

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Оренбургский государственный университет»

Кафедра химии

Е. А. Кунавина, М. С. Козурова

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ, ОФОРМЛЕНИЮ И ЗАЩИТЕ КУРСОВОЙ РАБОТЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»

Методические указания

Рекомендовано к изданию редакционно-издательским советом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет» для обучающихся по образовательным программам высшего образования по специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и направлению подготовки 04.03.01 Химия

Оренбург

2019

УДК 547(076.5)
ББК 24.2я7
К 91

Рецензент – кандидат химических наук С. В. Бахарева

Кунавина, Е. А.
К 91 Рекомендации по выполнению, оформлению и защите курсовой работы по дисциплине «Органическая химия» : методические указания / Е. А. Кунавина, М. С. Козурова; Оренбургский гос. ун-т. – Оренбург : ОГУ, 2019. – 33 с.

В методических указаниях приведены этапы выполнения курсовой работы по дисциплине «Органическая химия». Сформулированы правила введения лабораторного журнала. Рассмотрены отдельные методики синтеза некоторых органических соединений, включая уравнения основных реакций, перечень оборудования и реактивов, особенности идентификации.

Методические указания предназначены для обучающихся очной формы обучения по специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и направлению подготовки 04.03.01 Химия.

Методическая разработка может быть полезна при подготовке студентов к выполнению курсовой работы по органической химии.

УДК 547(076.5)
ББК 24.2я7

© Кунавина Е. А.,
Козурова М. С., 2019
© ОГУ, 2019

Содержание

Введение	4
1 Этапы выполнения курсовой работы по дисциплине «Органическая химия»	5
2 Правила ведения лабораторного журнала	7
3 Методики синтезов некоторых органических веществ	9
3.1 Бензоилхлорид	9
3.2 Ацетон	11
3.3 Этилацетат.....	14
3.4 Бензойная кислота	16
3.5 Бензиловый спирт.....	19
Список использованных источников	22
Приложение А Примерный перечень тем курсовых работ по дисциплине «Органическая химия».....	23
Приложение Б Образец оформления лабораторного журнала	24
Приложение В Спектры ЯМР ^1H соединений.....	29

Введение

Курсовая работа - одна из форм организации самостоятельной работы студентов.

Курсовые работы по дисциплине «Органическая химия» связаны с синтезом органических соединений и их последующей идентификацией, что позволяет систематизировать и актуализировать знания и умения, полученные при прохождении лабораторного практикума. Написание литературного обзора способствует формированию навыков работы в поисково-информационных системах и отбора ключевого материала, соответствующего изучаемой теме. Оформление рукописи курсовой работы и процесс защиты тренирует и подготавливает студента к выпускной квалификационной работе.

Методические указания включают в себя три раздела. В первом разделе приведены и раскрыты этапы выполнения курсовой работы. Во втором разделе сформулированы правила ведения лабораторного журнала, являющегося документом, предшествующим курсовой работе. В третьем разделе рассмотрены отдельные методики синтеза некоторых органических соединений, включая уравнения основных реакций, перечень оборудования и реактивов, особенности идентификации.

Текстовую часть методической разработки дополняет графический материал, включающий иллюстрации и схемы приборов и оборудования, используемых при осуществлении синтезов органических соединений.

Методические указания составлены с учетом рабочих программ дисциплины «Органическая химия» для студентов специальности 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия и направления подготовки 04.03.01 Химия. Материал методических указаний предполагает наличие базовых знаний студентов по общей и органической химии, спектральному анализу.

Примерный перечень тем курсовых работ по дисциплине «Органическая химия» представлен в Приложении А.

1 Этапы выполнения курсовой работы по дисциплине «Органическая химия»

Выполнение курсовой работы предполагает прохождение следующих этапов.

1. *Получение студентом задания на выполнение курсовой работы.* Задание на курсовую работу является индивидуальным для каждого студента и выдается преподавателем заблаговременно до начала выполнения работы.

2. *Сбор литературы по обозначенной теме исследования.* Поиск литературы реализуется посредством использования учебных и научных изданий университетской библиотеки, электронно-библиотечных систем, интернет-ресурсов. Найденные методики синтеза органических веществ должны быть обсуждены с преподавателем.

3. *Осуществление расчетов согласно методике (раздел 2).*

4. *Инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории органической химии.* Студент допускается к практической части курсовой работы при полном знании техники выполнения эксперимента и правил поведения в химической лаборатории, поставив подпись в журнале по технике безопасности.

5. *Подготовка рабочего места.* Для выполнения эксперимента каждому студенту в лаборатории выделяется отдельное место по согласованию с преподавателем и инженером. Покидать рабочее место во время выполнения работы без предупреждения строго запрещено.

6. *Реализация эксперимента.* Данный этап включает очистку исходных веществ и растворителей, необходимых для осуществления синтеза; синтез вещества согласно методике; выделение и очистку целевого продукта реакции; идентификацию вещества возможными методами.

7. Обработка экспериментальных данных.

После обработки и обсуждения результатов работы и в случае признания их удовлетворительными работа принимается, о чем делается запись в журнале преподавателя и лабораторном журнале студента.

8. Подготовка рукописи курсовой работы. Текстовая часть курсовой работы должна содержать следующие структурные элементы: титульный лист; задание на курсовую работу; аннотацию (на русском и английском языках); содержание; введение; основную часть; заключение; список использованных источников; обозначения и сокращения (при необходимости); приложения.

Курсовая работа оформляется в строгом соответствии со Стандартом организации СТО 02069024.101-2015 «Работы студенческие. Общие требования и правила оформления». Режим доступа: <http://www.osu.ru/doc/385>.

9. Защита и оценка курсовой работы. К защите курсовой работы допускаются студенты своевременно выполнившие и сдавшие оформленную работу в обозначенный срок. Защита курсовой работы проводится, как правило, в виде заслушивания и обсуждения результатов работы. Форма отчетности – рукопись курсовой работы и доклад-презентация.

Результаты выполнения и защиты курсовой работы определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Оценка работы осуществляется по следующим критериям: обоснованность цели и задач исследования; техническая и химическая грамотность студента; уровень самостоятельности; стиль и язык изложения (научность, конкретность, лаконичность, соблюдение правил грамматики русского языка); качество оформления работы и презентационных материалов; объем и актуальность списка использованных источников; качество защиты (владение излагаемым материалом, полноценные ответы на вопросы, корректность поведения).

2 Правила ведения лабораторного журнала

При выполнении заданий по синтезу органических соединений следует вести лабораторный журнал, записывая в него как можно подробнее все расчеты, наблюдения, результаты опытов и зарисовывая схемы приборов. Никогда не следует полагаться на свою память, а запись на отдельных листках недопустима. Лабораторный журнал рекомендуется оформлять по прилагаемому образцу (Приложение Б).

Перед выполнением экспериментальной работы необходимо:

- 1) записать в журнал название синтеза, цель работы, дату начала работы;
- 2) написать уравнение и механизм основной реакции, по которой производится расчет, а также промежуточных и побочных реакций, если они имеют место;
- 3) внести в таблицы из справочника физические свойства (т. кип., т. пл., ρ , n_D^{20} , растворимость), молекулярные массы всех веществ, принимающих участие в реакциях (исходных, побочных и конечных), и их физиологическое действие. Для кислот и щелочей в таблицу вносят концентрации и плотность, для растворителей - т. кип., ρ ;
- 4) произвести перерасчет количества исходных веществ для синтеза (если преподавателем предложено исходить из иных количеств, чем указано в руководстве), сравнить рецептурные количества в молях с количествами, рассчитанными по уравнениям реакций, уяснить необходимость избыточных количеств некоторых реагентов;
- 5) вычислить теоретический выход синтезируемого вещества. Выход вычисляют по тому из исходных веществ, которое введено в реакцию в недостатке. Так, например, при получении этилбромида по уравнению реакции (Приложение Б) на 1 моль бромида калия требуется 1 моль спирта. Согласно же методике, на 0,5 моль бромида калия рекомендуется брать 0,7 моль спирта, т. е. избыток последнего, поэтому выход этилбромида вычисляют по отношению к

бромиду калия. Теоретически из 0,5 моль бромида калия должно получиться 0,5 моль этилбромида или $109 \text{ г/моль} \cdot 0,5 \text{ моль} = 54,5 \text{ г}$. Практически же обычно получают около 42 г или $42 \text{ г} \cdot 100 / 54,5 \text{ г} = 77 \%$ от теоретического;

б) составить план работы, который не должен быть копией рекомендуемой методики. В нем подробно по пунктам записываются все последовательные операции, подлежащие выполнению при проведении синтеза; даются пояснения к ним; операции по возможности выражаются химическими уравнениями. В каждой стадии работы в плане обязательно отмечаются количества используемых веществ;

7) тщательно продумать состав реакционной смеси на каждой стадии работы;

8) изобразить на отдельной странице схемы всех приборов, применяемых в синтезе.

Все указанные выше записи и расчеты представляются преподавателю. После беседы со студентом по химизму синтеза, методике его проведения и проверки собранного прибора преподаватель подписывает требование на выдачу реактивов.

При проведении экспериментальной работы в журнал вносятся записи:

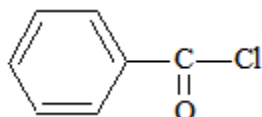
1) описание очистки исходных веществ, если она производилась; 2) описание особенностей протекания реакции (изменение цвета, разогревание, выделение газа и т.д.); 3) указания на допущенные отступления от методики и руководства, причины таких отступлений и их последствия; 4) описание методов очистки продуктов реакции с указанием выходов неочищенных и очищенных препаратов; 5) константы и выход полученного вещества в граммах и в процентах от теоретически вычисленного и указанного в руководстве выхода; б) спектральные характеристики продукта (из справочных данных): ИК-, УФ-, ЯМР- и масс-спектры. По возможности осуществить запись спектров и их интерпретацию.

По окончании экспериментальной работы полученные вещества (очищенные и охарактеризованные температурами плавления или кипения, показателем преломления) представляются преподавателю вместе с лабораторным журналом.

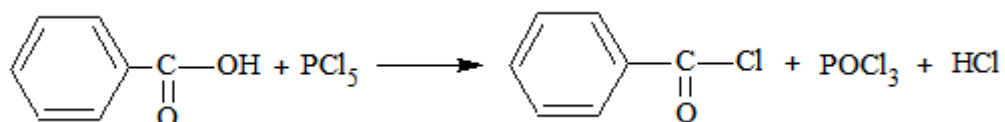
3 Методики синтезов некоторых органических веществ

3.1 Бензоилхлорид

Формула:



Основная реакция:



Оборудование: колба круглодонная (100 мл), колба Вюрца (100 мл), колба коническая, холодильник воздушный, холодильник Либиха, аллонж, электроплитка или колбонагреватель, термометр.

Реактивы: бензойная кислота 12,2 г (0,1 моль), пятихлористый фосфор 21 г (0,1 моль).

Сборка приборов

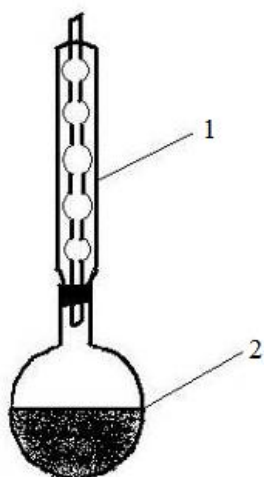
1. Круглодонную колбу емкостью 100 мл при помощи резиновой пробки соединяют с обратным воздушным холодильником (рисунок 1).

2. Колбу Вюрца емкостью 100 мл соединяют с термометром и нисходящим водяным холодильником (рисунок 2).

Выполнение синтеза

Работу необходимо проводить *в вытяжном шкафу!*

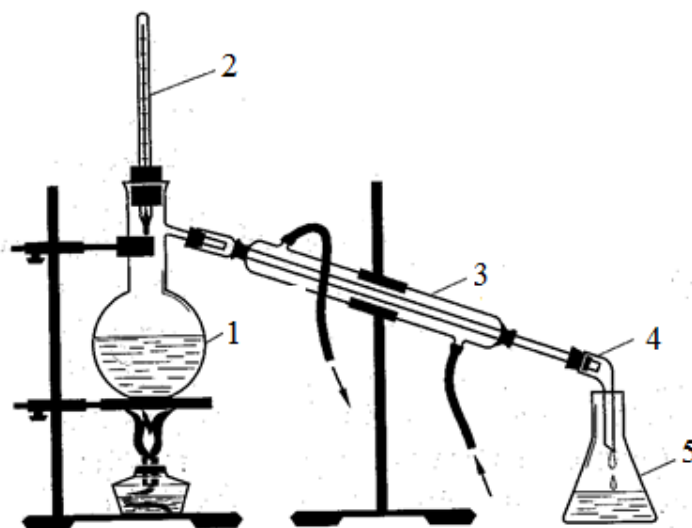
В круглодонную колбу вносят 12,2 г бензойной кислоты и 21 г пятихлористого фосфора (рисунок 1). Затем встряхивают колбу до тех пор, пока смесь не станет жидкой.



1 – обратный воздушный холодильник, 2 – круглодонная колба 100 мл

Рисунок 1 – Прибор для синтеза хлористого бензоила

Собирают прибор, изображенный на рисунке 2. Сначала отгоняют хлорокись фосфора при 110 °С, а затем, сменив водяной холодильник на воздушный, при 199 °С перегоняют хлористый бензоил.



1 – колба Вюрца, 2 – термометр, 3 – водяной холодильник, 4 – аллонж, 5 – колба-приемник

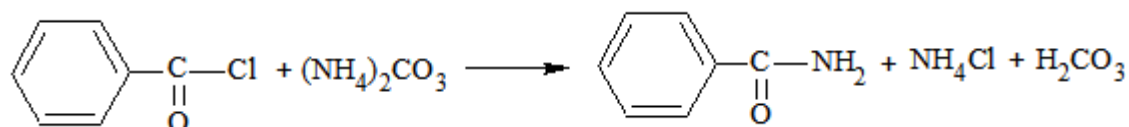
Рисунок 2 – Прибор для очистки и выделения хлористого бензоила

Выход хлористого бензоила – 10 г.

Характеристика и идентификация

Хлористый бензоил – бесцветная, слегка дымящая на воздухе жидкость с резким запахом; хорошо растворим в эфире, хлороформе и бензоле. Молекулярный вес 140,57; т. кип. 197,9 °С; т. пл. – 0,6 °С; $n_D^{20} = 1,219$; $n_D^{20} = 1,5535$.

При растирании 2 г углекислого аммония в фарфоровой чашке с 1 г хлористого бензоила образуется осадок бензамида:



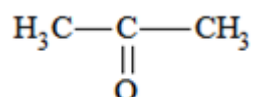
ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3080-3030 ν ($\text{C}_{\text{Ar}}\text{-H}$), 1625-1575 и 1525-1475 ν ($\text{C}_{\text{Ar}}\text{-C}_{\text{Ar}}$), 1820-1750 ν (C=O), 750-500 ν (C-Cl).

Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: (рисунок В.1, приложение В).

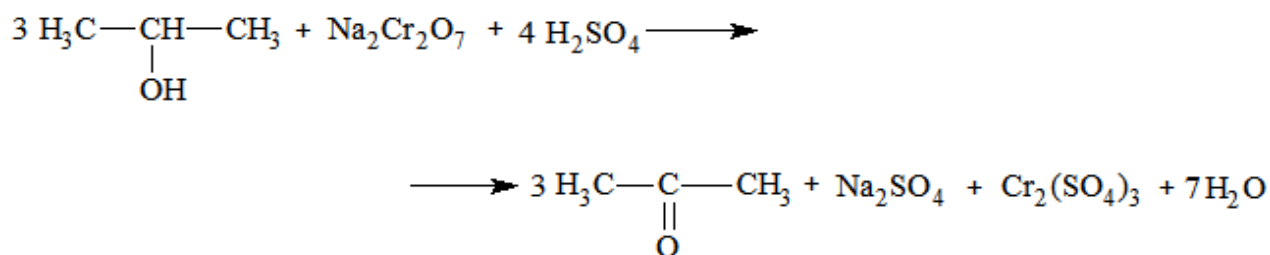
С помощью хлористого бензоила открывают спирты, амины, фенолы; его используют для синтетических целей. Хранят в хорошо закупоренных склянках с притертыми пробками или в ампулах. Пары хлористого бензоила раздражают слизистые оболочки, вызывая слезотечение.

3.2 Ацетон

Формула:



Основная реакция:

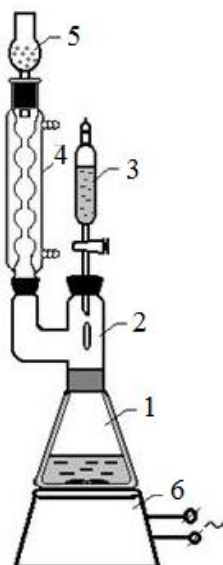


Оборудование: двурогий фюрштосс, водяной холодильник, капельная воронка колба (200 мл), колба-приемник, электроплитка или колбонагреватель, водяная баня.

Реактивы: изопропиловый спирт 20 мл; дихромат натрия 22,8 г; серная кислота ($d = 1,84 \text{ г/см}^3$).

Сборка прибора и выполнение синтеза

В колбу емкостью 200 мл вставляют двурогий фюрштосс, соединенный с обратным холодильником и капельной воронкой (рисунок 3). В колбу наливают 20 мл изопропилового спирта. Затем в небольшом стакане растворяют 22,8 г дихромата натрия в 60 мл воды и осторожно при помешивании приливают 20 мл концентрированной серной кислоты. Полученный раствор хромовой смеси помещают в капельную воронку и осторожно небольшими порциями (по 1–2 мл) прибавляют в колбу. Сразу начинается реакция окисления, сопровождающаяся выделением теплоты и сильным разогреванием реакционной смеси. Последующие порции хромовой смеси приливают постепенно при встряхивании колбы и после некоторого ее остывания. Когда вся хромовая смесь будет прибавлена, колбу нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин.



1 – колба на 200 мл, 2 – двурогий форштосс, 3 – капельная воронка, 4 – обратный холодильник, 5 – хлоркальциевая трубка, 6 – плитка (водяная баня)

Рисунок 3 – Прибор для синтеза ацетона

Затем реакционную смесь в колбе охлаждают, переливают в колбу Вюрца с нисходящим холодильником и отгоняют ацетон на водяной бане в предварительно взвешенную колбу-приемник, собирая фракцию, кипящую в пределах от 55 °С до 58 °С.

Выход ацетона около 10 г.

Характеристика и идентификация

Ацетон (диметилкетон, 2-пропанон) – бесцветная прозрачная жидкость с характерным запахом, с водой смешивается во всех отношениях. Молекулярный вес 58,08; т. кип. 56,24 °С; т. пл. – 95,35 °С; $n_D^{20} = 0,7908$; $n_D^{20} = 1,3590$.

В химико-токсикологическом анализе для обнаружения ацетона применяют реакции с растворами йода (проба Либена), нитропруссид натрия (проба Легалья), фурфурола, *o*-нитробензальдегида и метод микродиффузии.

ИК спектр, ν , см^{-1} : 1750-1700 ν (C=O).

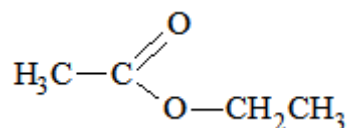
Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: (рисунок В.2, приложение В).

Ацетон применяется как сырьё для синтеза многих важных химических продуктов. Широкое применение ацетон находит в качестве растворителя.

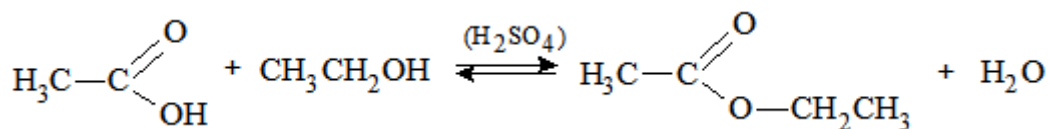
Ацетон ядовит, но относится к малоопасным веществам (класс опасности IV, Сильно раздражает слизистые оболочки: длительное вдыхание больших концентраций паров приводит к возникновению воспаления слизистых оболочек, отёку лёгких и токсической пневмонии. Пары оказывают слабое наркотическое действие, сопровождаемое, чаще всего, дисфорией. При попадании внутрь вызывает состояние опьянения, сопровождаемое слабостью и головокружением, нередко - болями в животе; в существенных количествах возникает выраженная интоксикация.

3.3 Этилацетат

Формула:



Основная реакция:

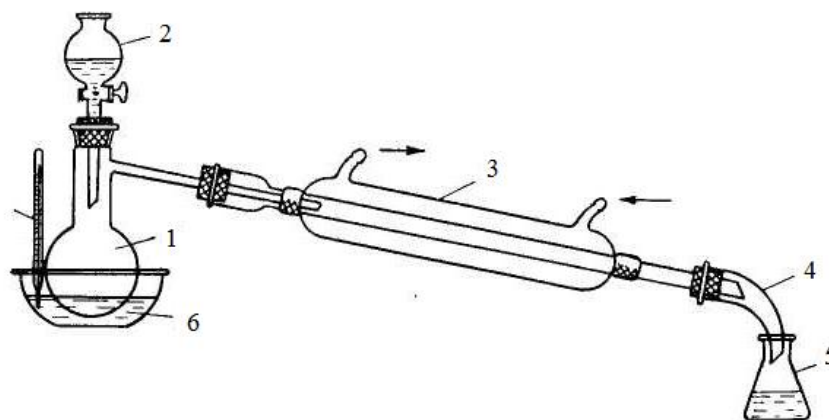


Оборудование: колба Вюрца (100 мл), капельная воронка, водяной холодильник, аллонж, колба-приемник, водяная баня.

Реактивы: уксусная кислота ледяная 20 мл, этиловый спирт (95 %-ный) 23 мл, серная кислота ($d = 1,84 \text{ г/см}^3$), карбонат натрия, хлорид кальция.

Сборка прибора и выполнение синтеза

В колбу Вюрца емкостью 100 мл, соединенную с капельной воронкой и нисходящим водяным холодильником (рисунок 4), наливают 3 мл этилового спирта. Осторожно при перемешивании добавляют 3 мл концентрированной серной кислоты. Колбу нагревают на водяной бане до 140°C (термометр в бане).



1 – колба Вюрца, 2 – капельная воронка, 3 – водяной холодильник, 4 – аллонж,
5 – колба-приемник, 6 – водяная баня

Рисунок 4 – Прибор для синтеза этилацетата

По достижении этой температуры в колбу начинают приливать из капельной воронки смесь 20 мл этилового спирта и 20 мл ледяной уксусной кислоты. Приливание ведут с такой скоростью, с какой отгоняется образующийся эфир. Реакция продолжается около 2 часов. При выполнении синтеза необходимо следить, чтобы температура бани не поднималась выше 140 °С. При перегревании смеси усиливаются побочные реакции: дегидратация этилового спирта, приводящая к образованию диэтилового эфира, и окислительно-восстановительные реакции, приводящие к обугливанию (почернению) содержимого колбы и образованию оксида серы (IV).

Отгоняющийся этилацетат содержит примеси уксусной кислоты и этилового спирта. Для удаления уксусной кислоты к дистилляту в колбу-приемник при энергичном перемешивании стеклянной палочкой добавляют насыщенный раствор карбоната натрия (*осторожно!*). Жидкость вспенивается от выделяющегося оксида углерода (IV). Раствор соды добавляют до тех пор, пока синяя лакмусовая бумажка, опущенная в верхний слой (этилацетат), не перестанет краснеть.

Смесь переливают в делительную воронку, сливают нижний (водный) слой, а верхний (эфирный) для удаления этилового спирта встряхивают с насыщенным раствором хлорида кальция (10 г хлорида кальция и 10 мл воды). С первичными спиртами хлорид кальция образует кристаллические молекулярные соединения, в

данном случае $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, которое нерастворимо в этилацетате, но растворимо в воде. Снова разделяют слои в делительной воронке. Верхний слой (этилацетат) сушат безводным хлоридом кальция и перегоняют из колбы Вюрца, нагреваемой на водяной бане. Собирают фракцию, кипящую при $75\text{ }^\circ\text{C} - 79\text{ }^\circ\text{C}$.

Выход этилацетат составляет 20 г.

Характеристика и идентификация

Этилацетат (уксусноэтиловый эфир, этиловый эфир уксусной кислоты) — бесцветная жидкость с приятным запахом. Смешивается с этиловым спиртом, диэтиловым эфиром, хлороформом, бензолом, ограниченно растворяется в воде (при $20\text{ }^\circ\text{C}$ образует 8,5 %-ный раствор). Молекулярный вес 88,11; т. кип. $77,15\text{ }^\circ\text{C}$; т. пл. $-83,6\text{ }^\circ\text{C}$; $n_D^{20} = 0,901$; $n_D^{20} = 1,3724$.

ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1750-1735 ν (C=O), 1330-1050 ν (C-O-C) (две полосы: полоса антисимметрического колебания с более высокой частотой и полоса симметрического колебания с меньшей частотой).

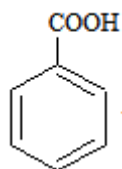
Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: (рисунок В.3, приложение В).

Этилацетат широко используют как растворитель.

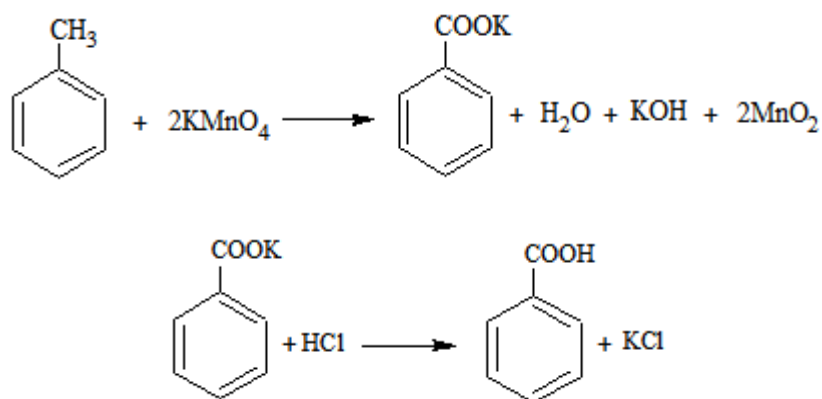
Пары этилацетата раздражают слизистые оболочки глаз и дыхательных путей, при действии на кожу вызывают дерматиты и экземы.

3.4 Бензойная кислота

Формула:



Основная реакция:



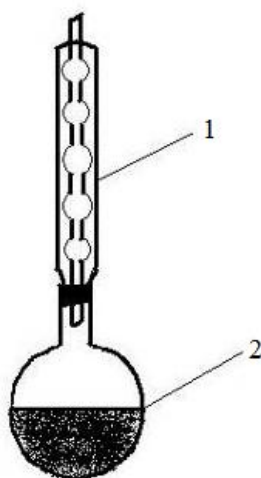
Оборудование: воздушный холодильник, круглодонная колба (200 мл), песчаная баня, воронка Бюхнера, колба Бюнзена, водоструйный насос.

Реактивы: толуол 1,2 мл, перманганат калия 3,4 г (порошок), хлороводородная кислота (раствор), дистиллированная вода, чашка для испарения, индикатор – конго красный.

Сборка прибора и выполнение синтеза

В круглодонную колбу емкостью 200 мл с обратным холодильником помещают 1,2 мл толуола, 75 мл воды и 3,4 г мелко растертого перманганата калия (рисунок 5). Реакционную смесь кипятят в течение 4 ч на песчаной бане при частом взбалтывании. Для равномерного кипячения в колбу бросают несколько кусочков пористого кирпича. Об окончании реакции окисления судят по обесцвечиванию раствора. Если смесь остается окрашенной, прибавляют несколько капель этилового спирта или щавелевой кислоты до ее обесцвечивания. Реакционную смесь охлаждают, отсасывают на воронке Бюхнера выпавший осадок оксида марганца (IV). Дважды промывают его на фильтре горячей водой порциями по 10 мл. Объединенные фильтраты упаривают в чашке на водяной бане или песочной бане до объема 10–15 мл. Затем фильтруют от выпавшего вновь оксида марганца (IV) и также промывают осадок на воронке 10 мл горячей воды. Объединенный фильтрат с промывной водой охлаждают и добавляют в него по каплям раствор хлороводородной кислоты (1:1) до кислой реакции по конго

красному. Выпавшую бензойную кислоту отфильтровывают на воронке Бюхнера. Промывают на воронке небольшим количеством ледяной воды и сушат на воздухе.



1 – обратный воздушный холодильник, 2 – круглодонная колба

Рисунок 5 – Прибор для синтеза бензойной кислоты

Выход неочищенной бензойной кислоты составляет 1 г.

Очистку бензойной кислоты осуществляют по следующей методике: 3 г загрязненной бензойной кислоты помещают в стакан емкостью 100 мл, заливают 60 мл воды и нагревают при перемешивании стеклянной палочкой до кипения. Если в растворе остается белый осадок бензойной кислоты, добавляют дополнительно 10-15 мл кипящей воды. Кипящий раствор бензойной кислоты отделяют от нерастворимых примесей методом горячего фильтрования, для чего в стакан емкостью 150-200 мл наливают около 20 мл воды (толщина слоя должна быть около 10 мм), закрывают стакан обычной воронкой с фильтром и нагревают на плитке. Когда воронка с фильтром нагреется парами кипящей воды, начинают фильтрование. Растворение бензойной кислоты и подготовку установки для горячего фильтрования начинают одновременно. Фильтрат медленно (не встряхивая) охлаждают. Когда основная масса бензойной кислоты закристаллизуется, стакан с фильтратом охлаждают холодной водой. Полученный продукт отфильтровывают. После высушивания определяют массу и температуру плавления очищенной бензойной кислоты. Ожидаемый выход: 2,5 г.

Характеристика и идентификация

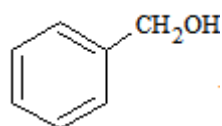
Бензойная кислота - кристаллическое вещество в виде пластинок, плохо растворяется в холодной воде, лучше в горячей (при 18 °С растворимость 2,7 г, при 100 °С - 59 г в 1 л воды). Хорошо растворяется в хлороформе, ацетоне, бензоле, метиловом спирте. Молекулярный вес 122,12; т. кип. 249 °С; т. пл. 122 °С.

ИК спектр, ν , см^{-1} : 3550-2500 ν (ОН) (в сильно разбавленных растворах проявляется узкая полоса при 3550-3500 см^{-1} ; при образовании водородных связей частота понижается, а полоса уширяется), 3080-3030 ν ($\text{C}_{\text{Ar}}\text{-H}$), 1625-1575 и 1525-1475 ν ($\text{C}_{\text{Ar}}\text{-C}_{\text{Ar}}$), 1700-1680 см^{-1} ν (C=O).

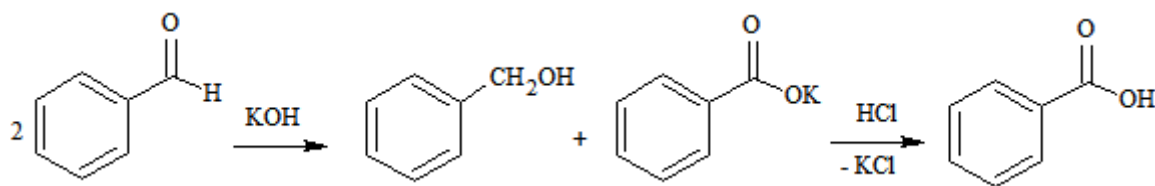
Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: (рисунок В.4, приложение В).

3.5 Бензиловый спирт

Формула:



Основная реакция:



Оборудование: колба Эрленмейера объемом 50 мл с пробкой, делительная и коническая воронки, колба Вюрца, прямой и воздушный холодильники, аллонж, воронка Бюхнера, колба Бунзена, комплект посуды для перекристаллизации.

Реактивы: бензальдегид 10,6 г, гидроксид калия 9,0 г, диэтиловый эфир 60 мл, сульфат натрия, серная или соляная кислота (25 %-ный водн. раствор), универсальная индикаторная бумага.

Сборка прибора и выполнение синтеза

В колбу помещают бензальдегид (10,6 г) (см. *Примечание 1*) и охлажденный раствор гидроксида калия (9 г) в воде (6 мл), колбу закрывают пробкой, смесь встряхивают до образования стойкой эмульсии и оставляют на сутки. К образовавшейся массе прибавляют воду (20–30 мл, см. *Примечание 2*) и из полученной смеси экстрагируют бензиловый спирт диэтиловым эфиром (2–3 раза порциями по 15–20 мл, см. *Примечание 3*). Экстракты объединяют и промывают водой (см. *Примечание 4*) до нейтральной реакции (универсальная индикаторная бумага). Эфирный экстракт сушат прокаленным сульфатом натрия, раствор отфильтровывают и отгоняют эфир на нагретой водяной бане. Заменяют прямой холодильник воздушным и перегоняют остаток. Получают около 4 г (37 %) бензинового спирта с т. кип. от 203 °С до 206 °С.

Примечания

1. При работе с бензальдегидом следует соблюдать меры предосторожности, так как его попадание на кожу может вызвать раздражение.

2. Для снижения потерь бензинового спирта (частично растворимого в воде) следует прибавлять минимальное количество воды, достаточное для проведения экстракции.

3. При отсутствии диэтилового эфира можно использовать этилацетат или толуол.

4. При наличии в лаборатории гидросульфита натрия экстракт целесообразно промыть водным раствором гидросульфита для удаления непрореагировавшего бензальдегида, который зачастую затрудняет очистку бензинового спирта.

Характеристика и идентификация

Бензиловый спирт – бесцветная жидкость со слабым приятным запахом. Хорошо растворим в органических растворителях и жидких SO_2 и NH_3 , в 100 г воды растворяется 4 г бензинового спирта. Молекулярный вес 108,14; т. кип. 205,8 °С; т. пл. - 15 °С; плотность 1,0455 г/см³ при 20 °С.

ИК спектр, ν , см^{-1} : 3650-3200 ν (ОН) (полосы поглощения гидроксильных групп, связанных водородными связями, имеют увеличенную ширину и смещены в более низкочастотную область (3550-3200) по сравнению со свободными (3650-3590), 3080-3030 ν ($\text{C}_{\text{Ar}}\text{-H}$), 1625-1575 и 1525-1475 ν ($\text{C}_{\text{Ar}}\text{-C}_{\text{Ar}}$).

Спектр ЯМР ^1H , δ , м.д.: (рисунок В.5, приложение В).

Бензиловый спирт применяют в парфюмерии, а также как растворитель лаков.

Выделение бензойной кислоты

Водно-щелочной раствор, оставшийся после экстракции бензинового спирта, подкисляют до слабокислой реакции (универсальная индикаторная бумага) 25 %-ным раствором серной или соляной кислоты.

Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера (рисунок б), промывают холодной водой до нейтральной реакции (универсальная индикаторная бумага), перекристаллизовывают из воды и сушат на воздухе. Выход бензойной кислоты – около 6 г (48 %) с т. пл. от 120 °С до 122 °С.

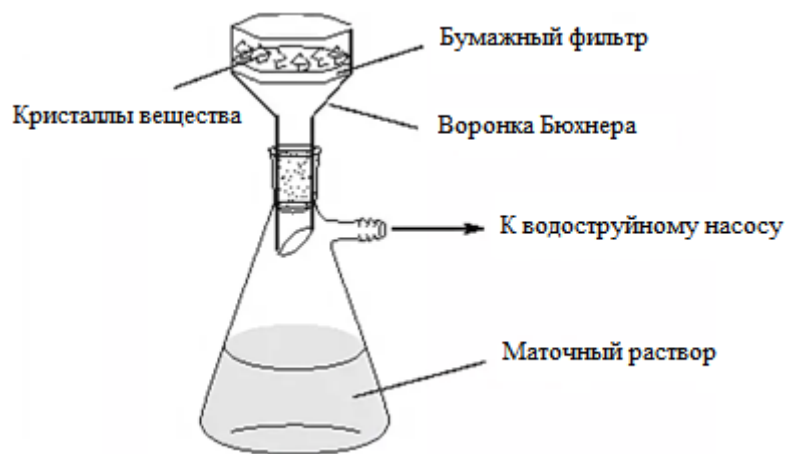


Рисунок б – Фильтрация на вакуумном насосе

Список использованных источников

- 1 Стандарт организации СТО 02069024.101-2015 «Работы студенческие. Общие требования и правила оформления», ОГУ, 2015. – 85 с.
- 2 Травень, В.Ф. Практикум по органической химии: учебное пособие / В.Ф. Травень, А.Е. Щекотинин. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2014. – 592 с. – ISBN 978-5-9963-0359-5.
- 3 Лабораторные работы по органическому синтезу : учебное пособие / О.А. Птицина, Н.В. Куплетская, В.К. Тимофеева. – М.: Просвещение, 1979. – 256 с.
- 4 Иванов, В.Г. Практикум по органической химии : учебное пособие для вузов / В.Г. Иванов, О.Н. Гева, Ю.Г. Гаверова. – М. : Академия, 2002. – 288 с. – ISBN 5-7695-0586-9.
- 5 Теренин, В.И. Практикум по органической химии / В.И. Теренин и др; под ред. Н.С. Зефирова. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015. – 571 с. – ISBN 978-5-9963-2165-0.
- 6 Органическая химия : практикум: учебное пособие / Е.А. Строганова, И.Н. Паршина, М.А. Киекпаев, П.А. Пономарева. – Ч. 2 : Методы выделения, очистки и идентификации органических соединений. – Оренбург : Университет, 2013. – 127 с. – ISBN 978-5-4418-0034-1.
- 7 Органическая химия : практикум: учебное пособие / Е.А. Строганова, П.А. Пономарева, М.А. Киекпаев. – Ч. 3 : Применение методов УФ, ИК и ПМР спектроскопии в структурном анализе органических соединений. – Оренбург : Университет, 2013. – 116 с. – ISBN 978-5-4418-0035-8.

Приложение А

(обязательное)

Примерный перечень тем курсовых работ по дисциплине

«Органическая химия»

1. Синтез, очистка и идентификация ацетона.
2. Синтез, очистка и идентификация бензилового спирта.
3. Синтез, очистка и идентификация этилбензоата.
4. Синтез, очистка и идентификация коричной кислоты.
5. Синтез, очистка и идентификация хинолина (по Скраупу).
6. Синтез и очистка 4-(4-бромфенил)-7-гидрокси-хинолин-2-карбоновой кислоты.
7. Синтез и очистка 7-гидрокси-4-метилхинолин-2-карбоновой кислоты.
8. Синтез, очистка и идентификация этилбромида.
9. Синтез, очистка и идентификация ацетилсалициловой кислоты.
10. Синтез, очистка и идентификация ацетоуксусного эфира.
11. Синтез, очистка и идентификация бромбензола.
12. Синтез, очистка и идентификация *para*-толуолсульфокислоты.
13. Синтез, очистка и идентификация бензоилпероксида.
14. Синтез и очистка *трис*-(1-оксо-4-фенил-1-этокси-2,4-бутандионато)-лантана.
15. Синтез, очистка и идентификация *para*-метилацетофенона.
16. Синтез, очистка и идентификация диэтилмалоната.
17. Синтез, очистка и идентификация бутилацетата.
18. Синтез, очистка и структурный анализ 1-бутоксид-5-метил-1,4-диоксо-2-гексен-2-олята натрия.

Приложение Б

(обязательное)

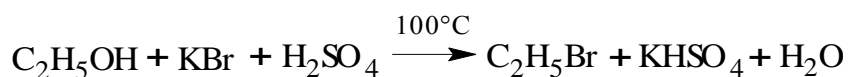
Образец оформления лабораторного журнала

Синтез этилбромиды

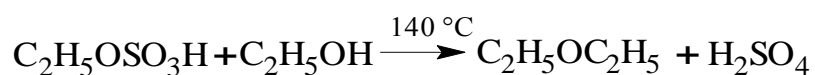
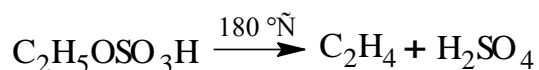
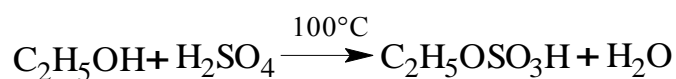
Цель работы: получение и идентификация этилбромиды.

Уравнения реакций:

а) основной:



б) побочных:



в) механизм основной реакции:

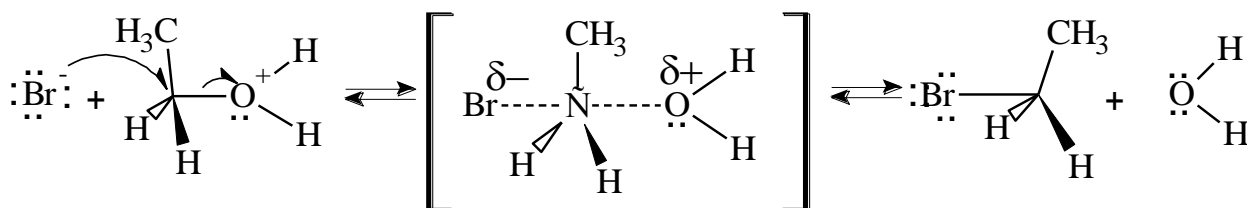
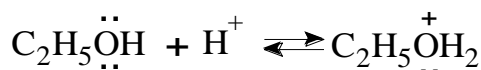
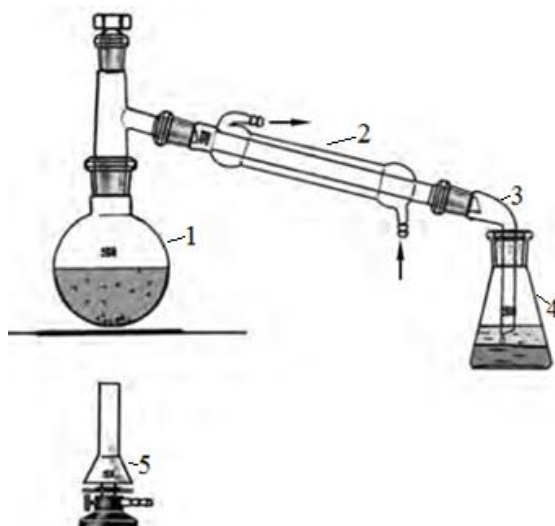


Схема прибора



1 – колба Вюрца, 2 – холодильник, 3 – аллонж, 4 – колба-приемник, 5 – горелка

Рисунок 5.1 – Прибор для синтеза этилбромида

План работы

Стадии работы	Наблюдения
<ol style="list-style-type: none">1. Собирают прибор.2. Помещают в колбу Вюрца спирт, 35 мл воды и при постоянном перемешивании и охлаждении постепенно приливают 75 мл конц. H_2SO_4.3. Смесь охлаждают до $18\text{ }^{\circ}C - 20\text{ }^{\circ}C$ и при перемешивании добавляют 60 г тонко растертого бромида калия.4. Присоединяют колбу к холодильнику и нагревают на сетке. После прекращения выделения этилбромида выключают горелку и убирают приемник.5. В делительной воронке отделяют этилбромид от воды.6. Высушивают хлоридом кальция.7. Перегоняют продукт, собирая фракцию в интервале трех градусов ($35\text{ }^{\circ}C - 38\text{ }^{\circ}C$).	<ol style="list-style-type: none">1. При добавлении кислоты наблюдается разогревание.2. Реакционная смесь окрасилась в желтый цвет.3. При нагревании наблюдается вспенивание. Образующийся продукт в приемнике опускается на дно в виде бесцветных маслянистых капель.4. Этилбромид находится в нижнем слое.5. При добавлении $CaCl_2$ продукт стал прозрачным.6. Т. кип. $35\text{ }^{\circ}C - 38\text{ }^{\circ}C$.

Таблица Б.1 – Расчет синтеза и характеристика исходных веществ

Название реактива и формула	Характеристика исходных веществ					Количество исходных веществ**					
	Относительная молекулярная масса	Физиологическое действие	Константы	Для кислот и щелочей		По методике				По уравнению реакции, моль	Избыток, моль
				Т.пл., °С; Т.кип., °С; ρ, г/см ³ ; n _D ²⁰	Концентрация, %	Плотность, г/см ³	Объем, мл	Масса данной концентрации, г	Масса 100 %-й концентрации, г		
Этанол C ₂ H ₅ OH	46	наркотическое и токсическое*	78,3; 0,789; 1,3614			43	33,5	32	0,7	0,5	0,2
Бромид калия KBr	119							60	0,5	0,5	-
Серная кислота H ₂ SO ₄	98	вызывает ожоги		95,6	1,84	75	135	132	1,3	0,5	0,8

* В зависимости от дозы, концентрации, пути попадания в организм и длительности воздействия

** Количество органических веществ, приведенные в методике, вносят в таблицу 1 в графу «Масса 100 %-й концентрации» (исключение – этиловый спирт, его концентрация 96 %). Некоторые неорганические вещества содержат кристаллизационную воду или примеси, поэтому необходимо вычислять количество 100 % вещества (например, CuSO₄·5H₂O). Количество чистых кислот и щелочей в граммах, содержащиеся в растворах, рассчитывают, пользуясь справочными таблицами, и вносят в графу «Масса 100 %-й концентрации». Для растворителей, применяемых в синтезе или для экстракции, приводят температуру кипения, плотность и количество в мл.

Таблица Б.2 – Характеристика основного и побочных продуктов

Название реактива и формула	Характеристика веществ								
	Относительная молекулярная масса	Физиологическое действие	Константы из справочника				По методике		Отделение основного продукта от побочного и исходных
			т.пл., °С	т.кип., °С	Плотность, г/см ³	n_D^{20}	Растворимость в воде	Кислотно-основные свойства	
Этилбромид C ₂ H ₅ Br	109	высоко-токсическое	-125,5	38,4	1,44	1,4239	Нерастворим	Нейтральное	
Диэтиловый эфир C ₂ H ₅ OC ₂ H ₅	74	наркотическое	-116,3	34,6	0,714	1,3542	Малорастворим	Слабое основание	$\text{Et}_2\ddot{\text{O}} + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightleftharpoons [\text{Et}_2\ddot{\text{O}}\text{H}^+] \text{HSO}_4^-$
Этилен C ₂ H ₄	28		-169,4	-10,5	-	1,84	-	Нейтральное	

Таблица Б.3 – Константы и выход полученного вещества

Название и формула	Константы		Масса продукта, г	Выход, %		Теоретический выход
	т. кип., °С,	n_D^{20}		от теоретического	от указанного в руководстве	
Этил-бромид C_2H_5Br	35-38	1,4233	40	80	90	109 г/моль · 0,5 моль = 54,5 г

Спектральные характеристики

ИК спектр, ν , cm^{-1} : _____

Спектр ЯМР 1H , δ , м.д. (растворитель): _____

Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м.д. (растворитель): _____

Масс-спектр (метод ионизации), m/z ($I_{отн}$, %): _____

Подпись студента _____

Подпись преподавателя _____

« ___ » _____ 20 ___ г.

Приложение В

(обязательное)

Спектры ЯМР ^1H соединений

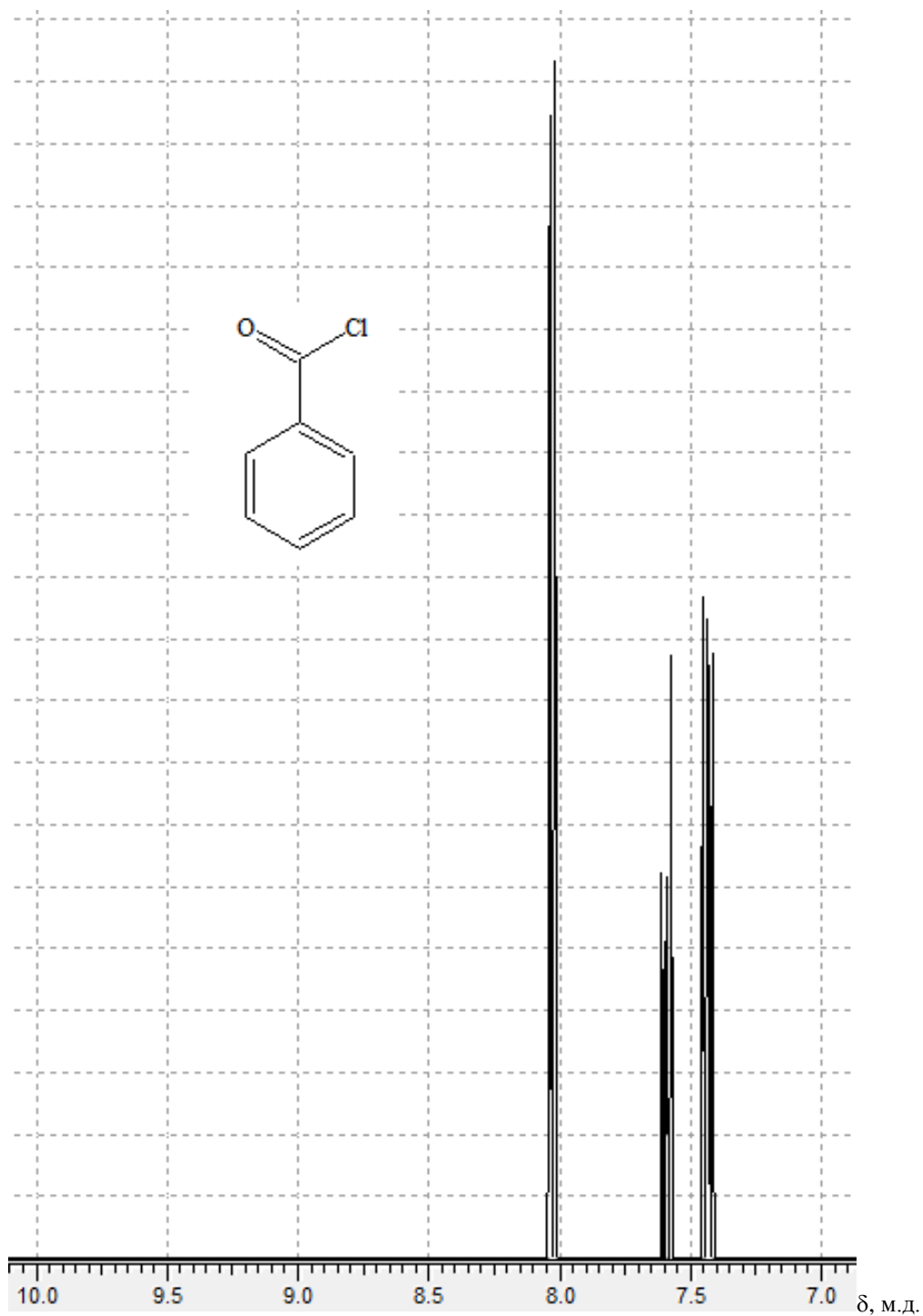


Рисунок В.1 - Спектр ЯМР ^1H бензоилхлорида

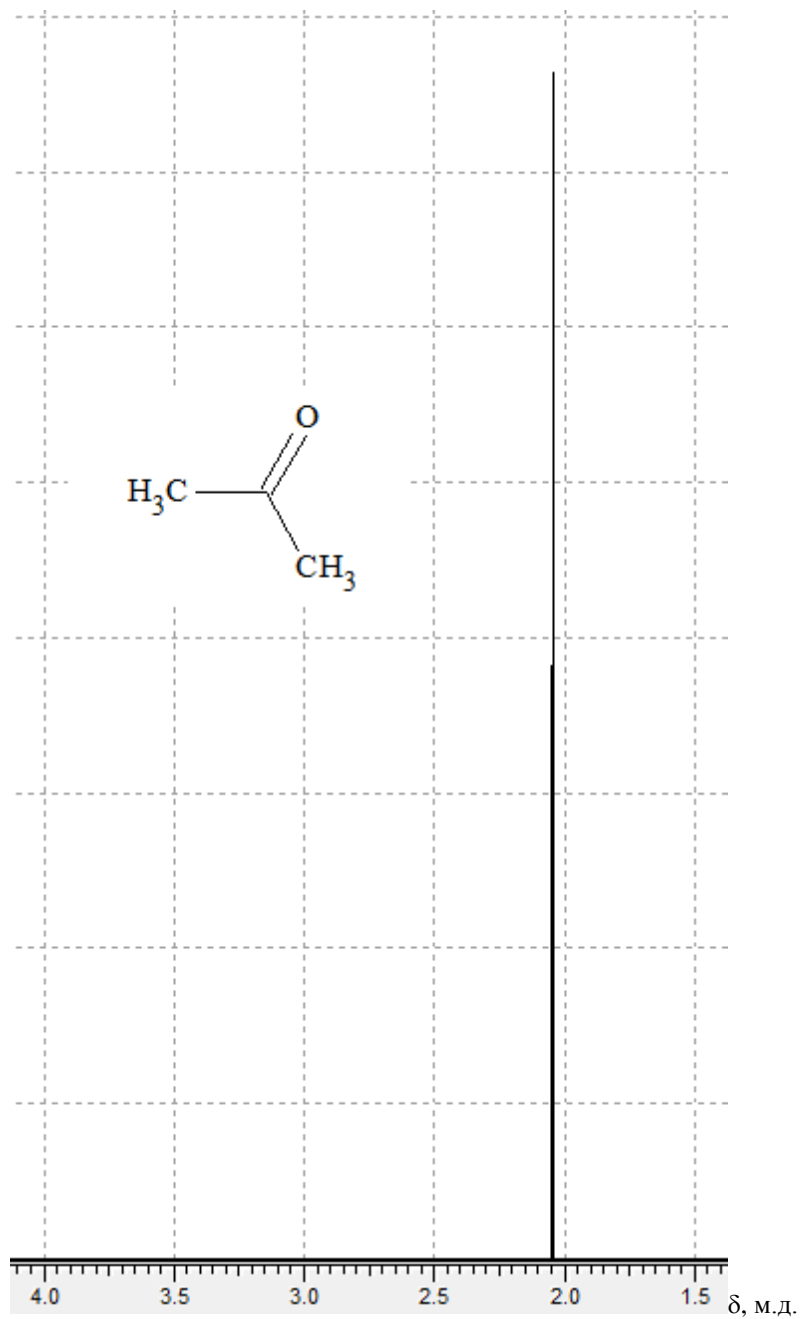


Рисунок В.2 - Спектр ЯМР ^1H ацетона

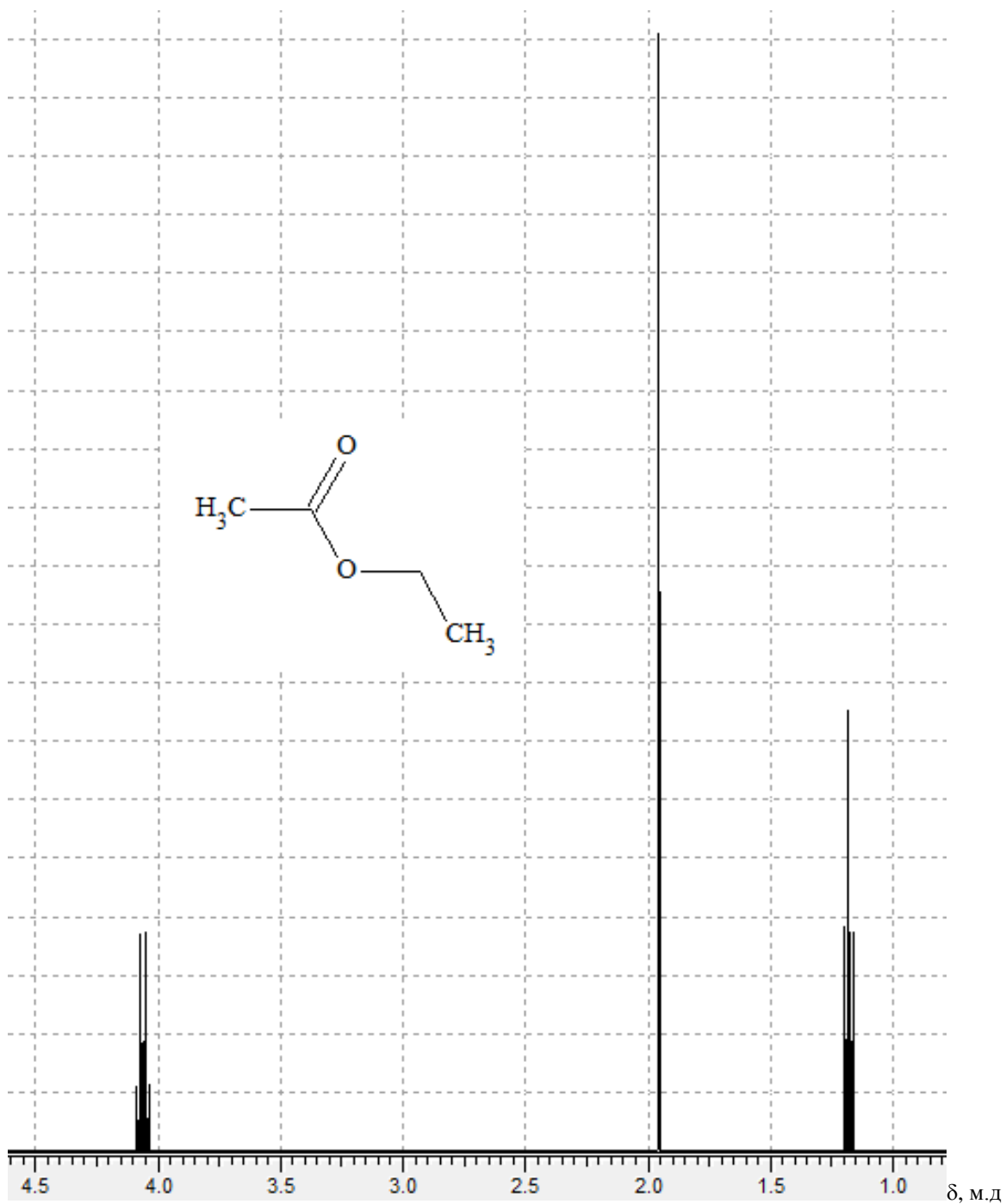


Рисунок В.3 - Спектр ЯМР ^1H этилацетата

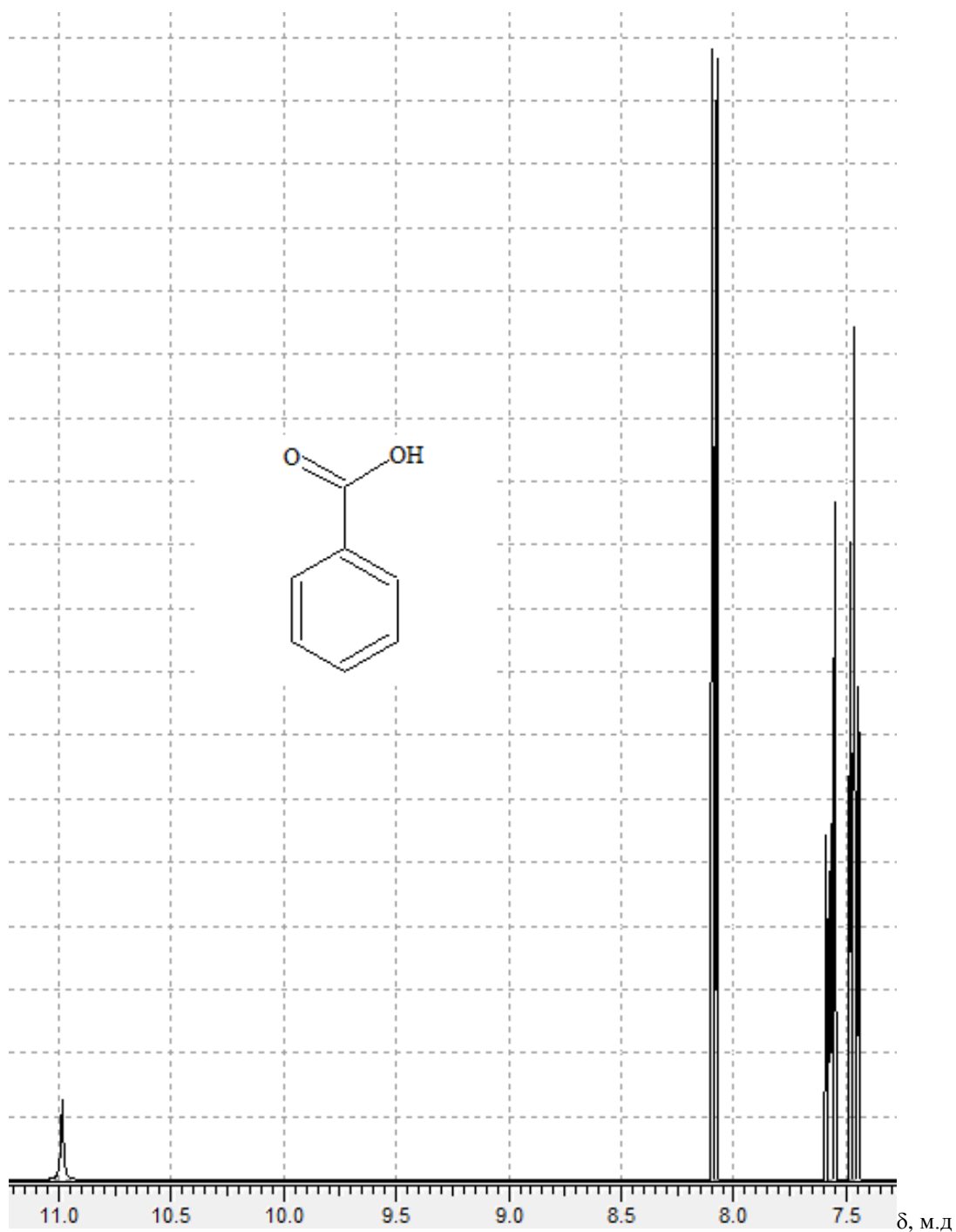


Рисунок В.4 - Спектр ЯМР ^1H бензойной кислоты

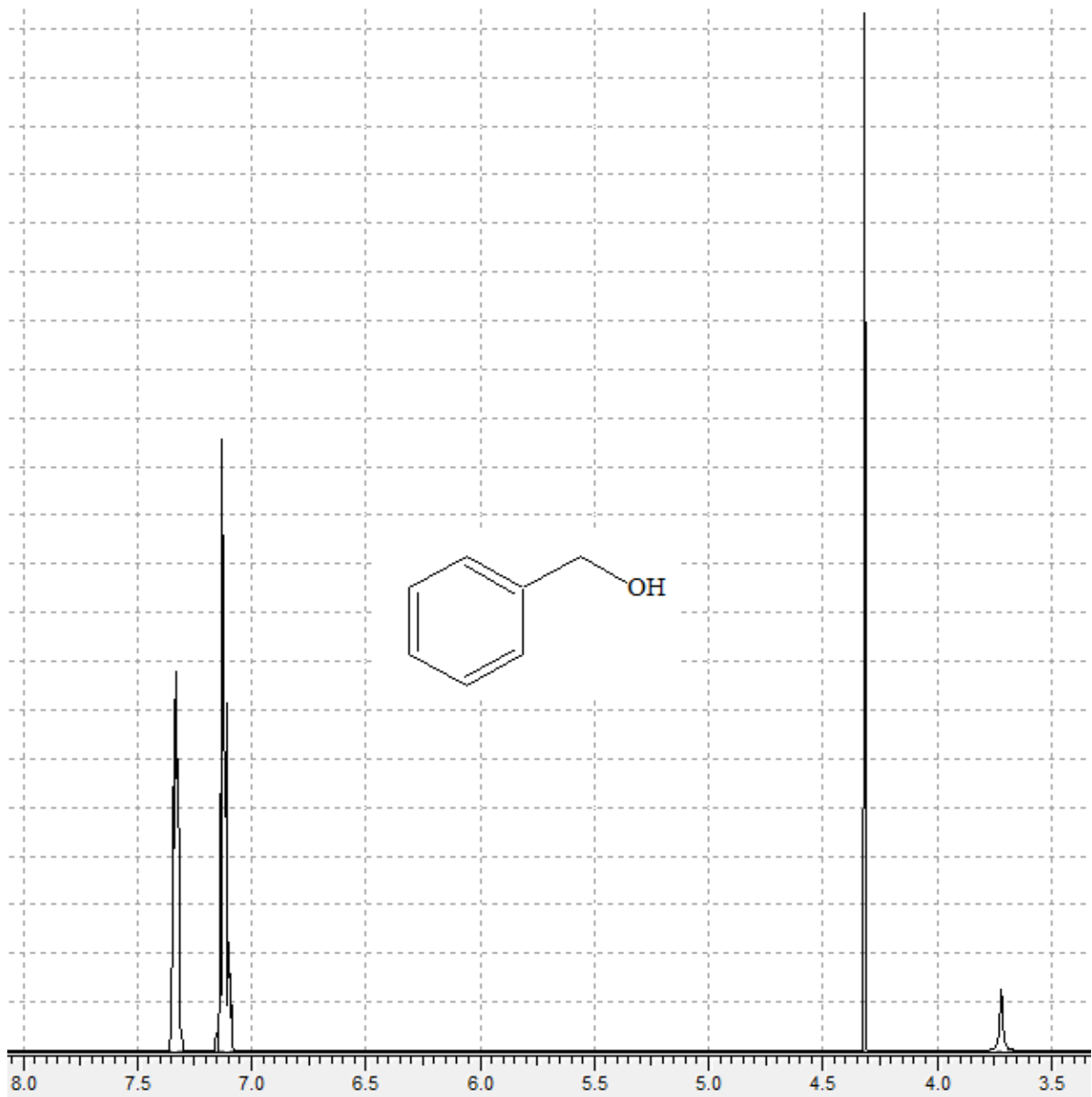


Рисунок В.5 - Спектр ЯМР ^1H бензилового спирта