

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Курганский государственный университет»

Кафедра физической и прикладной химии

**ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ
ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА**

Методические указания
к лабораторным работам
по курсу «Органическая химия»
для студентов направления 04.05.01
«Фундаментальная и прикладная химия»

Курган 2020

Кафедра: «Физическая и прикладная химия»

Дисциплина: «Органическая химия» (направление 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»)

Составитель: профессор О. М. Плотникова

Печатается в соответствии с планом издания, утверждённом методическим советом университета «6» февраля 2020 г.

Утверждены на заседании кафедры «7» июня 2019 г.

Лабораторный практикум по органической химии выполняется в течение двух семестров. Студенты знакомятся со свойствами органических соединений и методами их получения, овладевают необходимыми в органическом синтезе приемами и навыками, обучаются грамотно и безопасно выполнять литературные методики, при необходимости использовать более доступные приборы и посуду.

1 Общие правила работы в лаборатории органического синтеза

1 Правила техники безопасности и общие сведения о структуре лабораторного практикума сообщаются студентам на первом занятии. В лаборатории студент должен внимательно ознакомиться с инструкцией по технике безопасности, с приборами и оборудованием, с расположением средств пожаротушения (огнетушителей, асбестового одеяла, ящика с песком), электрорубильников и выключателей, кранов, перекрывающих воду; студент должен знать, где находится аптечка и средства индивидуальной защиты (защитные экраны, очки, маски, респираторы, резиновые перчатки). После усвоения правил работы в лаборатории студенты проходят собеседование, расписываются в журнале инструктажа по технике безопасности.

2 В лаборатории разрешается выполнять только ту работу, которая заранее запланирована и утверждена преподавателем. При проведении эксперимента запрещается заниматься посторонними делами. Категорически запрещается оставлять без присмотра установку, если синтез еще не закончен. При необходимости отлучиться из лаборатории на короткое время присмотр за установкой может быть поручен товарищу по группе. Работа студентов в отсутствие преподавателя или лаборанта запрещается. Категорически запрещается работать в лаборатории одному.

3 Каждый студент обязан содержать свое рабочее место в чистоте и порядке. Сумки во время лабораторной работы хранят в специально отведенном для этого месте, но не на рабочем столе или около него. Работать в лаборатории разрешается только в халате; при себе необходимо иметь

также небольшое полотенце или тряпку для поддержания чистоты на рабочем месте. Необходимо беречь учебники от попадания на них воды и реактивов. С химической посудой, реактивами, приборами нужно обращаться бережно и аккуратно. Рабочее место не разрешается загромождать лишними приборами и реактивами; их рекомендуется располагать так, чтобы было удобно и безопасно работать: реактивы ставятся на полки, а посуда и высокие стеклянные приборы – как можно дальше от края лабораторного стола, чтобы исключить их случайное опрокидывание. Запрещается проводить синтезы в грязной посуде. Уже использованную и ненужную посуду необходимо своевременно мыть и убирать.

4 При выполнении задания работа производится на лабораторном столе или в вытяжном шкафу, как правило, стоя; сидя разрешается выполнять работы, не связанные с опасностью воспламенения, выбросов реакционной массы или взрыва. Из-за возможного выброса реакционной смеси запрещается заглядывать в пробирку и колбу сверху или направлять их в сторону соседей. Нельзя производить на лабораторных столах работы, связанные с выделением летучих веществ (например, выпаривать растворы, содержащие аммиак, галогены, сероводород, галогеноводороды, легковоспламеняющиеся или ядовитые растворители); подобные работы следует проводить только в вытяжном шкафу.

5 Запрещается оставлять реактивы или синтезированные вещества в незакрытых или неподписанных банках, а также оставлять их на длительное хранение в тонкостенной химической посуде. При необходимости оставить синтезируемое вещество до следующего занятия на склянке делают следующую надпись: **«Название вещества. Фамилия студента. Номер группы. Дата»**. О горючести или особой ядовитости хранимых соединений делают дополнительную надпись. **Сокращения в надписях не допускаются!** Если вещество не подписано, и выяснить его название не представляется возможным, оно подлежит уничтожению. Не следует путать крышки от склянок с разными реактивами.

6 Остатки кислот, щелочей, органических реактивов необходимо сливать в специальные склянки, хранимые в вытяжном шкафу и имеющие соответствующие надписи. Органические растворители, которые могут быть регенерированы для повторного использования (например, эфир, ацетон, спирт и др.), собирают в отдельные емкости и по мере накопления подвергаются очистке. В раковины разрешается выливать только воду и прозрачные растворы минеральных веществ (если последние содержат небольшие количества кислот или щелочей, то их предварительно разбавляют большим количеством воды). Растворы, содержащие большие количества кислот или щелочей, перед выливанием в канализацию нейтрализуют. Нельзя выбрасывать в раковины бумагу, использованные фильтры, осадки, песок и другие твердые вещества – их собирают в урны.

7 Категорически запрещается работать при плохом самочувствии, пробовать на вкус вещества, а также работать пораненными руками. Во время работы не рекомендуется прикасаться руками к лицу, особенно к глазам, так как многие органические вещества способны раздражать кожу. Особая осторожность требуется при использовании концентрированных кислот и щелочных растворов, металлических и масляных бань, нагретых до высокой температуры. Для защиты лица и глаз применяются очки и маски из органического стекла. При отборе жидких веществ пипеткой необходимо пользоваться резиновой грушей. Испытывая вещества на запах, осторожно направляйте на себя их пары легким движением руки; запрещается наклоняться к сосуду и вдыхать пары. В лаборатории категорически запрещается принимать пищу.

8 Перед использованием установки необходимо обязательно проверить правильность и качество ее сборки, продумать меры на случай аварии. Если данная реакция проводится впервые, нужно быть особенно внимательным и прибавление реактивов вести постепенно небольшими порциями при перемешивании, наблюдая за изменениями в реакционной среде. В некоторых случаях рекомендуется проводить пробный опыт с небольшими количествами исходных веществ. Помните, что **опасность возрастает при работе с большим количеством реактивов**. Категорически запрещается

нагревать закрытые стеклянные приборы и аппараты, не имеющие сообщения с атмосферой (специальные работы, связанные с проведением синтезов при высоких давлениях, проводятся в стальных специальных высокопрочных сосудах заводского изготовления). При обычных перегонках нельзя наглухо присоединять приемник, отсекая аппарат от атмосферы, так как это может привести к взрыву. При использовании хлоркальциевых трубок для защиты внутреннего объема прибора от атмосферной влаги обязательно проверяйте, проходит ли через них воздух. Хлоркальциевые трубки заполняют прокаленным гранулированным хлористым кальцием, помещенным между двумя тампонами из ваты, которые должны пропускать воздух.

9 По окончании работы необходимо выключить электронагревательные приборы, перекрыть водяное охлаждение, убрать рабочее место, вымыть посуду и поставить ее на место, привести в порядок весы, реактивы. О полученных результатах студент обязан поставить в известность преподавателя или лаборанта и только с его разрешения покинуть лабораторию.

2 Работа с химическими реактивами

2.1 Ядовитые и едкие вещества

Большинство химических соединений более или менее токсичны. Особая осторожность необходима при работе с синильной кислотой и ее солями, диметилсульфатом, окисью углерода, галогенами, галогеноводородами, окисью и двуокисью азота, анилином, хлорангидридами простейших кислот, сильными минеральными кислотами и крепкими растворами щелочей, безводным хлористым алюминием, четыреххлористым оловом, щелочными металлами, ртутью.

1 Все операции с ядовитыми газами и парами, а также с мелкоизмельченными твердыми веществами, образующими едкую и ядовитую пыль (например, карбид кальция, гидрид лития, амид натрия), разрешается проводить только в вытяжном шкафу, при необходимости с

использованием средств индивидуальной защиты (маски для лица, очков, резиновых перчаток).

2 В целях безопасности разливать содержимое больших бутылей можно с помощью специального опрокидывающего устройства; при разливе вручную нельзя наклонять бутылку, стоящую на полу, а следует наклонять ее, приподняв с пола вдвоем; при этом обязательно использовать большую стеклянную или полиэтиленовую воронку и надевать длинный резиновый фартук. Концентрированные соляную и азотную кислоты или раствор аммиака разрешается разливать только под тягой или на свежем воздухе. При разбавлении концентрированной серной или хлорной кислот кислоту при перемешивании вливают в воду во избежание разбрызгивания кислот. Олеум разрешается разбавлять только серной кислотой. При смешивании веществ, сопровождающемся выделением значительного количества тепла, разрешается пользоваться только термостойкой стеклянной или фарфоровой посудой. Запрещается вливать горячие жидкости в толстостенные стеклянные приборы.

3 Многие реагенты вызывают химические ожоги кожи, слизистых оболочек, роговицы глаз. Это минеральные и некоторые органические кислоты (муравьиная, хлоруксусная, уксусная, ацетилендикарбоновая), хлорангидриды кислот (хлорсульфоновая кислота, хлористый тионил, хлористый сульфурил), галогениды фосфора и алюминия, фенол, едкие щелочи, алкоголяты щелочных металлов, вещества нейтрального характера (жидкий бром, белый фосфор, диметилсульфат), соли (нитрат серебра, хлорная известь), нитросоединения ароматического ряда и т. д.

Из минеральных кислот наиболее опасны HF и концентрированная HNO_3 , а также смеси концентрированных HNO_3 и H_2SO_4 («нитрующая смесь») и концентрированных HNO_3 и HCl («царская водка»). Еще сильнее действует хлорсульфоновая кислота. Наименее опасна концентрированная HCl, которая не способна проникать в глубь тканей. Такие органические кислоты, как трифтор- и трихлоруксусная, ацетилендикарбоновая и в меньшей степени моно- и дихлоруксусная также вызывают ожоги, особенно если они находятся в виде растворов в органических растворителях,

например, в эфире. Если ожог вызван минеральными кислотами, то пораженное место в течение 5–10 мин промывают проточной водой, а затем 5%-ным раствором пищевой соды. Глаза после длительного промывания водой обрабатывают 2–3 %-ным раствором бикарбоната натрия, делая примочки, и немедленно обращаются к врачу.

Едкие щелочи и их растворы в отличие от минеральных кислот вызывают набухание тканей, глубоко проникая в них, и не могут быть быстро удалены промыванием, что часто является причиной сильных поражений. В таком случае кожные покровы лучше сразу же обработать 5%-ным раствором уксусной кислоты, а при поражении глаз – большим количеством чистой воды, а затем 0,5 %-ным раствором борной кислоты. Алкоголяты и их спиртовые растворы действуют аналогично едким щелочам, но являются более агрессивными.

4 Работа с бромом проводится только в вытяжном шкафу, при этом нужно остерегаться вдыхания его паров, попадания в глаза и на кожу; работающий обязан надеть очки и резиновые перчатки, а при разливе брома – противогаз. Следует помнить, что бром обладает исключительной способностью растекаться и при этом очень быстро испаряется. При случайном вдыхании паров брома рекомендуется нюхать разбавленный раствор аммиака и выйти на свежий воздух; с кожи бром быстро смывают большим количеством этилового спирта.

5 Белый фосфор обычно хранят под слоем воды; его нельзя трогать руками, резать только под водой при комнатной температуре. Перед тем как вынуть отрезанный кусок белого фосфора из воды в теплом помещении, нужно добавить в сосуд холодную воду или лед; осушать его можно, прикладывая к поверхности (но не протирая!) фильтровальную бумагу. Крупные остатки белого фосфора собирают в банку с водой, а мелкие – на фильтр и сжигают вместе с ним на железной пластинке под тягой. Работая с фосфором, используют защитные очки и перчатки. Воспламенившийся фосфор тушат, засыпая песком.

6 Особую осторожность нужно соблюдать при обращении с металлическим натрием и другими щелочными металлами. Для защиты лица

следует применять очки и экраны, а на руки надевать перчатки. Натрий хранят под слоем керосина в банке, помещаемой в жестяную коробку. Режут его на сухой бумаге острым ножом, придерживая пинцетом. Небольшие остатки натрия гасят, добавляя порциями этиловый, пропиловый или бутиловый спирт примерно в 50-кратном количестве от веса металла. Нельзя допускать контакта натрия или калия с водой, галогенопроизводными жирного ряда, четыреххлористым углеродом; запрещается проведение реакций с металлическим натрием в сосуде на водяной бане; для этого используют песочную баню. Загоревшиеся щелочные металлы тушат песком.

7 Особая осторожность должна соблюдаться при работе с металлической ртутью и ее солями. Использование ртутных термометров полностью безопасно, если обращаться с ними аккуратно и не разбивать. Хранение термометров важно организовать так, чтобы уберечь их от случайных ударов. Термометры часто разбиваются из-за того, что скатываются со стола или выталкиваются внезапно повысившимся давлением из реакционного сосуда.

Большой осторожности и навыков требует работа с открытой ртутью. Опасность металлической ртути заключается в том, что она, проникая в организм человека через легкие, пищевод и кожу, очень медленно выводится и способна накапливаться. Большую опасность представляет мелко раздробленная ртуть, так как она имеет большую площадь испарения и малозаметна. Пары ртути обладают способностью быстро распространяться в воздухе, проникать через слой воды, пористые тела, конденсироваться на дереве, тканях, в штукатурке и кирпиче.

Пролитая ртуть собирается амальгамированной медной палочкой или луженой пластинкой, крупные капли ртути могут быть собраны с помощью совочка и кисточки. Капли ртути стряхивают в сосуд с водой или с 3%-ным раствором азотной кислоты. После удаления ртути в помещении проводят демеркуризацию специальными составами, например, заливают 10%-ным раствором KMnO_4 , 30%-ной перекисью водорода или 20%-ным раствором FeCl_3 , оставляя нанесенный раствор на 1–2 дня до полного высыхания, а

затем тщательно промывая горячей водой. Удобна также следующая методика: сначала поверхность обрабатывают йодистым раствором (30 г KI и 2,5 г йода в 1 л воды), а затем через 30 минут – раствором, состоящим одного объема 10%-ного раствора CuSO_4 , 2-х объемов 15%-ного раствора Na_2SO_3 и 1,5 объемов 8%-ного раствора NaHCO_3 , из расчета 1 л раствора на 4 м² поверхности, после чего ее тщательно промывают горячей водой. Предельно допустимая концентрация паров ртути в воздухе производственных помещений – 0,01 г/м.

8 Ядовитыми являются многие органические вещества – бензол, толуол, анилин, пиридин, хлористый тионил, диоксан, метанол, дихлорэтан, акрилонитрил, diazometan, диметилсульфат и другие. Работа с ними должна вестись в вытяжном шкафу. При работе с фенолом не следует допускать его попадания на кожу и в глаза, так как это вызывает длительно незаживающие язвы. Работа с фенолом проводится в очках и резиновых перчатках.

Органические вещества с пораженного участка удаляют ватным тампоном, слегка смоченным растворителем, близким по полярности попавшему на кожу веществу (чаще всего спиртом, эфиром). При этом не рекомендуется использовать большое количество растворителя, так как раствор может проникнуть под кожу и вызвать еще более серьезное поражение. Попавший на кожу фенол необходимо быстро удалить сначала водой, а затем пораженное место промыть спиртом.

2.2 Горючие и легковоспламеняющиеся вещества

В повседневной лабораторной практике используются разнообразные органические растворители, большинство из которых относятся к легковоспламеняющимся жидкостям. Это, например, диэтиловый и другие простые эфиры, метиловый и этиловый спирты, этилацетат, уксусная кислота, ацетон, бензол, толуол, петролейный эфир, пентан и многие другие.

Легковоспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ) характеризуют температурой вспышки и температурой самовоспламенения (таблица 1).

Температура вспышки (т. вспыш.) – это наименьшая температура горючего вещества, при которой образуются пары, способные вспыхнуть от внешнего источника зажигания и затем воспламенить само вещество.

Температура самовоспламенения (т. самовосп.) – это наименьшая температура, до которой должны быть нагреты пары вещества с воздухом, чтобы при отсутствии внешнего источника зажигания произошло самовоспламенение.

Таблица 1 – Характеристика некоторых растворителей

| Растворитель | Т. кип., °С | Т. вспыш., °С | Т. самовосп., °С |
|------------------|-------------|---------------|------------------|
| Диэтиловый эфир | 35 | -41 | 164 |
| Сероуглерод | 46 | -43 | 90 |
| Хлористый ацетил | 51 | +4 | 390 |
| Ацетон | 56 | -18 | 365 |
| Петролейный эфир | 30-70 | -18 | 246 |
| Метиловый спирт | 64 | +8 | 464 |
| Гексан | 68 | -20 | 434 |
| Этилацетат | 77 | +2 | 400 |
| Этиловый спирт | 78 | +13 | 365 |
| Бензол | 80 | -11 | 543 |
| Диоксан | 101 | +11 | 340 |
| Толуол | 110 | +4 | 536 |

При работе с горючими (ГЖ) и легковоспламеняющимися (ЛВЖ) жидкостями, газами и парами необходимо соблюдать следующие правила.

1 При использовании горючих газов и паров следует понимать, что их можно зажигать только после предварительного испытания на отсутствие в нем воздуха. При использовании газометра, бывшего в употреблении, необходимо воду в нем заменить на свежую, так как она может содержать растворенный газ после предыдущей заправки; это исключает возможность образования взрывоопасной смеси в газометре. Газ, которым наполняется газометр, обязательно проверяют на чистоту и хранят под напором воды, находящейся в воронке, что исключает проникновение туда воздуха.

2 При работе с ГЖ и с ЛВЖ запрещается держать на рабочих столах большие количества этих веществ, **запрещается** нагревать их на открытом пламени и выливать в раковины. Перегонка таких растворителей, как диэтиловый эфир, сероуглерод, петролейный эфир производится при использовании водяной бани, которую нагревают предварительно вдали от места перегонки. Запрещается нагревать растворы органических веществ в легковоспламеняющихся растворителях в открытой посуде, не снабженной обратным холодильником.

3 Легколетучие жидкости хранят в толстостенной посуде из затемненного стекла с завинчивающимися пробками, избегая попадания на них яркого солнечного света. Запрещается хранение легколетучих органических растворителей в тонкостенной посуде с плотно закрытой пробкой, так как при случайном нагреве склянка может лопнуть. Эфир в лаборатории иногда недлительное время хранят в склянках, закрытых корковой пробкой с вставленной в нее хлоркальциевой трубкой. Долго хранившийся эфир нельзя перегонять без проверки на содержание перекисей. Экстракцию в делительных воронках легколетучими растворителями (эфиром или бензолом) нельзя проводить вблизи открытого пламени, так как могут вспыхнуть пары растворителей.

4 При переливании больших количеств жидкостей нужно учитывать опасность их самовоспламенения от электризации струи жидкости (например, бензина, внесенного с холода). В этих случаях рекомендуется пользоваться воронками с металлической сеткой. Если ЛВЖ случайно прольется, нужно немедленно погасить в помещении все горелки и выключить электронагревательные приборы (обесточив сеть рубильником), затем собирать пролитую жидкость. Проветривание помещения прекращают после полного исчезновения запаха пролитого растворителя.

5 При воспламенении горючей жидкости необходимо немедленно погасить в лаборатории все горелки и отключить электропитание приборов. Пламя прикрыть противопожарным одеялом, а затем, если нужно, засыпать сверху песком. При необходимости можно воспользоваться углекислотным или пенным огнетушителем (при этом следует помнить, что для тушения

электропроводки, находящейся под напряжением, применять пенный огнетушитель нельзя). Жидкости, растворимые в воде, можно заливать водой; фосфор и щелочные металлы следует гасить песком. При возгорании одежды нужно попытаться ее сбросить или загасить, обернувшись противопожарным одеялом; ни в коем случае не следует бежать, так как это только способствует раздуванию пламени.

6 Особой осторожности требует обращение с газовой горелкой. Запрещается заправлять бензином горелки, предназначенные для работы на керосине, нельзя допускать полного выгорания топлива в них, так как в этом случае в резервуаре образуется взрывоопасная смесь горючих паров с воздухом. Пользуясь газовой горелкой, не допускайте проскока пламени внутрь выходного отверстия.

2.3 Взрывоопасные вещества и смеси

Некоторые смеси (таблица 2) и индивидуальные вещества (таблица 3) с окислителями в определенных условиях могут взрываться. Работая со взрывоопасными веществами и смесями, а также при пониженном или повышенном давлении, можно помимо термических или химических ожогов получить и другие травмы – контузию, шок от удара, ранения осколками стеклянной посуды.

Таблица 2 – Взрывоопасные смеси

| Смеси | Причина взрыва |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|
| Смеси горючих газов и паров с воздухом: ацетилена (3–80 %), водорода (4–75 %), окиси углерода (13–75 %), спирта (4–14 %), метана (5–13 %), сероуглерода (40 %), эфира (2–8 %), бензола (1–6 %), бензина (2–5 %) | Открытое пламя, искра, образующаяся при ударе стальным инструментом электрическая искра |
| Аммиачная селитра NH_4NO_3 , сульфат аммония | Нагревание выше 300 °С |
| Горючие органические вещества, неорганические вещества восстановители (сера, магний, алюминий) и сильные окислители | Нагревание, растирание, неосторожное смешение |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| (перманганаты, гипохлориты и другие) | |
| Хлорат или перхлорат калия и серная кислота. Пикриновая кислота и органические основания | Нагревание, растирание |
| Алкилгалогениды (особенно хлороформ) и металлический натрий | Нагревание, растирание, неосторожное смешение |

Таблица 3 – Взрывоопасные вещества

| Вещества | Причины взрыва |
|----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| Соли азотной и азотистой кислот | Нагревание выше 300 °С |
| Эфиры азотной и азотистой кислот (алкилнитраты, нитриты, нитроглицерин) | Нагревание, удар |
| Тринитросоединения (пикриновая кислота, тринитротолуол, тринитробензол) | Удар, быстрое нагревание |
| Соли диазония и диазосоединения в сухом состоянии | Слабое прикосновение |
| Диазометан (жидкий, газообразный, концентрированный растворы) | Нагревание выше 50 °С, соприкосновение со шлифами |
| Азотистоводородная кислота HN_3 и ее соли (азиды) тяжелых металлов | Часто без видимой причины |
| Галоидные соединения азота | Легкое прикосновение, освещение |
| Соли и эфиры хлорноватой HClO_3 или хлорной HClO_4 кислот | Нагревание, удар, трение |
| Озон, озониды | Повышение давления, нагревание |
| Перекись водорода, перекиси металлов | Перемешивание |
| Органические перекисные соединения, надкислоты (надуксусная кислота), их соли | Нагревание, освещение, трение |
| Ацетилен (жидкий) и ацетилениды тяжелых металлов (меди или серебра) | Нагревание, толчки, удары |
| Гидроксиламин (основание) | В конце перегонки в вакууме |
| Гидразин (безводный) | При обезвоживании гидразингидрата без видимой причины |

1 При всех работах, представляющих опасность самовозгорания или взрыва, обязательно использование защитных очков, масок для лица, экранов из толстого стекла. Реакции с такими веществами рекомендуется

проводить в вытяжном шкафу, обернув прибор асбестовым одеялом. Синтезы со взрывоопасными веществами проводят, используя минимальные загрузки.

2 Соединения, легко отщепляющие кислород, нельзя нагревать, толочь или смешивать с горючими веществами.

3 Нельзя перегонять досуха нитробензол, так как он может содержать примесь взрывоопасного динитробензола, а также вещества, в которых при перегонке могут образовываться перекиси (диэтиловый эфир, особенно диизопропиловый эфир, тетрагидрофуран, диоксан, диеновые углеводороды). Если эти вещества долго хранились, то перед использованием их подвергают проверке на содержание перекисных соединений. В пробу вещества, взятую со дна сосуда, где обычно скапливаются перекиси, помещают кристаллик железного купороса $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (в присутствии перекисей приобретает коричневый цвет) или прибавляют пробу вещества к подкисленному соляной кислотой 2%-ному раствору KI , содержащему крахмал (в присутствии перекисей выделяющийся йод окрашивает крахмал в синий цвет). Для разложения перекисей к веществу добавляют насыщенный раствор железного купороса с небольшим количеством серной кислоты и выдерживают до отрицательной реакции на перекиси.

4 Посуда для работы при пониженном или повышенном давлении должна быть обязательно толстостенной. При вскрытии запаянных стеклянных ампул с различными жидкостями обязательно их предварительное охлаждение.

2.4 Сжатые и сжиженные газы

В лабораторных условиях нередко используются различные инертные и горючие газы, которые хранятся в сжатом или сжиженном состоянии в металлических баллонах. В сжиженном состоянии находятся те газы, которые имеют критическую температуру выше комнатной (CO_2 , H_2S , NH_3 , COCl_2 и др.); по мере расхода такого газа давление в баллоне над жидкой

фазой остается постоянным и начинает падать только после его полного испарения. Газы, имеющие критическую температуру намного ниже комнатной, при обычных условиях не могут быть сжижены (воздух, O₂, N₂, H₂, Ar, He) и закачиваются в баллоны при 150–200 атм; по мере расхода такого газа давление в баллоне постоянно снижается. В зависимости от содержащегося газа баллоны окрашивают в разные цвета, на них делают надпись и полосу установленного цвета (таблица 4).

Баллон для сжатого газа представляет собой прочный стальной сосуд с вентилем и навинчивающимся колпаком, а баллон для сжиженного газа имеет, кроме того, сифонную трубку, опущенную почти до самого дна. Ацетилен хранят в специальных баллонах, наполненных пористой массой, в которой он растворен при давлении 16 атм, так как уже при давлении 2 атм ацетилен может взрываться от простого сотрясения. Баллоны с горючими газами (H₂, CH₄, C₂H₆, C₂H₄) оборудуют боковым штуцером вентиля с «левой» резьбой, что устраняет возможность ошибки при работе. Для регулировки тока газа баллоны подключаются через редукторы, которые позволяют поддерживать регулируемое давление. Редукторы снабжаются двумя манометрами, один из которых показывает давление в баллоне, а другой – на выходе из редуктора. В лаборатории баллоны закрепляются к стене с помощью металлических хомутов. Баллоны размещают не ближе 10 м от открытого пламени и 1 м от приборов отопления. Пользоваться баллонами без редуктора категорически запрещается.

Таблица 4 – Окраска баллонов для сжатых, сжиженных и растворенных газов

| Газ | Цвет баллона | Цвет надписи |
|--------------|---------------|--------------|
| Азот | черный | желтый |
| Аммиак | желтый | черный |
| Аргон чистый | серый | зеленый |
| Ацетилен | белый | красный |
| Водород | темно-зеленый | красный |
| Воздух | черный | белый |
| Гелий | коричневый | белый |
| Кислород | голубой | черный |

| | | |
|-----------------------|----------|---------|
| Сероводород | белый | красный |
| Углекислый газ | черный | желтый |
| Хлор | защитный | – |
| Другие горючие газы | красный | белый |
| Другие негорючие газы | черный | желтый |

В лаборатории нередко используется жидкий азот (т. кип. $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$), который хранится в металлических сосудах Дьюара, вмещающих, например, 16 кг сжиженного газа. С жидким азотом работают в защитных очках.

Стеклянные сосуды Дьюара обязательно снабжаются чехлами из прочной ткани и хранятся в фарфоровых кружках. Запрещается хранить сосуды Дьюара со сжиженными газами вблизи нагревательных приборов и плотно закрывать их. Наливают жидкий азот в **сухой** стеклянный сосуд Дьюара, так как влажный сосуд может лопнуть, жидкий азот наливают в середину сосуда, а не на стенки.

Для замораживания веществ с помощью жидкого азота можно пользоваться только термостойкой стеклянной посудой. Ампулы и колбы следует погружать в жидкий азот осторожно, чтобы капли сжиженного газа при вскипании не попадали на кожу и лицо. Необходимо понимать, что при сильном охлаждении многие вещества и материалы резко изменяют свои свойства; например, ртуть замерзает уже при $-39\text{ }^{\circ}\text{C}$, а каучук и резина становятся хрупкими при охлаждении их ниже соответствующей температуры стеклования.

3 Работа на вакуумных установках

Вакуумные установки используются в лаборатории при вакуумном фильтровании, высушивании веществ, перегонке при пониженном давлении. Для создания вакуума используют масляные ротационные насосы, позволяющие получать остаточное давление до 10^{-2} мм рт. ст.

Основные правила работы на вакуумных установках:

1) перед работой на вакуумной установке следует ознакомиться с ее устройством, обратив **особое внимание** на последовательность открывания

кранов. Краны открывают и закрывают медленно и плавно потому, что по разные стороны крана разное давление и при приложении значительных усилий кран может треснуть, особенно если смазка хотя бы незначительно загустела;

2) при отсасывании растворов и легко конденсирующихся паров перед насосом рекомендуется устанавливать специальные ловушки с осушителями;

3) запаивание предварительно откаченных ампул и других деталей разрешается только по месту заранее сделанных перетяжек; особую осторожность следует соблюдать при запаивании откаченных ртутных манометров;

4) перед включением ротационного или водоструйного насоса нужно убедиться, что система соединена с атмосферой, в противном случае в насос может попасть рабочая жидкость. Дополнительно для сохранности масляного насоса перед ним помещают специальные ловушки.

4 Работа с электрическими приборами

В лаборатории используются самые различные электроприборы: электрические и магнитные мешалки, сушильные шкафы, муфельные печи, колбонагреватели, электроплитки, автотрансформаторы, термостаты и т. д.

1 Запрещается использовать электрические приборы, не ознакомившись с инструкцией по их эксплуатации, а так же если они неисправны. В учебных лабораториях разрешается использовать электрические приборы только заводского изготовления с соответствующими предохранителями. Нельзя брать для подключения электроприборов провода с поврежденной изоляцией.

2 Во всех случаях, когда возможно поражение электрическим током, необходимо использовать резиновые перчатки и диэлектрические коврики.

3 Уходя из лаборатории, выключайте на своем столе все электроприборы. Не оставляйте включенными вилки в электрические розетки, даже если приборы имеют специальные выключатели или розетки отключаются общим рубильником.

При поражении электрическим током необходимо обеспечить пострадавшему покой, при потере сознания дают нюхать нашатырный спирт и согревают тело. При судорожном дыхании или его отсутствии, необходимо сразу приступить к искусственному дыханию и не прекращать его до прихода врача.

5 Работа со стеклом

Экспериментальная работа в лаборатории требует широкого набора стеклянной химической посуды. Это – колбы, химические стаканы, мензурки, холодильники, насадки, пипетки, ловушки, воронки и т. д.

Широкое распространение стеклянной химической посуды в лабораторной практике, несмотря на ее хрупкость, связано с такими свойствами стекла, как инертность, прозрачность, относительная дешевизна и легкость в обработке. Приобретя навыки экспериментальной работы, можно вполне надежно и длительно эксплуатировать даже самые хрупкие изделия из стекла и фарфора.

Стеклянная химическая посуда выпускается как из термостойкого, так и из простого стекла. Из нетермостойкого стекла чаще всего делают мерную и другую посуду, а также склянки для хранения реактивов и толстостенные стеклянные приборы типа газометров или аппаратов Киппа. Термостойкая химическая посуда маркируется специальным знаком – чаще всего матовым кружочком – и ее можно использовать для операций, связанных с сильным нагреванием или охлаждением.

Стандартная стеклянная посуда и отдельные детали, выпускаемые промышленностью, позволяют собирать любые требуемые для синтеза приборы.

Правила работы и меры безопасности при обращении со стеклом.

1 Продумывайте назначение отдельных деталей и частей установки. Химическую посуду выбирайте необходимого объема и качества. Нужно помнить, что стекло разрушается под действием плавиковой кислоты, а также при длительном контакте со щелочными растворами; особенно

нежелательно их попадание на шлифованные соединения, которые могут «срастаться». Поэтому при работе со щелочами шлифы смазывают вакуумной смазкой или вазелином и моют использованную для таких синтезов посуду в тот же день.

2 Стекло требует бережного обращения. Стеклянная посуда часто трескается при неправильной сушке. Мокрую посуду не рекомендуется помещать в сильно разогретый сушильный шкаф, где уже находится горячая посуда, так как при этом может треснуть и та посуда, которую вновь кладут сушиться, и та, которая уже находится в шкафу. Легко трескаются при охлаждении на воздухе толстостенные стеклянные банки или детали приборов, если они сушились при высокой температуре (100–200 °С). Поэтому сушка толстостенной химической посуды (банки из-под реактивов, воронки и т. д.) должна производиться при температуре не выше 60–70 °С.

Нередко посуда бьется о края раковины при стряхивании с нее капель воды после мытья. Дно колбы можно пробить при неосторожном мытье с помощью «ершика». Реакционная колба и стеклянная мешалка могут быть разбиты при включении мешалки на слишком большие обороты, круглая посуда разбивается при скатывании со стола и т. д. Этого можно избежать, если работать внимательно.

3 Вставляя стеклянную трубку, термометр или отросток стеклянного холодильника в резиновые пробки или трубки, обернутое полотенцем стекло следует держать рукой как можно ближе к вставляемому концу. В этом случае полезно поверхность стекла смазать глицерином или смочить водой и как бы ввинчивать в резиновую трубку или пробку. Отверстие в пробке должно быть таким, чтобы не требовалось прикладывать слишком большие усилия. Для одевания резиновой трубки на стеклянную трубку большего диаметра можно либо смочить ее глицерином или водой, либо в течение некоторого времени дать ей набухнуть в толуоле, гептане или эфире.

При вытаскивании пробки **ее слегка раскачивают из стороны в сторону**, что облегчает процедуру. Нередко обычная резина «прирастает» к стеклу, а потому часто бывает трудно снять резиновую трубку со стеклянной трубки или вытащить термометр из пробки; зачастую проще разрезать

резину и выбросить пробку, чем рисковать термометром или стеклянным холодильником.

4 При сборке приборов для синтеза отдельные их части следует **осторожно и без перекосов** укреплять с помощью лапок в штативах, обязательно используя смягчающие резиновые прокладки. **Начинать сборку нужно всегда с крепления реакционной колбы**, ее же убирают в последнюю очередь, разбирая прибор после синтеза. Колба должна крепиться за верхнюю часть горловины, опираясь расширенными краями на верхнюю часть лапки. Нельзя сильно затягивать зажимы лапок, так как при нагреве или перекосе стекло может треснуть; это особенно опасно в случае тонкостенной посуды, а также при сборке приборов больших размеров. При креплении к штативу лапки нужно помнить, что при ее зажиме происходит некоторый перекосяк.

5 Разламывая надрезанные стеклянные палочки или трубки, их как бы разрывают, чтобы при разломе не поранить руки острыми краями. При разламывании трубок большого диаметра (8–10 мм) оборачивают трубку полотенцем. Стеклодувные операции выполняют в защитных очках.

6 Мытье посуды

После работы вся использованная стеклянная посуда должна быть вымыта и высушена. Стекло считается чистым, если при смачивании на его поверхности не образуется отдельных капель и вода растекается тонкой пленкой.

Химическую посуду моют водой с содой или моющими порошками, а нерастворимые в воде вещества и смолы удаляют с помощью растворителей, таких как ацетон, спирт, эфир, бензин, соляная и азотная кислоты. Однако часто используют и специальные смеси, в которых замачивают грязную посуду на несколько часов или используют их в подогретом виде.

Хромовая смесь. Является сильным окислителем и применяется для удаления любых органических загрязнений. Не следует допускать ее попадания на кожу или одежду. Для приготовления хромовой смеси к конц.

H_2SO_4 при осторожном нагревании в фарфоровом стакане или кружке растворяют тонко измельченный $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ из расчета 5 г соли на 100 г кислоты (54 мл, пл. 1,84 г/см³). Посуду промывают подогретой до 45–50 °С хромовой смесью и споласкивают водой. По мере использования смесь изменяет свою окраску от темно-оранжевой до темно-зеленой, которая уже не пригодна для работы.

Раствор перманганата калия. Для мытья посуды используется 5%-ный водный раствор KMnO_4 , подогретый до 50–60 °С. Образующийся после его применения налет легко удаляют со стекла 5%-ными растворами NaHSO_3 , FeSO_4 или раствором щавелевой кислоты.

Смесь на основе перекиси водорода готовится из равных объемов концентрированной HCl или CH_3COOH и 5%-ного раствора H_2O_2 . Перед использованием смеси ее лучше подогреть до 30–40 °С.

7 Порядок выполнения практических работ по органическому синтезу

1 Приступая к подготовке синтеза органического соединения необходимо:

- в процессе домашней подготовки основательно, критически прочитать соответствующую методику синтеза;
- тщательно продумать устройство прибора для синтеза и основные этапы работы;
- ознакомиться по литературным источникам с физическими и химическими свойствами веществ, с которыми предстоит работать, при этом особое внимание обратить на токсичность реагентов и меры безопасности при эксперименте.

Помните! Ключом к успеху в практической работе является заповедь «думайте прежде, чем делать».

2 После этого в лабораторном журнале с новой страницы делают записи по выполнению работы по следующей схеме:

Работа № _____

Дата _____

Синтез _____ (название вещества).

Литература: _____ (название источника с указанием страницы).

Основная реакция: (уравнение реакции со структурными формулами и M_r).

Побочные реакции: (уравнения возможных побочных реакций).

Механизм основной реакции: (предполагаемый механизм реакции).

Методика синтеза: (приводится при необходимости).

Приводится расчет синтеза. *Примечание.* При расчете синтеза (таблица 5) проводят перерасчет указанных в методике количеств исходных веществ в зависимости от наличия их в лаборатории и потребности в синтезируемом соединении.

Если особых указаний о потребности в соединении нет и все исходные вещества имеются в достаточном количестве, то расчет ведут так, чтобы получить не более 5–10 г конечного продукта.

Таблица 5 – Расчет синтеза

| Вещество, M_r | Константы | | | Кон- цен- тра- ция | Количество вещества | | | | | |
|--------------------|---------------------------|--------------------|-------|-----------------------------|---------------------|--------------|------------------------|----------------------|---------|-----|
| | т. пл., т. кип., °C | d^{20} , г/мл | n_D | | по методике | | | по уравне- нию | избыток | |
| | | | | | в молях | в г 100 % | в г (мл) данной [C] | | в молях | в % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |

План работы

Примечание. План работы представляет краткое перечисление основных элементов синтеза с отражением основных важнейших моментов работы. В плане **не должно быть никаких само собой разумеющихся подробностей.**

I Приготовление исходных реактивов и описание приборов для синтеза.

а) исходные реактивы. Перечислить исходные реактивы и растворители с указанием объема (в мл); обратить внимание на критерии чистоты и методы очистки исходных соединений (перегнанные, перекристаллизованные, осушенные, абсолютные);

б) приборы для синтеза. Перечислить традиционные приборы для проведения реакций и привести рисунки особо сложных приборов.

II Проведение реакции. Указать все основные моменты синтеза: планируемое время, температурный режим, интенсивность перемешивания, последовательность и скорость ввода реагентов, методы контроля полноты протекания реакции.

III Обработка реакционной смеси и выделение продукта. Коротко указать последовательность, основные приемы и их суть. Так, если проводится перегонка с паром, то указать, что перегоняется – основное вещество или побочное;

если полученная реакционная смесь подщелачивается, то указать цель этой операции – для удаления избытка кислоты или для перевода целевого продукта в соль и т. д.

IV Очистка конечного продукта и идентификация вещества. Указать данные по методам очистки: фракции перегонки (*т. кип.*°С, мм рт. ст., n_D^{20}); кристаллизация (объем растворителя, *т. пл.*°С); хроматография (адсорбент, элюент, значение R_f). Указать кратко методы идентификации, при этом должно быть ясно видно, что полученное вещество охарактеризовано однозначно (таблица 6).

Таблица 6 – Результаты синтеза

| Название вещества, формула, внешний вид, Mr | Константы вещества | | Выход вещества | | | | |
|---------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------------------------------|------------------------------|---------------|-----------------|
| | Литературные данные: <i>т. кип.</i> , <i>пл.</i> , <i>d</i> , n_D | Установленные в работе: <i>т. кип.</i> , <i>пл.</i> , <i>d</i> , n_D | по уравнению, в g | по методике, в g , мл; в % от теории | Экспериментально, в g , мл | в % от теории | в % от методики |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| | | | | | | | |

3 Когда все записи по выполнению работы по данной схеме сделаны, необходимо пройти собеседование с преподавателем и получить допуск к работе.

4 На рабочем месте собрать установку для синтеза и подготовить реактивы. Размер реакционных колб выбирают так, чтобы они были максимально заполнены на две трети (при работе при нормальном давлении) и на половину объема (при работе в вакууме). Перед загрузкой реагентов следует проверить нормальную работу мешалок, капельных воронок и надежное соединение шлифов. При правильном соединении и смазке шлифы должны быть прозрачными.

При проведении синтеза прибор **не должен быть** герметизирован!

Начинать синтез разрешается только после окончательной сборки установки, проверки ее преподавателем и с его разрешения.

5 По ходу проведения эксперимента в рабочем журнале (под заголовком «Ход синтеза») следует вести записи так, чтобы по ним можно было воспроизвести проводимый синтез. Они должны вноситься в рабочий журнал непосредственно при проведении практической работы. В качестве журнала используют тетрадь; запрещается ведение записей на отдельных листах.

При проведении синтеза особое внимание обращают на обработку реакционной смеси, так как цель эксперимента – выделение продукта с

максимально высоким выходом и высокой степенью чистоты. Препаративные органические реакции редко приводят к полному превращению исходных соединений в конечный продукт. Следовательно, смесь, полученная в результате реакции, протекающей даже с хорошим выходом (70–80 %), может быть сложной. Она состоит из растворителя, основного и побочных продуктов, не прореагировавших исходных веществ, а также образующихся в ходе реакции смол и неорганических солей. Для выделения конечного соединения требуется последовательное применение различных методов. Поэтому следует обратить внимание на следующие свойства синтезируемых соединений: летучесть (например, при отгонке растворителя); полярность (при экстракции из водной фазы); устойчивость по отношению к воде, кислотам и основаниям; термостабильность (например, при перегонке); отношение к свету и воздуху.

Следует запомнить: ошибки при обработке реакционной смеси часто приводят к значительному снижению выхода синтезируемых продуктов!

Общими методами обработки реакционных смесей являются:

- а) обработка реакционных смесей органическими растворителями, водой, водными растворами кислот и щелочей с последующей экстракцией;
- б) отгонка растворителей;
- в) непосредственное выделение перегонкой (жидкие продукты) или перекристаллизацией (твердые продукты).

6 После выполнения синтеза и установления констант вещества необходимо сдать чистое вещество преподавателю.

В качестве критерия чистоты синтезированных описанных соединений служит сравнение температуры кипения или плавления, а также показателя преломления с литературными данными.

7 Для определения чистоты и идентификации неописанных ранее соединений проводят сравнение спектральных ИК и ЯМР характеристик, применяют различные виды хроматографии, в том числе тонкослойную (ТСХ).

Библиографический список

Практикумы

- 1 Агрономов, А. Е. Лабораторные работы в органическом практикуме / А. Е. Агрономов, Ю. С. Шабаров. – Москва : Химия, 1974.
- 2 Иванов, В. Г. Практикум по органической химии / В. Г. Иванов, О. Н. Гева, Ю. Г. Гаверова. – Москва : Академия, 2002.
- 3 Голодников, Г. В. Практикум по органическому синтезу / Г. В. Голодников. – Ленинград, 1976.
- 4 Лабораторная техника органической химии / под ред. Б. Кейла. – Москва : Мир, 1966.
- 5 Ласло, П. Логика органического синтеза : в 2-х т. / П. Ласло. – Москва : Мир, 1998. – Т. 1, 2.
- 6 Органикум. – Москва : Мир, 1979, 1992. – Т. 1, 2.
- 7 Органический синтез / под ред. Н. В. Васильевой. – Москва, 1986.
- 8 Практикум по органической химии / под ред. О. Ф. Гинзбурга. – Москва, 1989.
- 9 Смолина, Т. А. Практические работы по органической химии / Т. А. Смолина, Н. В. Васильева. – Москва : Просвещение, 1986.
- 10 Титце, Л. Препаративная органическая химия / Л. Титце, Т. Айерх. – Москва : Мир, 1999.
- 11 Храмкина, М. Н. Практикум по органическому синтезу / М. Н. Храмкина. – Ленинград, 1988.

Справочники

- 1 Справочник химика. – Ленинград : Химия, 1963. – Т. 2.
- 2 Новый справочник химика и технолога: Свойства неорганических, органических и элементоорганических соединений. – Санкт-Петербург : НПО «Мир и Семья», 2002. – CD-ROM. – Текст: электронный.
- 3 Гордон, А. Спутник химика / А. Гордон, Р. Форд. – Москва : Мир, 1976.
- 4 Свойства органических соединений : справочник / под ред. А. А. Потехина. – Ленинград : Химия, 1984.
- 5 Вредные вещества в промышленности : справочник : в 3-х т. / под ред. Н. В. Лазарева, Э. Н. Левиной. – Ленинград : Химия, 1976. – Т. 1–4.
- 6 Химическая энциклопедия. – Москва: Советская энциклопедия, 1988–1998. – Т. 1–5.

Плотникова Ольга Михайловна

**ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ
ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ И ОРГАНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА**

Методические указания
к лабораторным занятиям
по курсу «Органическая химия»
для студентов направления 04.05.01
«Фундаментальная и прикладная химия»

Редактор А. С. Темирова

Подписано в печать

Формат 60×84 1/16

Бумага 65 г/м²

Печать цифровая

Усл. печ. л. 1,75

Уч.-изд. л. 1,75

Заказ 10

Тираж 25

БИЦ Курганского государственного университета.

640020, г. Курган, ул. Советская, 63/4.

Курганский государственный университет.