19) Растворы, содержащие концентрированные кислоты и щелочи, перед тем, как выливать в склянки, нейтрализуйте. Остро пахнущие и ядовитые вещества должны быть обезврежены химической обработкой или сожжены в специально отведенном месте вне пределов лаборатории, желательно на воздухе.
- 20) Работайте с кислотами и щелочами только на столах со специальным покрытием.
- 21) Не оставляйте никаких веществ в посуде без этикеток.
- 22) При взвешивании сухих реактивов, не высыпайте их прямо на чашку весов.

2. Меры предосторожности при работе в лаборатории

1.) Работа с ядовитыми веществами:
 - Все работы с ядовитыми и горючими газами и парами следует проводить в вытяжном шкафу.
 - Не закрывать плотно дверцы вытяжного шкафа и оставлять их на указанном преподавателем уровне.
 - Не влезать в вытяжной шкаф с головой.
 - Не разбирать прибор, пока из него под тягой не будет вытеснен водой или воздухом ядовитый газ и пары.
 - Работая с хлором, бромом и другими ядовитыми веществами иметь наготове противогаз.
2.) Измельчение едких щелочей, натронной извести, йода, хромпика, солей анилина проводить в вытяжном шкафу и надевать защитные очки.
3.) При обращении с концентрированными кислотами, олеумом и аммиаком следует соблюдать особые меры предосторожности:
4.) разливать указанные жидкости только через воронку и под тягой;

5.) при разбавлении концентрированной серной кислоты вливать кислоту порциями в воду и слегка перемешивать;
6.) не разбавлять олеум водой;
7.) при растворении концентрированной серной кислоты в воде, при изготовлении хромовой смеси, при смешивании концентрированной серной и азотной кислот можно пользоваться тонкостенной химической посудой.
8.) Не вливать горячих жидкостей в толстостенную посуду и приборы.
9.) Работать с бромом следует в вытяжном шкафу, при этом необходимо:
 - остерегаться вдыхать его пары, беречь глаза, руки;
 - при налипании брома тщательно снимать каплю с края горлышка склянки о край сосуда;
 - при переливании больших количеств брома, надевать резиновые перчатки.
10.) При работе с металлическим натрием необходимо соблюдать особую осторожность:
 - для защиты лица и головы следует применять очки и экран из органического стекла;
 - хранить натрий нужно под слоем керосина в банке, закрытой корковой пробкой;
 - резать натрий нужно на только сухой бумаге;
 - не бросать обрезки натрия в раковину и не оставлять их на столе открытыми, а сразу же собирать в банку с керосином;
 - брать натрий только пинцетом или щипцами.

3. Работа с легковоспламеняющимися веществами:

В препаративной органической химии часто приходится пользоваться огнеопасными растворителями, такими как спирты, бензол, ацетон и т.д. Работать с этими веществами нужно особенно осторожно, т.к. их пары могут воспламениться.

1.) Не держать эти растворители вблизи открытого огня, в теплом месте или вблизи нагревательных приборов.
2.) Не нагревать их на открытом огне, на сетке, вблизи огня или открытых сосудах, а только на водяной бане с обратным водяным холодильником.

3.) Не хранить в тонкостенной посуде с плотно закрытой пробкой.
4.) Не выливать в раковину.
5.) Не держать больших количеств на рабочем месте.
6.) Перегонять только на водяной бане с водяным холодильником на специальном лабораторном столе. При работе с эфиром нагревание водяной бани должно быть произведено вдали от места перегонки.
7.) Не перегонять долго хранившийся эфир без предварительной проверки на присутствие перекисей.
8.) Если в лаборатории по какой-либо причине оказалось пролито значительное количество легковоспламеняющейся жидкости, то необходимо погасить все горелки и выключить электронагревательные приборы, открыть окна и собрать пролитую жидкость тряпкой или полотенцем.

4. Работа со стеклом.

1.) При разламывании надрезанных напильником стеклянных трубок или палочек стараться как бы разорвать ее, чтобы не порезать руки краями стекла.
2.) Вставляя стеклянную трубку, холодильник, капельную воронку, термометр в пробку, нужно держать их рукой как можно ближе к вставляемому концу и не вдавливать в пробку, а слегка ввинчивать. В случае применения резиновых пробок следует смазать их глицерином, а затем избыток глицерина снять.
3.) Не нагревать толстостенную посуду.

5. Первая помощь при несчастных случаях.

1.) При легких термических ожогах кожу следует обмыть спиртом, а затем смазать глицерином или вазелином. При более сильных ожогах обожженное место после обмывания концентрированным раствором перманганата калия и спиртом необходимо смазать мазью от ожогов (например, сульфединовой эмульсией).
2.) При ожогах бромом тщательно обмыть пораженное место бензолом или спиртом, а затем 10% раствором тиосульфата натрия. После вдыхания паров брома следует понюхать разбавленный раствор аммиака и выйти на свежий воздух.

3.) При ожогах жидким фенолом необходимо растереть побелевший участок глицерином до тех пор, пока не установится нормальный цвет кожи, затем промыть пораженный участок водой и наложить компресс из ваты и марли, смоченной глицерином.
4.) При ожогах крепкими кислотами следует немедленно обмыть обожженное место большим количеством воды, а затем 3%-ным раствором соды или нашатырного спирта.
5.) При ожогах крепкими щелочами кожу надо промыть водой, а затем нейтрализовать 1%-ным раствором борной кислоты. Аммиак почти не действует на кожу, однако при попадании в глаза может вызвать сильные повреждения и даже слепоту.
6.) При попадании реактивов внутрь нужно выпить побольше воды, а также: а) при отравлении кислотами: стакан 2%-ного карбоната натрия; б) при отравлении щелочами: стакан 2%-ной уксусной или лимонной кислоты.
7.) При отравлении необходимо вывести пострадавшего на свежий воздух, сделать искусственное дыхание и вызвать врача.
8.) При неосторожном изгибании трубок, вставлении трубки или термометра в отверстие колбы, возможны порезы и ранения. При порезах, в первую очередь необходимо удалить из раны осколки, края раны дезинфицировать 3%-ным спиртовым раствором йода, а затем наложить стерильную повязку. При сильных кровотечениях следует наложить выше раны жгут, вызвать врача и направить пострадавшего в поликлинику.

6. Тушение местных загораний и горячей одежды.

1.) В случае воспламенения горючей жидкости следует погасить все горелки, прикрыть пламя асбестовым полотенцем или засыпать его песком, или воспользоваться огнетушителем с углекислым газом.
2.) Растворимые в воде огнеопасные вещества, такие как спирт, ацетон и другие, можно тушить водой.
3.) Если горит малорастворимое в воде вещество (эфир, бензол, скипидар, бензин), то нельзя применять для тушения воду, т.к. пожар может даже усилиться. Пламя тушат с помощью песка или огнетушителя.

4) В случае воспламенений одежды не следует бежать; надо набросить на пострадавшего халат, пиджак, брезент, шерстяное или войлочное одеяло, которое должно всегда лежать на видном и доступном месте.

7. Сборка приборов

Прежде чем налить жидкость в колбу или наполнить ее каким-либо другим веществом, нужно собрать прибор, и только убедившись в правильности его сборки, приступать к выполнению синтеза. Соединять отдельные части прибора надо осторожно во избежание поломки. Подгонку пробок и других ^ соединений следует производить до закрепления прибора в штативе.

После того как собраны основные части прибора, его укрепляют в штативах. Чтобы избежать поломок в собранном приборе, необходимо всегда обращать внимание на наличие прокладок на зажимах и захватах лапок. Крепить приборы следует не за середину горла, а около пробки. Аппаратуру больших размеров нельзя закреплять слишком жестко. Мешалки, дефлегматоры необходимо закреплять в строгом вертикальном положении. После окончания сборки прибора следует тщательно осмотреть аппаратуру и убедиться в правильности сборки.

8. Мытье и сушка приборов

Химическая посуда должна быть чистой, так как грязь может резко изменить ход синтеза. Необходимость твердо устроить: грязную посуду следует мыть сразу же по окончании . Посуда считается чистой, если на ее стенках не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную пленку. Удалить загрязнения со стенок сосудов можно различными методами: механическими, физическими, химическими и т.п.

Если химическая посуда не загрязнена смолами, жирами и другими не растворяющимися в воде в веществами, то ее можно мыть теплой водой, применяя щетки и ерши. Для удаления жировых загрязнений лучше мыть посуду струей водяного пара, но этот способ очень длителен и применяется довольно редко.

Задания:

1. Почему эфиросодержащие смеси нельзя прегонять досуха?

2. Найдите в лаборатории склянку для утилизации отходов, склянки растворов аптечку, средства пожаротушения, электрический щиток, краны для перекрытия холодной-горячей воды, управление воздушной тягой вытяжного шкафа.

3. Перечислите меры оказания первой помощи при обмороке, сердечном приступе, отравлении газами, порезах.

4. Поясните порядок включения-выключения электроприборов.

5. Соберите установки для: фильтрования, горячего фильтрования, фильтрования под вакуумом, перегонки.

6. Поясните правила работ со стеклянной трубкой, изготовления газоотводной трубки и капилляра.

Лабораторная работа №2.

Синтез уксусноизоамилового эфира

Цель занятия: освоение методики проведения лабораторного синтеза уксусноизоамилового эфира

Исходные материалы: Уксусная кислота - 6мл, изоамиловый спирт - 10мл, серная кислота (конц.)

Оборудование. Колба круглодонная на 25 мл, обратный холодильник, ловушка для воды, делительная воронка, колба коническая на 25 мл, установка для перегонки при атмосферном давлении.

Ход работы.

Собирают установку для получения эфиров (рис.).



Рис. Установка для получения эфиров

В круглодонную колбу помещают смесь уксусной кислоты и изо амилового спирта, прибавляют 2-3 капли концентрированной серной кислоты, тщательно перемешивают.

В колбу бросают "кипелку" для равномерного кипения. Смесь кипятят на электроплитке.

Примерно через час после закипания реакционной смеси в ловушке собирается вода в количестве, почти равном рассчитанному количеству, что свидетельствует об окончании реакции.

Содержимое колбы охлаждают, реакционную массу и конденсат из ловушки сливают в делительную воронку, промывают водой, раствором соды и снова водой.

Полученный сложный эфир (верхний слой) отделяют в делительной воронке и сушат сульфатом натрия.

Затем продукт перегоняют с дефлегматором.

Основная масса отгоняется при температуре 138-142 °С, Подобным образом можно получить уксуснобутиловый и уксусно изобутиловый эфиры.

Ожидаемый выход: 5,5-6 г

В таблице приведены характеристики ряда сложных эфиров уксусной кислоты.

Таблица.

Характеристики ряда сложных эфиров уксусной кислоты

Алкилацетаты	Мол. масса	Т. кип.	Плотность г/см ³	n _d ²⁰
Метилацетат	74	57	0.9317	1,3617
Этилацетат	88	77	0.90 0S	1,3723
Пропилацетат	102	102	0,BS65	1.3843
Изопропилацетат	102	89	0,871S	1.3775
Бутилацетат	116	126	0,SS13	L394S
Изобутилацетат	116	117	0,8723	1,3901

втор-Бутилацетат	116	112	0,87 IS	1,3890
Амилацетат	130	149	0,8749	1,4025
Изоамилацетат	130	142	0,8735	1,4008
Циклогексилацетат	142	173	0.96 öS	1.4417

Задания:

1. Как влияет количество катализатора на скорость реакции?
2. Объясните смысл промывки получаемого сырого эфира.
3. Составьте материальный баланс получения эфира.
4. Составьте энергетический баланс получения эфира.

Лабораторная работа №3.

Получение β-пентаацетилглюкозы.

Цель занятия: освоение методики проведения лабораторного синтеза β-пентаацетилглюкозы

Исходные материалы: α-D-глюкоза (безводная) — 5 г; уксусный ангидрид — 32,4 г (30 мл); ацетат натрия (безводный) — 2,5 г; этиловый спирт — 50 мл; лед.

Оборудование: фарфоровая ступка; колба круглодонная объемом 100 мл; холодильник водяной; хлоркальциевая трубка; стакан объемом 300 мл; баня водяная.

Ход работы.

В фарфоровой ступке растирают 5 г безводной глюкозы и 2,5 г безводного ацетата натрия. Эту смесь загружают в круглодонную колбу, туда же приливают 30 мл уксусного ангидрида. Содержимое тщательно перемешивают, закрывают пробкой с обратным холодильником, верхний конец которого закрыт хлоркальциевой трубкой, и нагревают на кипящей водяной бане в течение 2 ч.

После окончания реакции (смесь должна быть прозрачной) содержимое колбы выливают в стакан с 200 мл воды со льдом. Выпавший осадок пентаацетилглюкозы растирают в стакане стеклянной палочкой под водой, избыток уксусного ангидрида при этом гидролизуется.

Через 1 ч продукт реакции отфильтровывают на воронке Бюхнера, хорошо отжимают, промывают водой и сырой, перекристаллизовывают из 50 мл этилового спирта.

Выход 7,5 г (69 % от теоретического).

β -Пентаацетилглюкоза (пентаацетил- β -D-глюкопираноза) — бесцветное кристаллическое вещество. Ограниченно растворяется в воде (0,09 г в 100 мл при 18 °C), этиловом спирте (0,82 г в 100 мл при 19 °C), диэтиловом эфире (2,1 г в 100 мл при 15 °C). Т. пл. 131 °C.

Задания:

1. Приведите уравнения реакций с уксусным ангидридом:

- D-глюкозы;
- D –маннозы;
- D –галактозы;
- D –фруктозы;
- мальтозы.

Лабораторная работа №4.

Получение бромистого этила

Цель занятия: освоение методики проведения лабораторного синтеза бромистого этила

Исходные материалы: спирт этиловый - 20 мл; калий бромистый - 25г; серная кислота-25 мл ($d=1.82$); хлористый кальций ~2-3г

Оборудование: колба Вюрца (0,5 л.); делительная воронка; установка для перегонки при атмосферном давлении

Ход работы:

В колбу Вюрца (0,5 л.), содержащую 17,5 мл воды и 20 мл этилового спирта, постепенно приливаю при постоянном охлаждении и перемешивании 25 мл концентрированной серной кислоты. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры.

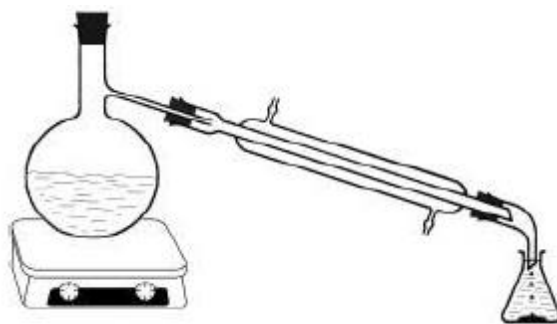


Рис. Установка для синтеза бромистого этила.

Собирают установку для перегонки.

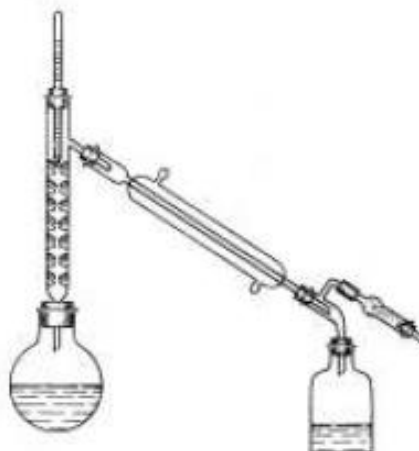


Рис. Установка для перегонки бромистого этила.

Так как бромистый этил сильно летуч, его собирают под водой. Для этого в плоскодонную колбу (100 мл.) наливаю воду и погружают в неё кончик аллонжа. Как только будет собрана установка, в колбу Вюрца насыпают 25 г порошкообразного бромистого калия, горло колбы плотно закрывают резиновой пробкой и реакционную смесь нагревают на закрытой плитке так, чтобы реакция не слишком пенилась.

Когда на дно приемника перестанут опускаться маслянистые капли бромистого этила, нагревание прекращают. С помощью

делительной воронки бромистый этил отделяют от воды, сушат хлористым кальцием (2-3 г) и перегоняют из небольшой колбы.

Температура кипения чистого бромистого этила: 38°C.

Ожидаемый выход: 17-20 г.

Задания.

1. Приведите примеры галогенирования фенолов, анилина, нафталина алканов. алкенов.

2. Рассмотрите механизм взаимодействия пропилена, пентена-1. бутена-2 с хлором в различных условиях.

3. Приведите механизм реакции взаимодействия пропилена с Cl_2 в водной среде.

4. С помощью, каких реакций можно превратить пентен-1 в пентен-2.

5. Как из 1,2-дибромпентана получить 2,2-дибромпентан.

6. Получить п-бромтолуол из толуола и п-бромнитробензол из бензола.

7. Из толуола получите п-цимол. для толуола напишите реакции хлорирования на свету и в присутствии катализатора.

Лабораторная работа №5.

Синтез бензилиденацетофенона (халкона)

Цель занятия: освоение методики проведения лабораторного синтеза бензилиденацетофенона (халкона)

- **Исходные материалы:** Бензальдегид — 5 г; Ацитофен — 5,2;
- Спирт этиловый 95% - 12,25 мл; NaOH — 2,18 г; Вода дистилл.;
- лед;

Оборудование: мешалка; термометр; Воронка Бюнхера

Ход работы:

В погруженный в баню со льдом стакан емкостью 250 мл, снабженный мешалкой и термометром (рис.), помещают раствор 2,18 г NaOH в смеси 19,6 г воды и 10 г (12,25 мл) 95%-ного

этилового спирта.

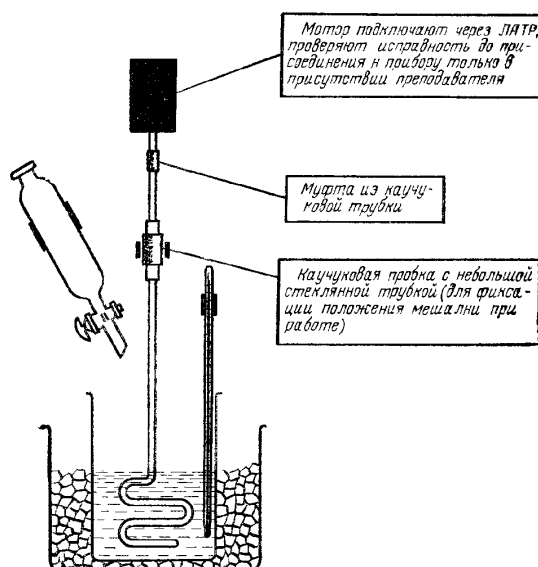


Рис. Прибор для проведения низкотемпературных реакций с механическим перемешиванием смеси

В щелочной раствор добавляют 5,2 г свежеперегнанного ацетофенона, охлаждают до 5 °С и сразу добавляют 5 г бензальдегида. Во время реакции температуру смеси поддерживают строго в интервале 15—30 °С и смесь перемешивают очень энергично.

Если температура реакции слишком низка или размешивание производится слишком медленно, то халкон выделяется в виде масла, которое позднее затвердевает в виде крупных комков.

Если температуре дать подняться выше 30 °С, то побочные реакции приведут к уменьшению выхода и снижению чистоты халкона. Оптимальная температура реакции 26 °С.

Через 2—3 ч смесь загустевает, и размешивание делается невозможным. Тогда вынимают мешалку и оставляют смесь на холоду на 8 ч (можно на ночь). Затем охлаждают реакционную смесь льдом с солью, отфильтровывают на воронке Бюхнера в холодном состоянии выпавший бензилиденацетофенон, промывают его на фильтре 3 мл охлажденного до 0 °С этанола и высушивают на воздухе до постоянной массы. Выход около 8 г (90% от теоретического); т. пл. 50—54 °С. После перекристаллизации из 95%-ного этанола (4 г на 1 г халкона)

получают 7 г бензилиденацетофенона; т. пл. 55— 57 °С.

Аналогично из ацетофенона и соответствующих ароматических альдегидов могут, быть получены анизилиденацетофенон (4-мет- оксихалкон; выход 80%; т. пл. 184 °С), *n*-бромбензилиденацетофенон (4-бромхалкон; выход 90%; т. пл. 126 °С) и многие другие халконы. По этой же методике могут быть получены бензилиденовые производные не только ацетофенона, но и различных метиларилкетонов.

Задания:

1. Дайте сравнительную характеристику двух основных типов процессов присоединения и конденсации по карбонильной группе.
2. Назовите исходные материалы синтеза 4-бромхалкона.
3. Опишите методику получения ацетофенона.
4. Опишите химизм процесса синтеза бензилиденацетофенона.

Лабораторная работа №6

Синтез дибутилового эфира

Цель занятия: получение и очистка дибутилового эфира.

Исходные материалы: Бутиловый спирт - 9 мл.; Серная кислота, конц. - 1,25 мл; Едкий натр (2н); Безводный серноокислый натрий; Хлористый кальций (насыщенный раствор).

Оборудование: Круглодонная колба -50 мл; Обратный холодильник; Ловушка для воды.

Ход работы:

Собирают прибор, как показано на рис.

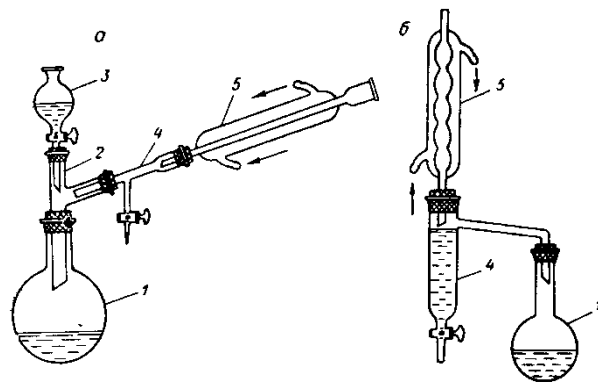


Рисунок. Установка для получения простых эфиров.

Свежеперегнанный бутиловый спирт (9 мл) и 1,25 мл концентрированной серной кислоты тщательно перемешивают в круглодонной колбе ёмкостью 50 мл.

В колбу бросают несколько кусочков глиняной тарелки и осторожно кипятят смесь. Реакцию заканчивают, когда будет собрано около 70% от вычисленной по уравнению реакции воды.

Доводить реакцию до конца не следует, так как по мере накопления эфира повышается температура кипения смеси и усиливаются побочные реакции.

Реакционную смесь охлаждают, переливают в нее содержимое ловушки и жидкость из колбы вливают в делительную воронку с водой.

После встряхивания и отстаивания отделяют нижний водный слой, добавляют в него воду и, если при этом не будет отстаиваться некоторое количество эфира, отбрасывают водный слой.

Оставшийся в делительной воронке верхний слой отделяют, промывают 2н раствором щелочи до щелочной реакции промывных вод, затем водой, после этого насыщенным раствором хлористого кальция и сушат безводным сернокислым натрием.

Перегоняют эфир с небольшим дефлегматором, собирая фракцию в пределах 140 - 143°C. Чистый дибутиловый эфир кипит при 142,5°C.

Ожидаемый выход: - 3,5 г.

Диизобутиловый эфир получают таким же способом. Т кип.= 122 - 122,5°C. Эфиры перегонять досуха нельзя, так как они могут содержать перекисные соединения.

Задания:

1. Напишите побочную реакцию дегидратации спирта при получении простого эфира.
2. Приведите механизмы дегидратации спиртов с образованием простого эфира и алкена.
3. Какова цель промывок водой, щелочным раствором и насыщенным раствором CaCl_2 .
4. Опишите химизм процесса получения дибутилового эфира.

Лабораторная работа №7.**Получение аспирина непосредственным действием уксусного ангидрида на салициловую кислоту**

Цель занятия: получение и очистка аспирина.

Исходные материалы: Салициловая кислота 2,5 г; Уксусный ангидрид 2,04 г; (2 мл) Серная кислота ($d = 1,84$); 0,1 мл Тoluол

Оборудование: Колба круглодонная (50 мл); Холодильник воздушный; Трубка хлоркальциевая; Стакан химический (300 мл); Воронка Бюхнера; Колба Бунзена; Предохранительная склянка; Термометр.

Ход работы:

В круглодонную колбу прибора 1 помещают 2,5 г салициловой кислоты, 2 мл уксусного ангидрида (*осторожно!* уксусный ангидрид *огнеопасен*, раздражает кожу) и 0,1 мл концентрированной серной кислоты. Смесь нагревают на водяной бане при 60°C в течение 1 ч.

После этого доводят температуру до $90-95^\circ\text{C}$ и выдерживают реакционную смесь при этой температуре 20 мин. Затем при помешивании дают жидкости остыть. После охлаждения жидкость выливают в 4 мл воды, перемешивают, отсасывают на воронке

Бюхнера выделившийся аспирин и промывают его небольшим количеством холодного толуола.

Выход аспирина $\sim 3,2$ г.

Аспирин для очистки можно перекристаллизовать из разбавленной (1:1) уксусной кислоты, бензола, хлороформа или этилового спирта.

Задания:

1. Напишите механизм реакции синтеза аспирина.
2. Как называется реакция, обратная этерификации, к каким классам веществ относятся реагенты и продукты этой реакции?
3. Какой объем 0,1 н едкого натрия потребуется для щелочного гидролиза 20 г аспирина?
4. Какие массы кислоты и спирта необходимо взять для получения 1 г изобутилацетата при выходе эфира 60% от теоретически возможного?

Лабораторная работа №8.**Синтез ацетанилида.**

Цель занятия: получение и очистка ацетанилида.

Исходные материалы: Анилин: 4,5 мл, (4,65 г); Уксусный ангидрид: 6,25 мл; 5,8 г.; Соляная кислота: 4,25 мл, ($d = 1,19$); Уксуснокислый натрий, кр.: 7,5 г.

Оборудование: стакан химический (250 мл); Мешалка; Колба Бунзена; Термометр; Предохранительная склянка.

Ход работы:

Химический стакан на 500 мл, снабженный мешалкой, помещают на водяную баню. Подготавливают прибор для отсасывания.

В стакан с 125 мл воды приливают 4,25 мл концентрированной соляной кислоты и при перемешивании мешалкой прибавляют 4,5 мл свежеперегнанного анилина. Бесцветный раствор нагревают на водяной бане до 50 °С, приливают 6,25 мл уксусного ангидрида и перемешивают (*осторожно возможен выброс!*).

Если раствор окрашен, то прибавляют 2 г активированного угля, перемешивают несколько минут и фильтруют. Затем вносят

раствор 7,5 г уксуснокислого натрия в 25 мл воды, хорошо перемешивают и охлаждают льдом.

Выпавшие кристаллы ацетанилида отсасывают на воронке Бюхнера, промывают ледяной водой и сушат. Ацетанилид можно перекристаллизовать из воды.

Выход ацетанилида ~ 5 г.

Ацетанилид (фениламид уксусной кислоты) - белое кристаллическое вещество без запаха, плохо растворяется в холодной воде, хорошо - в эфире, спирте, хлороформе, ацетоне, анилине. Применяется в качестве жаропонижающего и болеутоляющего средства в медицине, полупродукта при синтезе красителей и стабилизатора перекиси водорода.

Качественное определение:

Нагревают 0,2 г ацетанилида и 1 мл соляной кислоты в течение 2 мин, затем добавляют кристаллик фенола, 5 мл воды и 2 мл раствора хлорной извести — смесь окрашивается в грязно-фиолетовый цвет. При добавлении к этой смеси избытка аммиака окраска становится синей (индофенольная реакция).

Задания:

1. Напишите формулы веществ по их названиям:

- а) 4-амино-3-хлор-5,5-диметилгексановая кислота;
- б) пропиловый эфир бензойной кислоты.

2. Напишите уравнения реакций получения уксусной кислоты и этилового эфира уксусной кислоты.

3. Напишите уравнения реакций муравьиной кислоты и метилформиата со следующими веществами:

- а) водородом
- б) гидроксидом натрия
- в) хлором на свету.

4. Осуществите превращения: бутан → уксусная кислота → хлорангидрид уксусной кислоты → ацетанилид

5. Опишите химизм процесса и основные реакции получения ацетанилида.

Лабораторная работа №9.

Получение *m*-динитробензола

Цель занятия: получение и очистка *m*-динитробензола.

Исходные материалы: Серная кислота ($d=1,82 \text{ г/см}^3$) - 7,28 г; .
Азотная кислота ($d= 1,36 \text{ г/см}^3$) - 3,34 г; Нитробензол -0,8 мл

Оборудование: Пробирка; Стеклянная палочка с расплюснутым кончиком; Стакан, 150 мл.

Ход работы:

В пробирке смешивают 4 мл серной кислоты и 2,46 мл азотной кислоты, затем добавляют 0,84 мл нитробензола. Помещают пробирку в стакан с кипящей водой и энергично перемешивают содержимое пробирки стеклянной палочкой расплюснутой на конце.

Реакцию проводят в течение 20-30 минут. После окончания реакции пробирку слегка охлаждают на воздухе (около 2 мин.) и быстро выливают в стаканчик, содержащий четырёхкратное количество воды по отношению к реакционной смеси.

Осадок отфильтровывают на вакуумном мини-филт্রে и сушат на филт্রে.

Ожидаемый выход: ~ 1 г Температура плавления 89-90°C.

Задания:

1. Из толуола получить 4-нитро-2-хлорбензойную кислоту.
2. Для *m*-ксилола напишите реакцию нитрования, приведите механизм реакции. Получение, какого из изомеров более вероятно.
3. Из бутана получить 2-нитробутан, запишите для него аци- и нитро- формы.
4. Получите различными методами этилбензол.
5. Для этилбензола напишите реакцию нитрования. Назвать продукты.
6. Опишите химизм процесса получения *m*-динитробензола

Лабораторная работа №10.

Синтез β -нафталинсульфокислоты

Цель занятия: получение и очистка β -нафталинсульфокислоты.

Исходные материалы: Нафталин - 2,0 г; Серная кислота ($d = 1,84$) - 1,6 мл.

Оборудование: Термостойкая пробирка; Термометр на 250°C Стакан на 100 мл; Вакуумный мини-фильтр.

Ход работы:

Специальное указание: Реакцию проводить в вытяжном шкафу с хорошей тягой!

В пробирку наливают серную кислоту и постепенно при размешивании стеклянной палочкой прибавляют растертый в порошок нафталин. Пробирку закрывают пробкой с термометром и боковым вырезом.

Шарик термометра должен быть погружен в реакционную массу. Пробирку нагревают 1,5 часа на песочной бане при 170-180°C.

По окончании реакции массе дают охладиться и постепенно выливают ее в охлаждаемый льдом стакан, содержащий насыщенный раствор поваренной соли (6 г соли в 20 мл воды). Через полчаса натриевую соль β -нафталинсульфокислоты отфильтровывают на вакуумном мини-фильтре, промывают ледяной водой (два раза по 2 мл), тщательно отжимают. Соль сушат при 100°C.

Ожидаемый выход: ~ 2 г. Температура плавления: кристаллогидрат (3 моля воды) - 83°C кристаллогидрат (1 моль воды) - 124°C безводная - 91 °C.

Задания:

- 1.Опишите механизм реакции синтеза.
- 2.Найдите массу (объем) исходных веществ для получения 5 г конечного продукта.
- 3.Какие меры предосторожности необходимо соблюдать при работе с фенолами, щелочами и серной кислотой? Предложите меры первой помощи при поражении кожи этими веществами.

Лабораторная работа №11.

Получение фенола реакцией diaзотирования

Цель занятия: получение и очистка фенола.

Исходные материалы: Анилин - 2,04 г; Серная кислота ($d = 1,84$) - 4,4 г ; Нитрит натрия - 2,5 г.

Оборудование: Круглодонная колба на 100 мл; Водяной холодильник; Прибор для перегонки с водяным паром; Колба для перегонки; Пробирка; термометр; Делительная воронка; колба на 20 мл.

Ход работы:

Диазотирование проводят в установке, представленной на рис.

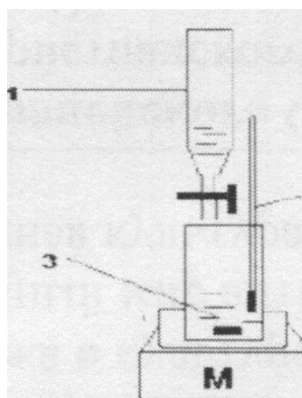


Рисунок. Установка для проведения реакции диазотирования: 1 - капельная воронка, 2 - термометр, 3 - магнит, М - магнитная мешалка

Для проведения процесса небольшой стакан помещают в охлаждающую смесь с мелко растолченным льдом и солью, закрепляют капельную воронку, помещают в стакан термометр и магнитную мешалку для перемешивания.

Затем приливают 2 мл свежеперегнанного анилина и прибавляют разбавленную серную кислоту, приготовленную из 2,4 мл концентрированной кислоты и 10 мл воды. Полученный сернокислый анилин подвергают диазотированию, прибавляя через капельную воронку раствор, содержащий 2,5 г нитрита натрия в 25 мл воды.

Следят за тем, чтобы температура не поднималась выше 5°C , регулируя добавление реагента через капельную воронку. Во время проведения реакции проверяют рН среды. Диазотирование проводят до тех пор, пока реакционная смесь не будет немедленно окрашивать йодкрахмальную бумажку (при наличии избытка образующейся азотистой кислоты она дает синее окрашивание за счет взаимодействия с йодидом калия). Раствор оставляют стоять 15-20 мин для окончания реакции.

После этого раствор переливают в круглодонную колбу и нагревают на водяной бане с обратным холодильником, время от времени встряхивая колбу и наблюдая, чтобы температура бани не превышала 55°C . При нагревании выделяется азот, жидкость становится темной.

Выделение продукта - фенола. Через 10-15 мин производят перегонку с водяным паром до тех пор, пока в делительную воронку, служащую приемником, не перестанут переходить маслянистые капли.

Проверяют полноту отгонки по отрицательной пробе на фенол с бромной водой или раствором перманганата калия. Выделение фенола из дистиллята экстракцией. После окончания перегонки и охлаждения жидкости прибавляют небольшое количество (4-5 мл) диэтилового эфира, делительную воронку закрывают пробкой и встряхивают. После разделения слоев, эфирный слой сливают в колбу на 20 мл. Водный слой экстрагируют еще два раза, приливая небольшую порцию эфира.

Эфирные вытяжки сушат небольшим количеством безводного сульфата натрия. Высушенный раствор переносят в маленькую перегонную колбу и отгоняют эфир на водяной бане.

Очистка продукта. После отгонки эфира продукт перегоняют с холодильником без водяного охлаждения. Проводят фракционную перегонку фенола, собирая его во взвешенную пробирку при температуре кипения 182°C . Если фенол чистый, то при охлаждении он кристаллизуется.

Ожидаемый выход: ~ 12 г Температура плавления $41-42^{\circ}\text{C}$.

Специальное указание: Фенол вызывает при попадании на кожу ожоги. Поэтому при работе с ним следует соблюдать осторожность!

Задания:

1.Предложите схемы получения *m*-йодбензойной кислоты, 77-крезола.

2.Из толуола получить *n*-аминобензойную кислоту.

3.Рассмотреть механизм диазотирования на примере *o*-хлоранилина. Какое соединение образуется при нагревании полученного водного раствора?

4.Осуществить превращения: *l*-нитроанилин - хлористый *m*-нитрофенилдиазоний - *m*-нитрофенол.

Лабораторная работа №12.

Получение *n*-йоданилина

Цель занятия: получение и очистка *n*-йоданилина.

Исходные материалы: Анилин - 2,2 г; Гидрокарбонат натрия - 3 г;; Иод - 5 г.

Оборудование: Стакан на 50 мл; Магнитная мешалка; Круглодонная колба на 50 мл; Обратный водяной холодильник

Ход работы:

В стакан приливают рассчитанный объем анилина, добавляют гидрокарбонат натрия и 20 мл воды. Температура смеси не должна превышать 12-15°C, при необходимости добавляют небольшое количество льда.

Затем пускают в ход мешалку и прибавляют к реакционной смеси истолченный в фарфоровой ступке порошок йода, порциями по 1-1,2 г через каждые 3-5 минут таким образом, чтобы все прибавление закончить в течение получаса, после чего

перемешивание продолжают еще 20-30 минут. За это время реакция заканчивается и окраска, обусловленная йодом, практически исчезает.

Сырой *n*-йоданилин, выпавший в виде темной кристаллической массы, отфильтровывают и отделяют на нутч-фильтре.

n-йоданилин очищают, нагревая его в колбе с обратным холодильником с 15 мл петролейного эфира на водяной бане при температуре не выше 75-80°C, иначе может произойти осмоление продукта. Смесь взбалтывают в течение 15 минут, и затем горячий раствор отфильтровывают, закрыв воронку часовым стеклом. Колбу с фильтратом для охлаждения помещают в емкость содержащую смесь льда с соли.

n-йоданилин выпадает в виде почти бесцветных игл, его отсасывают и сушат на воздухе. Фильтрат выливают обратно в колбу, где остался еще осадок реакционной смеси, смесь снова нагревают, и раствор отфильтровывают в другой приемник. Фильтрат охлаждают, выпавший *n*-йоданилин снова отсасывают и сушат.

Ожидаемый выход: 3,3-3,7 г Температура плавления 62-63 °С.

Задания:

1. Каково взаимное влияние атомов в молекуле анилина и *n*-йоданилина? Укажите направление и роль индуктивного эффекта.

2. Предложите альтернативные способы получения 1-йоданилина и рассчитайте массы реагентов, необходимые для получения 1 моль конечного продукта..

3. Какие меры предосторожности необходимы при работе с йодом и щелочами?

4. Предложите способ очистки белой одежды от пятен йода. Напишите уравнения реакций.

Лабораторная работа №13.

Кристаллизация веществ из водных растворов

Цель занятия: освоение метода очистки органических соединений с помощью перекристаллизации на примере щавелевой кислоты.

Исходные материалы: щавелевая кислота (техн.) 5 г.

Оборудование. Стаканы, колбы, химические воронки, электроплитка, эксикатор, чашки Петри, фильтровальная бумага, воронка Бюхнера, колба Бунзена, насос Комовского.

1. Проведение перекристаллизации

Сущность метода: перекристаллизация - один из самых эффективных методов очистки твердых соединений. Этот метод основан на различной растворимости химических соединений в горячем и холодном растворителе (изогидрическая кристаллизация) или на изменении концентрации раствора (изотермическая кристаллизация).

Растворимость большинства органических соединений существенно зависит от температуры растворителя: с увеличением температуры – увеличивается растворимость. В итоге в горячем растворителе удастся растворить большее количества вещества, чем может содержать тот же самый растворитель при низкой температуре. И, при охлаждении, из насыщенного при высокой температуре раствора выпадает "лишнее" вещество.

Ход работы.

Перекристаллизацию щавелевой кислоты проводят следующим образом: 5 г щавелевой кислоты взвешивают с точностью до первого десятичного знака и растворяют при кипячении в 8,5 см³ воды. Горячий раствор быстро фильтруют на воронке с обрезанным носиком через фильтровальную бумагу и охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и повторно перекристаллизовывают, растворяя при кипячении в 7,0 см³ воды.

Затем раствор охлаждают, непрерывно перемешивая. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера, отжимают между листами фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе в течение 30 мин (кристаллы не должны прилипать к стеклянной палочке). Кристаллы щавелевой кислоты переносят, рассыпая тонким слоем, в чашку Петри, помещают в сушильный

шкаф и выдерживают при температуре $(100,0 \pm 2,5)^\circ\text{C}$ в течение 3 ч, периодически перемешивая.

Далее чашку Петри с кристаллами щавелевой кислоты помещают в эксикатор с водой, где выдерживают не менее 2 суток. Крышка эксикатора должна быть закрыта негерметично (между крышкой и эксикатором прокладывают фильтровальную бумагу толщиной в 2-4 сложения). Полученные кристаллы гидрата щавелевой кислоты хранят в стеклянной банке с притертой пробкой.

Задания:

1. Опишите особенности метода перекристаллизации веществ как способа очистки.
2. Опишите правила при подборе растворителя для неизвестного вещества.
3. Опишите методику проведения дробной перекристаллизации вещества.
4. Способы идентификации органических кристаллических веществ.

Лабораторная работа № 14.

Получение *n*-нитроанилина

Цель занятия: получение и очистка *n*-нитроанилина.

Исходные материалы: Ацетанилид - 5 г; Азотная кислота ($d = 1,4$) - 2,4 мл; Серная кислота ($d = 1,84$) - 14 мл; Серная кислота (25%-ный р-р) - 26 мл; Гидроксид натрия (10%-ый р-р).

Оборудование: стакан на 100 мл; Термометр; Капельная воронка; Круглодонная колба на 50 мл; Обратный холодильник.

Ход работы:

Нитрование.

В стакане, снабженным термометром и помещенном в охладительную смесь, растворяют в 5 мл концентрированной серной кислоты 2,5 г ацетанилида при температуре не выше

40°C. Затем в охлажденный до 5 °С реакционный раствор медленно приливают при постоянном перемешивании с помощью магнитной мешалки смесь 2 мл концентрированной серной и 1,2 мл азотной кислоты, наблюдая за температурой, которая не должна быть выше 15 °С. Реакционную смесь выдерживают при этой температуре 45 мин.

Выделение продукта.

Реакционную смесь затем выливают в 125-150 мл охлажденной льдом воды. Образовавшийся осадок отфильтровывают и промывают водой.

Гидролиз *n*-нитроацетанилида.

Сырой *n*-нитроацетанилид помещают в колбу с обратным холодильником и кипятят с 13 мл 25 %-ной серной кислоты до полного растворения.

Выделение *n*-нитроанилина.

Горячий раствор фильтруют и подщелачивают 10%-ным раствором гидроксида натрия до слабо щелочной реакции. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают, промывают на фильтре холодной водой и сушат. Ожидаемый выход: ~ 4 г.

При необходимости продукт перекристаллизовывают из воды *n*-нитроацетанилид - желтые кристаллы с температурой плавления 147-147,5 °С. Растворяется в этаноле, ацетоне, эфире, ограниченно в воде.

Задания:

1. Напишите формулы всех возможных изомеров для соединения состава $C_5H_{11}NO_2$.

2. Составьте уравнения реакции получения следующих веществ из метана:

- а) 2,4,6-тринитротолуол (тротил);
- б) тринитроцеллюлоза (пироксилин);
- в) адреналин

Лабораторная работа № 15.

Получение капролактама

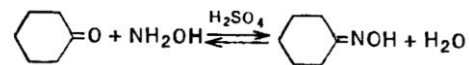
Цель занятия: Оксимирование циклогексанона гидроксиламином.

Исходные материалы: 160 мл Дистиллированной воды; 31,3 г Гидроксиламина хлороводородного; 30,4 г Ацетата натрия; 29,5 г Циклогексанона.

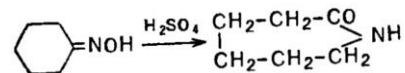
Оборудование: Термометр; Обратный холодильник; капельная воронка; реактор; турбинная мешалка.

Ход работы:

Одним из способов получения капролактама является оксимирование циклогексанона:



и последующая перегруппировка его в капролактаме:



Циклогексанон оксимируют водным раствором сульфата гидроксиламина, содержащим 4—5% NH_2OH .

Для смещения равновесия вправо берут небольшой избыток (5—7%) сульфата гидроксиламина и после смешения реагентов в реакционную массу вводят аммиак для связывания кислоты и поддержания рН среды в пределах 6,2—6,8. Процесс проводят при 70—85 °С и атмосферном давлении.

Реакцию проводят в полупериодическом реакторе, изображенном на рисунке, используя для термостатирования баню с электрообогревом. Перед началом опыта готовят растворы хлороводородного гидроксиламина и ацетата натрия.

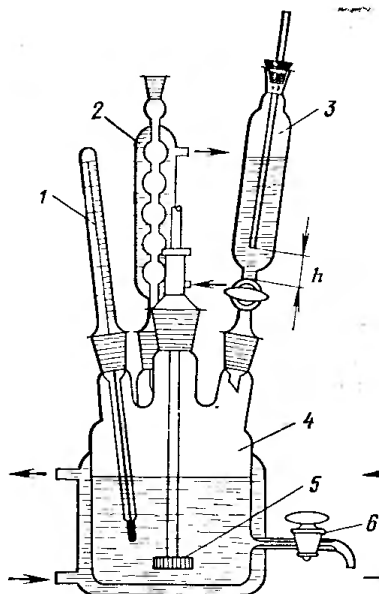


Рис. Полупериодический реактор. 1 –термометр; 2-обратный холодильник; 3-капельная воронка; 4-реактор; 5-турбинная мешалка; 6-кран для отбора проб.

В 160 мл дистиллированной воды растворяют 31,3 г гидроксиламина хлороводородного и 30,4 г ацетата натрия. Полученный раствор загружают в реактор, включают мешалку и обогрев водяной бани и подают воду в обратный холодильник. Раствор нагревают до 60 °С и при этой температуре и энергичном перемешивании добавляют из капельной воронки 29,5 г циклогексанона.

По окончании прибавления циклогексанона реакционную смесь продолжают перемешивать еще 30 мин, поддерживая температуру 60 °С. Затем смесь охлаждают до 5 °С, выпавшие кристаллы циклогексаноноксима отсасывают на воронке Бюхнера и промывают 200 мл холодной (~5°С) дистиллированной воды.

Кристаллы переносят на фильтровальную бумагу, отжимают и сушат в вакуум-эксикаторе до постоянной массы. Определяют массу и температуру плавления полученного циклогексаноноксима.

Задание.

1. Составить материальный баланс опыта.

Лабораторная работа № 16.

Получение капролактама

Цель занятия: Перегруппировка циклогексаноноксима в капролактам.

Исходные материалы: 70 г концентрированной серной кислоты; 22,7 г циклогексаноноксима; 30%-й раствор гидроксида натрия; 50 мл три- хлорэтилена.

Оборудование: Стакан 200 мл; Контактный термометр и реле-регулятор; Обратный холодильник; капельная воронка; реактор; турбинная мешалка; воронка Бюхнера; фарфоровая чашка.

Ход работы:

Перегруппировка циклогексаноноксима в капролактам (перегруппировка Бекмана) протекает в присутствии сильных минеральных кислот (серной кислоты, олеума и др.) при 100—120 °С. Реакцию проводят на установке, изображенной на рис. на с.30.

Готовят раствор циклогексаноноксима в серной кислоте. Для этого в стакан из термостойкого стекла емкостью 200 мл наливают 40 г концентрированной серной кислоты, в кислоту опускают термометр и охлаждают ее на ледяной бане до 15 °С. К охлажденной кислоте при перемешивании (осторожно! происходит сильное разогревание раствора) добавляют небольшими порциями 22,7 г циклогексаноноксима, не допуская повышения температуры раствора более 25 °С. Каждую последующую порцию циклогексаноноксима прибавляют только после полного растворения предыдущей.

В реактор загружают 30 г концентрированной серной кислоты, включают мешалку, электронагреватель и подают воду в обратный холодильник. В реакторе с помощью контактного термометра и реле-регулятора поддерживают температуру 120 °С и при ней подают раствор циклогексаноноксима. После окончания прибавления раствора циклогексаноноксима реакционную массу нагревают еще в течение 30 мин при 125—130 °С. Затем электронагреватель выключают и удаляют.

Реакционную массу охлаждают на водяной бане до 20 °С и, энергично перемешивая содержимое, в реактор из капельной воронки осторожно добавляют 30%-й раствор гидроксида натрия до полной нейтрализации кислоты (по лакмусовой бумаге), взятой на перегруппировку. Температуру реакционной массы в процессе

нейтрализации поддерживают с помощью водяной бани около 20°C. По окончании нейтрализации осадок отделяют на воронке Бюхнера и промывают 50 мл три- хлорэтилена. Из фильтрата (лактачного масла) трихлорэтиленом экстрагируют капролактамы (добавляя по 30 мл трихлор- этилен три раза). Затем трихлорэтиленовые вытяжки объединяют и экстрагируют капролактамы дистиллированной водой (три раза по 70 мл воды). Водяные вытяжки сливают в предварительно взвешенную на технических весах фарфоровую чашку и на капящей водяной бане упаривают воду до постоянной массы капролактама.

После удаления воды капролактамы охлаждают до комнатной температуры, определяют его массу и температуру плавления.

Задание.

1. Составить материальный баланс опыта.

Лабораторная работа №17.

Синтез β -нафтолооранжа реакцией азосочетания

Цель занятия: получение и очистка β -нафтолооранжа.

Исходные материалы: β -Нафтол - 0,73 г ; Сульфаниловая кислота - 1,05 г; Нитрит натрия - 0,4 г. ; Едкий натр (2н) - 12,5 мл.; Соляная кислота (2н) - 10,0 мл.; Лед; Хлористый натрий - 2,5 г.

Оборудование: Стаканы на 100-150 мл - 4 шт.; Нутч-фильтр; Термометр; Стеклопалочка для перемешивания; Электроплитка

Ход работы:

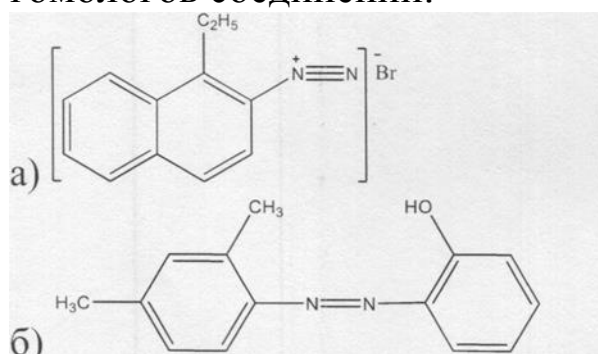
В стакане растворяют при нагревании сульфаниловую кислоту в 2,5 мл едкого натра. Далее к полученному раствору приливают раствор нитрита натрия в 5 мл воды. Охладив смесь, постепенно приливают её при помешивании к соляной кислоте предварительно охлаждённой льдом. Сюда же быстро при перемешивании, приливают охлаждённый льдом раствор β -нафтола в 10 мл. едкого натра.

Перемешивание продолжают 30 мин., а затем прибавляют насыщенный раствор хлористого натрия. Краситель выпадает в

виде оранжево-жёлтых листочков. Его отфильтровывают, промывают холодной водой и сушат на фильтре. Ожидаемый выход 1,6-1,7 г.

Задания:

1. Назовите вещества, составьте формулы двух изомеров и двух гомологов соединений:



2. Получите соединения своего варианта а) и б) с помощью реакций диазотирования и азосочетания, и напишите их механизм.

3. Для соединения а) своего варианта напишите реакции:

- гидратации (с водой при кипячении);
- Шимана;
- Зандмеера.
- азосочетания с фенолом.

Лабораторная работа № 18.

Получение бензамида.

Цель занятия: Получение и очистка бензамида

Исходные материалы: Хлористый бензоил - 2,5 г.; Карбонат аммония - 4,8 г

Оборудование: Фарфоровая чашка; Водяная баня.

Ход работы:

Получение амида кислоты.

В фарфоровой чашке смешивают 4,8 г измельченного карбоната аммония с 2,5 г хлористого бензоила, тщательно

перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на водяной бане под тягой при помешивании в течение 30 минут. Реакционная масса становится сухой. К ней приливают немного воды и нагревают на кипящей водяной бане.

Очистка от исходных веществ.

Следы хлористого бензоила удаляют с водяным паром при нагревании смеси на кипящей водяной бане.

Выделение продукта из реакционной смеси.

После охлаждения отфильтровывают выпавший бензамид.

Ожидаемый выход: ~ 3 г

При необходимости продукт перекристаллизовывают из воды. Определяют температуру плавления. Бензамид (амид бензойной кислоты) - бесцветное кристаллическое вещество, растворяется в эфире, горячем бензоле, этиловом спирте (17 г в 100 мл при 25 °С), в воде (0,58 г в 100 мл при 12°С; 9,35 г в 100 мл при 25 °С); ^ температура плавления 130 °С.

Задания:

1. Составьте формулы двух изомеров и двух гомологов данного соединения, назовите все вещества: амид-3-метил пентановой кислоты.

2. Опишите химизм процесса получения бензамида.

3. Составьте материальный баланс получения бензамида.

Вопросы для самостоятельной подготовки.

Тема: Общие сведения о промышленном органическом синтезе

1. Виды сырья для органического синтеза.

2. Требования, предъявляемые к сырью для процессов переработки нефти.

3. Требования, предъявляемые к углеводородному сырью для нефтехимических процессов.

4. Номенклатура продуктов основного органического синтеза.

5. Основные типы реакций при получении продуктов основного органического синтеза.

6. Состав природных горючих газов, их характеристика

7. Что получают путем прямого окисления пропана и бутана?

8. Что получают путем нитрования углеводородов C₂-C₄?

9. Как получают вазелин?

10. Какие технологии переработки используют для синтеза продуктов на основе этилена?
11. Назовите продукт переработки пропилена гипохлорированием?
12. Как в промышленности получают бутадиен - 1,3?
13. Дайте характеристику циклогексану.

Тема: Получение углеводородов из нефти. Процессы переработки нефти.

1. Газы стабилизации, состав, характеристика.
2. Первичный способ переработки нефти, технологические особенности.
3. Что получают из остатка после отгонки нефтяных дистиллятов?
4. Из какого продукта получают смазочные масла с высокой температурой вспышки?
5. Благодаря чему состав дистиллятов прямой гонки соответствует составу исходной нефти?
6. Почему при прямой гонке получается всего 5—20% бензинового дистиллята от количества исходной нефти?
7. Благодаря чему стало возможным резко увеличить выход легких дистиллятов из нефтей самых различных месторождений?
8. При какой обработке нефти получают максимальное количество непредельных и ароматических углеводородов в конечном продукте?
9. Выделение индивидуальных углеводородов из дистиллята.
10. Фракционирование в ректификационных колоннах, особенности процесса.
11. Схема разделения низших парафинов путем ректификации.
12. Необходимые условия для разделения углеводородов с близкой температурой кипения.
13. Рабочий режим колонн для разделения низших парафинов.
14. В чем различие гомогенных (однородных) и гетерогенных азеотропных смесей?
14. Как определяют летучесть чистой жидкости?
16. Почему с возрастанием молекулярного веса углеводородов разделение их методом ректификации затрудняется?

17. Физико-химические предпосылки разделения нефтяных фракций с помощью селективных растворителей.
18. Фракционирование в ректификационных колоннах, особенности процесса.
19. Схема разделения низших парафинов путем ректификации.
20. Необходимые условия для разделения углеводородов с близкой температурой кипения.
21. Рабочий режим колонн для разделения низших парафинов.
22. В чем различие гомогенных (однородных) и гетерогенных азеотропных смесей?
23. Как определяют летучесть чистой жидкости?
24. Почему с возрастанием молекулярного веса углеводородов разделение их методом ректификации затрудняется?
25. Физико-химические основы разделения нефтяных фракций с помощью экстрактивной перегонки.
26. Физико-химические основы разделения нефтяных фракций с помощью азеотропной перегонки.
27. Способы увеличения относительной летучести компонентов.
28. Наиболее эффективный способ разделения нефтяных фракций.
29. Подготовка сырья для осуществления экстрактивной и азеотропной ректификаций.
30. В чем различие гомогенных (однородных) и гетерогенных азеотропных смесей?
31. Почему уводитель должен иметь температуру кипения, близкую к температуре кипения отгоняемого вещества?
32. Требования к растворителю для экстрактивной ректификации.
33. Физико-химические основы разделения нефтяных фракций с помощью экстрактивной перегонки.
34. Физико-химические основы разделения нефтяных фракций с помощью азеотропной перегонки.
35. Способы увеличения относительной летучести компонентов.
36. Наиболее эффективный способ разделения нефтяных фракций.
37. Подготовка сырья для осуществления экстрактивной и азеотропной ректификаций.

38. В чем различие гомогенных (однородных) и гетерогенных азеотропных смесей?

39. Почему уводитель должен иметь температуру кипения, близкую к температуре кипения отгоняемого вещества?

40. Требования к растворителю для экстрактивной ректификации.

41. Физико-химические основы разделения нефтяных фракций с помощью экстрактивной перегонки.

42. Физико-химические основы разделения нефтяных фракций с помощью азеотропной перегонки.

43. Способы увеличения относительной летучести компонентов.

44. Наиболее эффективный способ разделения нефтяных фракций.

45. Подготовка сырья для осуществления экстрактивной и азеотропной ректификаций.

46. В чем различие гомогенных (однородных) и гетерогенных азеотропных смесей?

47. Механизм разложения парафинов.

48. Направление первичных реакций разложения парафиновых углеводородов.

49. Механизм термической деструкции с участием свободных радикалов.

50. Предпосылки цепной реакции термического расщепления парафиновых углеводородов.

51. Теретический расчёт вероятного состава продуктов деструкции индивидуальных углеводородов.

52. Направление деструкции углеводорода.

53. Почему для углеводородов с более длинной, чем у бутана, цепью число возможных направлений реакций разложения, как и число образующихся при этом соединений, значительно больше?

54. Почему при термическом разложении парафиновые углеводороды C_3 и выше (кроме изобутана) подвергаются расщеплению в значительно большей степени, чем дегидрированию?

Тема: Процессы дегидрирования и гидрирования углеводородов, применяемые в производстве.

1. Дегидрирования парафиновых углеводородов.
2. Получение этилена.
3. Особенности протекания реакций дегидрирования.
4. Реакции дегидрирования парафинов и олефинов.
5. Физическое изменение поверхности катализатора при дегидрировании олефинов.
6. Варианты процессов дегидрирования низших парафинов.
7. Процесс "Катофин" (ABB Lummus Crest/United Catalysts) осуществляют в вакууме в адиабатических реакторах со стационарным слоем алюмохромового катализатора. Тепло, выделяющееся при регенерации катализатора от углеродистых отложений, используют для проведения эндотермической реакции дегидрирования. Почему процесс осуществляют короткими циклами (по 15-25 минут)?
8. Почему при термическом разложении парафиновые углеводороды C_3 и выше (кроме изобутана) подвергаются расщеплению в значительно большей степени, чем дегидрированию?
9. Какие процессы дегидрирования имеют наибольшее практическое значение?
10. От чего зависит направление процессов расщепления и дегидрирования при нагревании углеводородов?
11. Основные проблемы при разработке технологии дегидрирования легких парафинов.
12. Как реализован процесс получения диенов?
13. Что делают для достижения максимальной селективности процесса дегидрирования?
14. Как осуществляют процесс дегидрирования высших парафинов?
15. Как осуществляют дегидрирование этилбензола?
16. Гидрокрекинг алканов.
17. Гидрирование олефинов.
18. Гидрирование ацетилена и его гомологов.
19. Технология гидрирования углеводородов.
20. Реакционные узлы процессов жидкофазного гидрирования.
21. Технология жидкофазного гидрирования.
22. Гидрирование в эмульсиях.
23. Гидрирование парафинов.

Тема: Процессы галогенирования, применяемые в производстве.

1. Основные методы галогенирования органических соединений.
2. Галогенирующие агенты.
3. Механизм радикально-цепного галогенирования.
4. 3 стадии радикально-цепного хлорирования.
5. Реакции электрофильного присоединения к тройной связи – галогенирование
6. Галогенирование гетероциклических соединений.
7. Замещение водорода галогенами у sp -гибризованного атома углерода.
8. Галогенирование замещенных ароматических соединений.
9. Аллильное галогенирование алкенов.
10. Галогенирование боковой цепи ароматических соединений.
11. Замещение водорода галогенами у ароматического (sp^2 -гибризованного) атома углерода.
12. Механизм электрофильного замещения.
13. Почему на практике в качестве катализатора галогенирования применяют, как правило, железные стружки?
14. Галогенирование соединений с карбонильной группой.
15. Галогенирование карбонильных соединений
16. Механизм реакции, катализируемой кислотой.
17. Галогенирование карбоновых кислот.
18. Галогенирование галогенангидридов кислот.
19. Аномальное гидрогалогенирование, инициируемое перекисями.

ТЕМА: Процессы окисления, используемые в производстве.

1. Влияние разветвленности цепи на скорость окисления.
2. Окисление парафиновых углеводородов при температурах ниже температур их воспламенения.
3. Механизм процесса окисления.

4. Механизм цепной реакции с вырожденным разветвлением.
5. Сопряженное, или индуцированное, окисление
6. Синтез на основе оксида углерода.
7. Процессы оксосинтеза.
8. Какие из превращений CO и H₂ наиболее важные?
9. Назовите побочный продукт реакции CO и H₂ при катализе металлическим никелем?
10. Назовите побочный продукт реакции CO и H₂ при катализе железом?
11. Каков фракционный состав углеводороды получающихся при катализе CO и H₂ ?
12. Можно ли управлять групповым и фракционным составом продуктов катализа?
13. Возможен ли синтез углеводородов не только из CO и H₂?
14. Получение этилена и пропилена.
15. Примеры промышленных катализаторов с использованием палладиевого комплекса.
16. Особенности процесса получения винилацетата ацетоксилированием этилена в среде уксусной кислоты.
17. Назовите продукты окисления метильных групп алкиларенов через промежуточные последовательные стадии образования первичных гидропероксидов и альдегидов?
18. Механизм образования карбоновых кислот?
19. Два граничных типа гетерогенно-каталитических механизмов ?
20. Какой способ получения для ди- и полиалкиларенов является более экономичным?
21. Особенности применения гетерогенных катализаторов?
22. Реакция М. Г. Кучерова.
23. Синтез кислородсодержащих продуктов из олефинов (или ацетилен), окиси углерода и водорода (или воды).
24. Получение винилацетата ацетоксилированием этилена в среде уксусной кислоты.
25. Получение адипиновой кислоты, возможные перспективы замены азотной кислоты.?
26. Производство терефталевой (1,4-бензолдикарбоновой) кислоты.
27. Получение фталевого ангидрида.
28. Синтеза глицерина, перспективы развития.

29. Новые варианты синтеза фенола.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Смит В.А. Основы современного органического синтеза [электронный ресурс]: учебное пособие / В. А. Смит, А. Д. Дильман. - М.: БИНОМ. -Лаборатория знаний. -2012. - 750 с. // Университетская библиотека online – [http:// biblioclub.ru](http://biblioclub.ru).

2. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии [Текст]: учебник для студентов химико-технологических специальностей вузов / А. Г. Касаткин. - Стер. изд.. - Москва : Альянс, 2014. - 753 с. : ил.. - Библиогр.: с. 715-718. - Предм. указ.: с. 719.

3. Общая химическая технология: основные концепции проектирования химико-технологических систем [Текст]: учебник / И. М. Кузнецова [и др.] ; ред. Х. Э. Харлампи . - Изд. 2-е, перераб.. - Санкт-Петербург : Лань , 2014. - 384 с. : ил.

4. Основы конструирования и расчета химической аппаратуры [Текст]: справочник. -3 изд. / А. А. Лацинский, А. Р. Толчинский. - М.: Альянс. – 2008. -752 с.

5. Игнатович Э. Химическая техника. Процессы и аппараты [Текст] / Эххард Игнатович; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой. - М.: Техносфера. - 2007. - 656 с.

6. Новый справочник химика и технолога [Текст] Ч. 1: Сырье и продукты промышленности органических и неорганических веществ. - 2005. -1142 с.

7. Процессы и аппараты химической технологии; учебное пособие / А. А. Захарова и др.; под ред. А. А. Захаровой. – М.: Академия. - 2006. – 528 с.

8. Орехов В.С. Химическая технология органических веществ [Текст]: учебное пособие / В.С. Орехов, М.Ю. Субочева, А.А. Дегтярёв, Д.Н.Труфанов. – Тамбов: Изд-во ГОУ ВПО ТГТУ, 2010. – Ч. 4. – 80 с.

9. Талзи В.П. Химия и технология органических веществ [Текст]: учеб. пособие / В.П. Талзи. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2007. – 280 с.

10. Ниязи Ф.Ф. Стабилизация и модификация некоторых искусственных и синтетических полимеров : монография / Ф. Ф. Ниязи, О. В. Бурыкина, И. В. Савенкова ; Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Юго-Западный государственный университет". - Курск : ЮЗГУ, 2014. - 251 с. - Библиогр.: с. 231-251.

11. Предприятия химической индустрии Курского края в XX веке: опыт становления и организации производственной деятельности : монография / В. В. Коровин [и др.] ; ред. В. В. Коровин. - Курск : ЮЗГУ, 2014. - 218 с. - Библиогр.: с. 204-210.

12. Исаев Е. А. Гранулообразование: теория и эксперимент [Текст] : монография / под ред. Е. А. Исаева ; Юго-Зап. гос. ун-т. - Курск : ЮЗГУ, 2015. - 226 с.; 20 см.. - Библиогр.: с. 218-226.

13. Мальцева В. С. Практикум по аналитической химии [Текст] : учебное пособие / Валентина Стефановна Мальцева, Анна Владимировна Сазонова ; ЮЗГУ. - Курск : ЮЗГУ, 2013. - 215 с. : ил., табл. - Имеется электрон. аналог. - ISBN 978-5-7681-0885-4.

14. Смит В.А. Основы современного органического синтеза [электронный ресурс]: учебное пособие / В. А. Смит, А. Д. Дильман. - М.: БИНОМ. -Лаборатория знаний. -2012. - 750 с. // Университетская библиотека online – [http:// biblioclub.ru](http://biblioclub.ru).

15. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии [Текст]: учебник для студентов химико-технологических специальностей вузов / А. Г. Касаткин. - Стер. изд.. - Москва : Альянс, 2014. - 753 с. : ил.. - Библиогр.: с. 715-718. - Предм. указ.: с. 719.

16. Общая химическая технология: основные концепции проектирования химико-технологических систем [Текст]: учебник / И. М. Кузнецова [и др.] ; ред. Х. Э. Харлампиди . - Изд. 2-е, перераб.. - Санкт-Петербург : Лань , 2014. - 384 с. : ил.

17. Основы конструирования и расчета химической аппаратуры [Текст]: справочник. -3 изд. / А. А. Лацинский, А. Р. Толчинский. - М.: Альянс. – 2008. -752 с.

18. Игнатович Э. Химическая техника. Процессы и аппараты [Текст] / Экхард Игнатович; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой. - М.: Техносфера. - 2007. - 656 с.

19. Новый справочник химика и технолога [Текст] Ч. 1: Сырье и продукты промышленности органических и неорганических веществ. - 2005. -1142 с.

20. Процессы и аппараты химической технологии; учебное пособие / А. А. Захарова и др.; под ред. А. А. Захаровой. – М.: Академия. - 2006. – 528 с.

21. Орехов В.С. Химическая технология органических веществ [Текст]: учебное пособие / В.С. Орехов, М.Ю. Субочева, А.А. Дегтярёв, Д.Н.Труфанов. – Тамбов: Изд-во ГОУ ВПО ТГТУ, 2010. – Ч. 4. – 80 с.

22. Талзи В.П. Химия и технология органических веществ [Текст]: учеб. пособие / В.П. Талзи. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2007. – 280 с.

23. Ниязи Ф.Ф. Стабилизация и модификация некоторых искусственных и синтетических полимеров : монография / Ф. Ф. Ниязи, О. В. Бурыкина, И. В. Савенкова ; Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Юго-Западный государственный университет". - Курск : ЮЗГУ, 2014. - 251 с. - Библиогр.: с. 231-251.

24. Предприятия химической индустрии Курского края в XX веке: опыт становления и организации производственной деятельности : монография / В. В. Коровин [и др.] ; ред. В. В. Коровин. - Курск : ЮЗГУ, 2014. - 218 с. - Библиогр.: с. 204-210.

25. Исаев Е. А. Гранулообразование: теория и эксперимент [Текст] : монография / под ред. Е. А. Исаева ; Юго-Зап. гос. ун-т. - Курск : ЮЗГУ, 2015. - 226 с.; 20 см.. - Библиогр.: с. 218-226.

26. Мальцева В. С. Практикум по аналитической химии [Текст] : учебное пособие / Валентина Стефановна Мальцева, Анна

Владимировна Сазонова ; ЮЗГУ. - Курск : ЮЗГУ, 2013. - 215 с. : ил., табл. - Имеется электрон. аналог. - ISBN 978-5-7681-0885-4.

27. Низкотемпературные гетерогенные гетерофазные химические процессы химической технологии [Электронный ресурс] : методические указания к лабораторным работам по дисциплинам «Химические процессы химической технологии», «Катализ и ингибирование химических процессов», «Избранные главы химической кинетики и катализа» и «Макрокинетика гетерогенных гетерофазных химических процессов» для студентов направлений 240100.62 и 240100.68 «Химическая технология» / Юго-Запад. гос. ун-т ; сост. А. М. Иванов. - Электрон. текстовые дан. (857 КБ). - Курск : ЮЗГУ, 2015. - 13 с. : рис., табл.

28. Тепловые процессы химической технологии [Электронный ресурс] : методические указания к лабораторным работам по дисциплине «Процессы и аппараты химической технологии» для студентов направления 240100.62 «Химическая технология» / Юго-Запад. гос. ун-т ; сост. А. М. Иванов. - Электрон. текстовые дан. (1021 КБ). - Курск : ЮЗГУ, 2015. - 20 с.