

Травень В. Ф.

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

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|----------------|---|
| ВВЕДЕНИЕ | 9 |
|----------------|---|

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

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

| | |
|---|-----|
| 3.9.1. Отгонка диэтилового эфира и других легколетучих растворителей | 75 |
| 3.9.2. Отгонка растворителей в вакууме | 77 |
| 3.9.3. Упаривание водных растворов | 78 |
| 3.10. Хроматография | 78 |
| 3.10.1. Тонкослойная хроматография | 81 |
| 3.10.2. Газожидкостная хроматография | 89 |
| 3.10.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография | 94 |
| 3.10.4. Препаративная колоночная хроматография | 98 |
| 3.11. Химические методы разделения смесей веществ и их очистки | 106 |
| 3.12. Принципы «зеленой химии» | 111 |
| Раздел 4. МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И КОНТРОЛЯ ПРОТЕКАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ | 114 |
| 4.1. Определение температуры плавления | 114 |
| 4.2. Определение температуры кипения | 117 |
| 4.3. Определение показателя преломления | 118 |
| 4.4. Поляриметрия | 120 |
| 4.5. Идентификация новых органических соединений | 123 |
| 4.6. Методы контроля протекания органических реакций | 123 |
| Раздел 5. ДЛЯ УГЛУБЛЕННОГО ИЗУЧЕНИЯ | 125 |
| 5.1. Методы проведения реакций в безводной и инертной среде | 125 |
| 5.1.1. Сушка лабораторной посуды и сборка установки для проведения синтеза | 126 |
| 5.1.2. Приборы для проведения реакций в инертной атмосфере | 127 |
| 5.1.3. Методы работы с реагентами, чувствительными к влаге и кислороду воздуха | 130 |
| 5.2. Техника полу микрометодов органического синтеза | 135 |

ЧАСТЬ II. ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА И КОНТРОЛЬ РАБОТ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

| | |
|---|-----|
| <i>Раздел 1.</i> ПРАВИЛА ВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА | 142 |
| <i>Раздел 2.</i> КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ МЕТОДАМ ВЫДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И ИДЕНТИФИКАЦИИ ВЕЩЕСТВ | 149 |
| <i>Раздел 3.</i> ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ И КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ МЕТОДАМ ВЫДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И ИДЕНТИФИКАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ | 153 |
| Работа 1. Качественный анализ смеси веществ методом тонкослойной хроматографии | 153 |
| Работа 2. Перегонка и определение температуры кипения неизвестного вещества | 155 |
| Работа 3. Перекристаллизация неизвестного вещества | 157 |

ЧАСТЬ III. СИНТЕТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ

| | |
|-------------------------|-----|
| <i>Раздел 1.</i> АЛКАНЫ | 160 |
| Работа 4. Пентан | 160 |
| <i>Раздел 2.</i> АЛКЕНЫ | 164 |

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

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

| | | |
|-------------------|---|-----|
| <i>Раздел 18.</i> | АМИНОКИСЛОТЫ | 390 |
| | Работа 75. I-N-врем-Бутоксикарбонилфенилаланин | 390 |
| <i>Раздел 19.</i> | УГЛЕВОДЫ | 394 |
| | Работа 76. 1,2,3,4,6-Пента-0-ацетил-а-£>-глюкопираноза | 394 |
| | Работа 77. 1,2:5,6-Ди-О-изопропилиден-а-О-глюкофураноза | 397 |

ЧАСТЬ IV. «ЗЕЛЕННЫЕ» СИНТЕЗЫ

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

ЧАСТЬ V. СИНТЕЗЫ ДЛЯ УГЛУБЛЕННОГО ИЗУЧЕНИЯ

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

| | |
|---|-----|
| Работа 96. Этилбензол. Вариант 2 (реакция Вюрца-Фиттига) | 482 |
| <i>Раздел 6. ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i> | 485 |
| Работа 97. Фенилборная кислота | 485 |
| Работа 98. Тиофен-2-карбоновая кислота | 491 |
| Работа 99. Этил(трифенилфосфоранилиден)ацетат | 495 |
| Работа 100. Диэтилбензилфосфонат (реакция Арбузова) | 498 |
| <i>Раздел 7. ПРОСТЫЕ ЭФИРЫ</i> | 501 |
| Работа 101. Фенетол (синтез Вильямсона) | 501 |
| <i>Раздел 8. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ</i> | 506 |
| Работа 102. Этиловый эфир коричной кислоты (реакция Виттига) | 506 |
| <i>Раздел 9. ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОЛОВЫХ КИСЛОТ</i> | 509 |
| Работа 103. Ацетоуксусный эфир (конденсация Кляйзена) | 509 |
| Работа 104. Бензоилацетон | 512 |
| <i>Раздел 10. СУЛЬФОКИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ</i> | 516 |
| Работа 105. М-(отреот-Бутил)-2-гидрокси-2-фенилэтансульфамид | 516 |
| <i>Раздел 11. НИТРОСОЕДИНЕНИЯ</i> | 522 |
| Работа 106. 4-Нитрохлорбензол | 522 |
| Работа 107. 1-(4-Диметиламинофенил)-2-нитроэтилен (реакция Анри) | 524 |
| <i>Раздел 12. ДИАЗОСОЕДИНЕНИЯ</i> | 528 |
| Работа 108. Фторбензол (реакция Шимана) | 528 |
| Работа 109. Фенилгидразин | 533 |
| <i>Раздел 13. ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i> | 538 |
| Работа ПО. 1,2,3,4-Тetraгидрокарбазол (реакция Фишера) | 538 |
| Работа 111. Изатин (метод Зандмейера) | 541 |
| Работа 112. 2,6-Диметил-3,5-диэтоксикарбонил-1,4-дигидропиридин (реакция Ганча) | 546 |
| Работа 113. Хинолин (реакция Скраупа) | 549 |
| <i>Раздел 14. АМИНОКИСЛОТЫ И ПЕПТИДЫ</i> | 553 |
| Работа 114. 0,1-М-ацетилфенилаланин | 553 |
| Работа 115. Этиловый эфир глицина (гидрохлорид) | 556 |
| Работа 116. Этиловый эфир 1Ч-/я/7ет-буктоксикарбонилфенил- аланилглицина | 560 |
| <i>Приложение 1. ФИЗИОЛОГИЧЕСКОЕ ДЕЙСТВИЕ НЕКОТОРЫХ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ</i> | 567 |
| <i>Приложение 2. ХАРАКТЕРИСТИКИ РАСТВОРОВ НЕОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И ОСНОВАНИЙ</i> | 570 |
| <i>Приложение 3. КРАТКИЙ СПРАВОЧНИК ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ОРГАНИЧЕСКИХ И НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ. ИСПОЛЪЗУЕМЫХ В ПРАКТИКУМЕ</i> | 574 |
| <i>Приложение 4. СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ ДЛЯ ОБОЗНАЧЕНИЯ ЯМР-СИГНАЛОВ</i> | 586 |
| СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ | 587 |
| УКАЗАТЕЛЬ ПРОДУКТОВ | 589 |