

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

(Органический синтез)

Часть II

*Методические указания к лабораторному практикуму
для студентов специальности «Фармация»*

Пенза
Издательство ПГУ
2015

Приведены сведения о методах очистки, выделения, определения основных констант и элементного анализа органических соединений. Описаны также методики синтеза ряда органических соединений и приведены способы идентификации этих соединений.

Работа подготовлена на кафедре «Общей и биологической химии» Пензенского государственного университета для студентов, обучающихся по специальности 040500 – «Фармация».

Составители: *Г. Е. Вагина, Л. В. Самарова*

СОДЕРЖАНИЕ

1. Методы очистки и выделения органических соединений.....	4
2. Определение основных физических констант органических веществ.....	14
3 Общие представления об элементном органическом анализе.....	19
4 Лабораторная работа № 1 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ <i>n</i> -АМИНОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ.....	25
5 Лабораторная работа № 2 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ <i>n</i> -АЦЕТАМИДОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ.....	26
6 Лабораторная работа № 3 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ АЦЕТИЛСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ..	28
7 Лабораторная работа № 4 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ 1-БРОМОБУТАНА.....	28
8 Лабораторная работа № 5 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИЗОВАЛЕРИАНОВОЙ КИСЛОТЫ	30
9 Лабораторная работа № 6 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИОДОЭТАНА	32
10 Лабораторная работа № 7 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПЕНТА-О-АЦЕТИЛ- β -D-ГЛЮКОПИРАНОЗЫ.....	34
11 Лабораторная работа № 8 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ЦИКЛОГЕКСАНОНА.....	35
12 Лабораторная работа № 9 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ЭТИЛАЦЕТАТА.....	36
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	38

1. Методы очистки и выделения органических соединений

Полученные при синтезе вещества, как правило, содержат некоторое количество примесей (исходные вещества, не вступившие в реакцию, побочные продукты, растворители и др.). Чтобы избавиться от них, применяют различные методы очистки и выделения органических веществ. Эти методы довольно разнообразны и зависят, в основном, от агрегатного состояния соединения.

1.1. Фильтрация

Фильтрация – процесс отделения твердых компонентов смеси, находящихся в осадке, от маточных растворов (жидких компонентов) посредством пористой перегородки – *фильтра*. В качестве фильтра обычно используют фильтровальную бумагу, которая может быть различной пористости. Фильтрами могут служить также различные ткани, пористое стекло, асбест, обычная и стеклянная вата и др. При этом необходимо помнить, что фильтрующие материалы не должны взаимодействовать ни с растворителем, ни с отделяемым осадком.

Фильтрация можно проводить различными способами. Это определяется как характером растворителя, так и свойствами отделяемого вещества при фильтрации. Обычно пользуются двумя способами фильтрации: при нормальном и пониженном давлении.

Фильтрация при нормальном давлении – наиболее простой и часто применяемый в практике способ, не требующий сложных приспособлений. Для этого необходимы стеклянная воронка и фильтр. Бумажные фильтры могут быть двух видов: простые и складчатые. Последние применяются чаще, так как имеют большую фильтрующую поверхность, и это намного ускоряет процесс фильтрации.

Простой фильтр можно изготовить так: квадратный кусок фильтровальной бумаги складывают вчетверо и обрезают по окружности таким образом, чтобы он имел вид конуса. При этом размер конуса должен соответствовать размеру фильтровальной воронки.

Складчатый фильтр имеет более сложную форму. Для его изготовления вначале поступают так же, как и для получения простого фильтра. Затем четвертушки бумаги сгибают и на фильтре, сложенном вдвое, делают сгибы «гармошкой», как показано на рис. 1.

Фильтр (простой или складчатый) вставляют в воронку, укрепленную в кольцо, которое присоединено к штативу с зажимом. Под воронку ставят стакан, и прибор для фильтрации холодных растворов готов (рис. 2).

Для фильтрации горячих растворов применяют специальную воронку, обогреваемую электрической спиралью или горячей водой (рис. 3).

При фильтрации веществ, имеющих низкую температуру плавления, используют воронки с охлаждением.

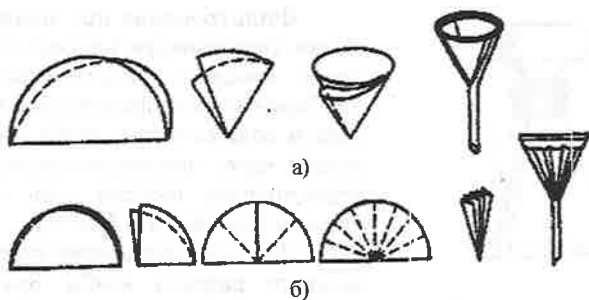


Рис. 1 Последовательность действий при изготовлении простого фильтра (а) и складчатого (б)

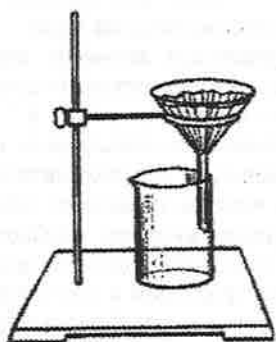


Рис. 2 Установка для фильтрования через стеклянную воронку горячей водой

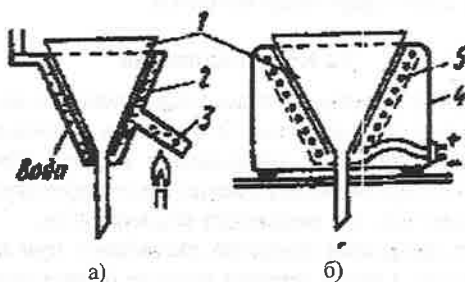


Рис. 3 Приспособления для обогрева фильтровальной воронки (а) и электрической спиралью (б): 1 – воронка для фильтрования; 2 – воронка специальная с двойными стенками («рубашкой»), между которыми находится вода; 3 – «отросток» для обогрева воды; 4 – специальная электрическая воронка для горячего фильтрования (электрическая печь); 5 – электрическая спираль

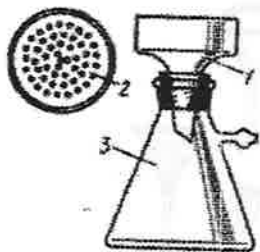


Рис. 4 Воронка Бюхнера (1);
дырчатое дно воронки
(вид сверху) (2);
колба Бунзена (3)

Фильтрация при пониженном давлении (отсасывание) применяют для ускорения процесса фильтрации. Основным прибором служат фарфоровая воронка Бюхнера и толстостенная колба Бунзена, соединенная через предохранительную склянку с водоструйным насосом (или лабораторным насосом Комовского) (рис. 4).

Для предотвращения последствий возможного разрыва колбы Бунзена в ходе фильтрации ее необходимо обвернуть полотенцем. Чтобы фильтруемая жидкость не попала между воронкой и фильтром, на дырчатое дно воронки Бюхнера кладут бумажный фильтр, смоченный дистиллированной водой. Диаметр фильтра должен быть немного меньше внутреннего диаметра воронки, но таким, чтобы фильтр полностью закрывал все отверстия. Водоструйный насос при нормальном напоре воды может создавать вакуум в 1–2 кПа (8–15 мм рт. ст.). Чтобы в колбу Бунзена случайно не попала вода от водоструйного насоса, между ним и колбой устанавливают предохранительную склянку (некоторые конструкции водоструйных насосов позволяют обходиться без предохранительных склянок). Фильтруемую жидкость необходимо доливать равномерно, чтобы осадок все время находился под слоем жидкости. Нужно стараться, чтобы осадок не попал между фильтром и дном воронки Бюхнера, иначе некоторая часть осадка может попасть в колбу Бунзена.

После окончания фильтрации осадок на фильтре отжимают стеклянной пробкой. Если растворитель или осадок легко окисляются воздухом, или гигроскопичны, или взаимодействуют с CO_2 воздуха, то процесс фильтрации следует проводить в атмосфере инертного газа.

1.2 Кристаллизация

Кристаллизацией называют процесс образования и роста кристаллов из раствора, расплава или газовой среды. Это один из важнейших методов, применяемых для очистки твердых органических веществ. Он основан на различной растворимости органического вещества и сопутствующих ему примесей в данном растворителе при различных температурах.

Загрязненное примесями вещество растворяют при нагревании в подходящем растворителе, а затем горячий раствор отфильтровывают от нерастворимых примесей и дают охладиться. Выпавший осадок отфильтровывают и сушат.

В качестве растворителей применяют этиловый спирт, ацетон, бензол, хлороформ, диоксан, уксусную кислоту, петролейный эфир, воду и др. Если данные о растворимости очищаемого кристаллизацией вещества отсутствуют, то растворитель подбирают опытным путем. Хорошо подобранный рас-

творитель при температуре, близкой к точке кипения, должен растворять, по крайней мере в пять раз больше вещества, чем при комнатной температуре. Иногда, если очищаемое вещество хорошо растворяется в растворителе при нагревании, но плохо кристаллизуется из него при охлаждении, кристаллизацию проводят из смеси различных растворителей, умело подобрав их соотношение.

В общем случае необходимо учитывать следующие требования к растворителям:

1) растворитель должен хорошо растворять вещество при нагревании и плохо – при охлаждении;

2) растворитель не должен химически взаимодействовать с очищаемым веществом;

3) растворитель желательно применять в минимальном количестве (иначе растворенное вещество не будет полностью выделяться при охлаждении).

Из горячего раствора сначала кристаллизуется то вещество, которое труднее растворяется в данном растворителе или присутствует в большем количестве.

Чтобы вызвать процесс кристаллизации в пересыщенном растворе, в него добавляют в качестве «затравки» несколько кристаллов того вещества, которое необходимо выкристаллизовать. Помогает и потирание стенок сосуда с раствором стеклянной палочкой.

Довольно часто при проведении процесса кристаллизации применяют активированный уголь. Из-за высокой абсорбционной активности он хорошо удаляет из раствора окрашенные загрязнения и различные смолообразные продукты. Однако активированный уголь нельзя добавлять к сильно нагретому раствору, так как это может привести к выбросу жидкости за счет ее бурного вскипания.

При использовании легковоспламеняющихся растворителей (диоксан, бензол, этиловый спирт и др.) растворение необходимо вести при осторожном нагревании в круглодонной колбе с обратным водяным холодильником.

Опыт. *Кристаллизация бензойной кислоты.* Небольшое количество (около 1 г) загрязненной бензойной кислоты растворяют в 30–50 мл кипящей воды в открытой колбе или химическом стакане. Полученный горячий раствор быстро фильтруют через складчатый фильтр, помещенный в стеклянную воронку. Собранный в стакан или коническую колбу фильтрат охлаждают ледяной водой при перемешивании. Выделяются белые кристаллы бензойной кислоты. Через 30 мин осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера с использованием водоструйного насоса и сушат при 60°C. Т. пл. 122°C.

1.3 Перегонка

Перегонка – процесс отделения жидких веществ от нелетучих примесей или разделения летучих веществ с различной температурой кипения. Это достигается нагреванием жидкости до кипения и последующей конденсацией ее паров в холодильнике.

Существуют три способа перегонки жидкости:

- а) при нормальном давлении (простая и фракционная перегонка);
- б) при пониженном давлении (перегонка в вакууме);
- в) с водяным паром.

Перегонка при нормальном давлении (простая перегонка). Этот способ применяют, если разница в температурах кипения веществ, входящих в состав разделяемой смеси, не менее $80-100^{\circ}\text{C}$ или если основное вещество необходимо отделить от нелетучих примесей.

Схема установки для простой перегонки показана на рис. 5. Она состоит из колбы Вюрца 1 с термометром 2, нисходящего холодильника Либиха 3, алонжа 4 и приемника 5. Колбу Вюрца подбирают такого размера, чтобы перегоняемая жидкость заполняла ее не более чем на $\frac{2}{3}$ объема. При соединении колбы с холодильником необходимо, чтобы конец ее отводной трубки выступал из пробки в холодильник не менее чем на 2–3 см. Ртутный шарик термометра должен находиться примерно на 0,5 см ниже отверстия отводной трубки. В этом случае шарик термометра хорошо омывается парами перегоняемой жидкости.

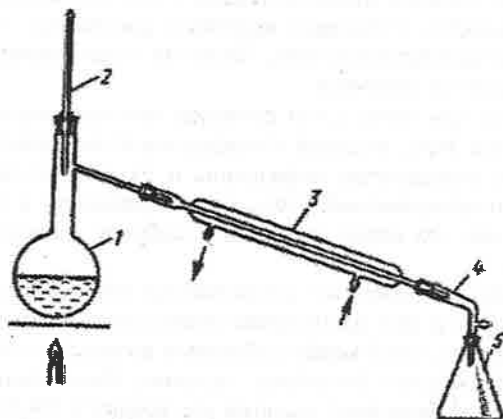


Рис. 5 Схема установки для простой перегонки

Если температура кипения перегоняемой жидкости не выше $120-130^{\circ}\text{C}$, то применяют проточное водяное охлаждение. При перегонке жидкостей с более высокой температурой кипения рекомендуется использовать в качестве охлаждающего компонента непроточную воду (т. е. воду, которая осталась в холодильнике после прекращения ее подачи) или применять воздушный холодильник. Чтобы жидкость кипела равномерно, в колбу помещают кусочки обожженного неглазурованного фарфора или длинные стеклянные капилляры, запаянные с одного конца и погруженные в жидкость другим концом. Скорость перегонки регулируется скоростью поступления жидкости в приемник (не более 1–2 капель в секунду).

При перегонке индивидуального вещества его температура кипения остается постоянной в течение всей перегонки. Если перегоняется смесь двух веществ, температуры кипения которых различаются значительно, то вначале отгоняется жидкость с более низкой температурой кипения. Если температура кипения начинает возрастать, это означает, что начинает перегоняться другая жидкость, имеющая более высокую температуру кипения, чем первая. В процессе перегонки второй жидкости также устанавливается постоянная температура. Таким образом, меняя приемники, можно собрать несколько фракций; в первых будет преобладать низкокипящая часть перегоняемой смеси, а в последних – высококипящая.

Если перегоняемая смесь состоит из компонентов, температуры кипения которых близки и которые не образуют азеотропных смесей, применяют дробную, или фракционную, перегонку. Для этого обычно используют дефлегматоры и ректификационные колонки. В них часть паров перегоняемой смеси конденсируется (за счет охлаждения наружным воздухом), превращаясь в жидкость, обогащенную сравнительно высококипящим компонентом. Оставшийся пар, наоборот, обогащается более летучей частью смеси. Таким образом, пары, проходящие через колонку, богаче летучим компонентом, чем пары, находящиеся над перегоняемой жидкостью. Жидкость (конденсат), стекающая в колбу, наоборот, содержит высококипящие вещества.

Если температура кипения перегоняемых жидкостей не выше 80°C (спирт, ацетон, эфир, бензол и др.), то нагревание следует проводить только на водяной бане.

Перегонка при пониженном давлении (перегонка в вакууме). Этот способ перегонки применяют, если перегоняемые вещества полностью или частично разлагаются при температуре кипения (при атмосферном давлении). Если перегонку проводить при пониженном давлении, то температура кипения веществ понижается, а значит, уменьшается или вовсе устраняется возможность их разложения.

Схема установки для перегонки при пониженном давлении показана на рисунке 6. Она состоит из колбы Клайзена 1 с термометром 3 и капилляром 2, холодильника 4, алонжа 5 и приемника 6. Колбу закрывают резиновой пробкой со стеклянной трубкой, оттянутой на конце в тонкий капилляр. Верхнюю часть этой трубки соединяют с резиновым шлангом, имеющим зажим. При пониженном давлении в колбе через этот капилляр проходят в перегоняемую жидкость пузырьки воздуха, что способствует равномерному перемешиванию и кипению жидкости. Скорость пропускания пузырьков воздуха регулируют зажимом на отрезке каучука (чтобы зажим не полностью перекрыл резиновый шланг, в него вставляют тонкую проволоку). Колбу Клайзена соединяют с нисходящим холодильником Либиха. Алонж должен иметь отвод для соединения системы с масляным вакуумным или водоструйным насосом 7. Если нужно собрать все фракции, входящие в состав перегоняемой смеси, применяют специальные алонжи («пауки»), позволяющие крепить несколько приемников (круглодонные колбочки). Давление, при котором

осуществляют перегонку, измеряют ртутным манометром 8, присоединенным к системе. Чтобы избежать переброса продуктов в насос (при использовании масляного насоса), между ним и прибором устанавливают поглощающую систему (колонки с активированным углем и твердым гидроксидом натрия). Если пользуются водоструйным насосом, то применяют предохранительную склянку.

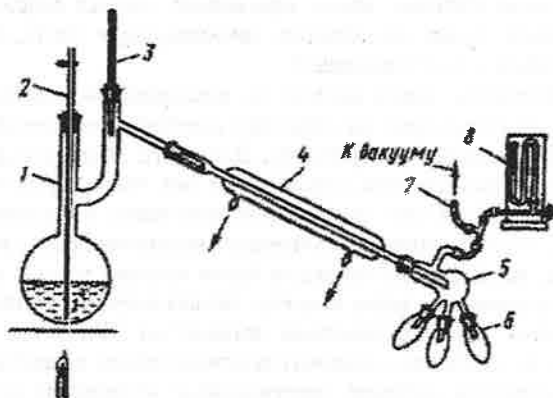


Рис. 6 Схема установки для перегонки при уменьшенном давлении

Работа с установкой требует особого соблюдения правил техники безопасности. После того как прибор собран, необходимо убедиться в ее полной герметичности и только затем заполнять колбу Клайзена жидкостью. Колбу, если в этом есть необходимость, нагревают на водяной бане. Перегонку проводят в защитных очках, а еще лучше — в защитной маске. Во избежание взрыва нельзя перегонять вещества досуха. И, наконец, при выключении системы воздух не должен быстро входить в нее.

Перегонка с водяным паром. Этим способом пользуются для выделения из смесей веществ, которые кипят при довольно высокой температуре, а поэтому не исключена возможность их разложения. Перегонять с водяным паром можно только такие органические вещества, которые нерастворимы или труднорастворимы в воде, а также не взаимодействующие с ней. Кроме того, этот метод применяется для разделения таких смесей веществ, из которых только одно улетучивается с паром.

Известно, что кипение жидкости происходит, если сумма парциальных давлений насыщенного пара воды и вещества будет равна атмосферному давлению. Поэтому, используя перегонку с водяным паром, можно перегонять вещества при температуре, которая значительно ниже температуры кипения самого низкокипящего компонента. Во время перегонки температура кипения остается постоянной, пока не перегонится одна из жидкостей. Затем температура кипения повышается до значения, соответствующего темпера-

туре кипения остающейся в колбе жидкости (например, воды). Образующийся при перегонке пар содержит все компоненты смеси в объемном соотношении, пропорциональном парциальному давлению каждой жидкости, входящей в состав смеси.

Для перегонки с водяным паром применяют прибор, который состоит из парообразователя 1, перегонной колбы 3, холодильника 4, алонжа 5 и приемника 6 (рис. 7). Парообразователь заполняют водой приблизительно до половины и соединяют через тройник 2 с колбой. Колбу плотно закрывают резиновой пробкой с двумя отверстиями. В одно из них помещают стеклянную трубочку, нижний конец которой доходит почти до дна колбы, а верхний с помощью короткой резиновой трубки соединяют через тройник с парообразователем. Во второе отверстие вставляют короткую, изогнутую под углом в $30-45^\circ$ стеклянную трубку, соединяющую колбу с холодильником. На тройник, который связывает между собой парообразователь и колбу, надевают короткую резиновую трубку с зажимом. Зажим остается открытым до начала перегонки для того, чтобы в перегонной колбе не собирался конденсат в результате охлаждения водяных паров. В колбу помещают вещество, собирают прибор и подогревают парообразователь. Одновременно (через асбестовую сетку) подогревают колбу. Как только начнет образовываться пар, нагревающий жидкость в перегонной колбе, резиновую трубку, надетую на тройник, закрывают зажимом. Спустя некоторое время в приемнике собирается эмульсия (вещество в воде), расслаивающаяся при стоянии. В зависимости от плотности перегоняемое вещество будет образовывать верхний или нижний слой. Перегонку заканчивают, когда в холодильнике будут образовываться капли чистого дистиллята (воды). Затем открывают зажим на тройнике (чтобы жидкость из колбы не засосалась в парообразователь) и выключают парообразователь.

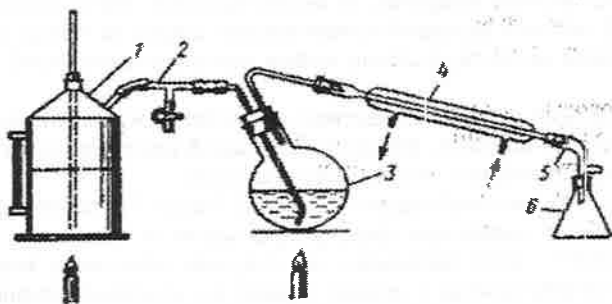


Рис. 7 Схема установки для перегонки с водяным паром

Опыт 1. Очистка спирта. Небольшое количество спирта (около 30 мл), загрязненного любой растворимой примесью (водой, ацетоном, пиридином и др.), очищают методом простой перегонки. Исходя из количеств взятого и

очищенного спирта, рассчитайте процентный состав первоначальной смеси. Следует обратить внимание на показание термометра в процессе перегонки. Сохраняется ли оно все время постоянным?

Опыт 2. Перегонка анилина с водяным паром. Смесь около 10 мл анилина и 80–100 мл воды помещают в колбу и проводят процесс перегонки, как описано выше. В конце перегонки в приемнике собирается почти бесцветный анилин, который затем извлекают методом экстракции.

Следует обратить внимание на то, что несмотря на высокую температуру кипения анилина (184°C) процесс перегонки с водяным паром был проведен при температуре около 100°C.

1.4 Возгонка (сублимация)

Возгонка, или сублимация, связана с переходом кристаллического вещества, нагретого ниже его температуры плавления, в парообразное состояние (минуя жидкую фазу), а затем при охлаждении – опять в твердое состояние. Этим способом хорошо очищаются вещества, если летучесть сопутствующих загрязнений отличается от летучести основного вещества. Возгонкой можно хорошо очистить бензойную кислоту, антрацен, нафталин, иод, серу и др.

Возгонку можно проводить при нормальном и пониженном давлении.

Для возгонки веществ при нормальном давлении вещество помещают в фарфоровую чашку, которую накрывают перевернутой стеклянной воронкой. Отводную трубку воронки закрывают куском ваты. Между чашкой и воронкой помещают фильтровальную бумагу с небольшими отверстиями во многих местах для пропускания паров. Это делают для того, чтобы кристаллы вещества, образовавшиеся на холодной поверхности воронки, не падали опять на возгоняемое вещество. Воронку охлаждают, прикладывая к наружной поверхности смоченный в воде кусок ткани. Если необходимо очистить небольшое количество вещества, то вместо воронки можно использовать часовое стекло, которое выпуклой поверхностью кладут на чашку (или стакан). Для охлаждения на часовое стекло можно положить смоченный водой кусочек ваты.

Фарфоровую чашку с веществом медленно и осторожно нагревают на бане. Необходимо помнить, что даже небольшой перегрев может привести к термическому разложению очищаемого вещества.

Опыт. Очистка нафталина возгонкой. Около 1 г технического нафталина помещают в маленькую фарфоровую чашку и накрывают стеклянной воронкой. Чашку слабо нагревают, не допуская плавления вещества. При этом нафталин возгоняется и оседает в виде игл на стенках воронки. Все ли твердые вещества можно очищать подобным методом?

1.5 Экстракция

Экстракция, или извлечение, основана на различной растворимости веществ в двух несмешивающихся жидкостях. Чаще всего экстрагированию приходится подвергать водные растворы. Для этого пользуются делительной

воронкой, в которую наливают раствор, содержащий экстрагируемое вещество и экстрагирующую жидкость, т. е. растворитель, в котором это вещество растворяется лучше. Растворитель для экстракции должен:

- а) мало растворяться в другом растворителе, который содержит экстрагируемое вещество;
- б) заметно лучше растворять экстрагируемое вещество, чем растворитель, из которого это вещество экстрагируется;
- в) не должен химически взаимодействовать ни с экстрагируемым веществом, ни с растворителем, в котором оно растворено;
- г) быть сравнительно безопасным;
- д) легко удаляться при выделении из него вещества.

Делительную воронку, содержащую раствор экстрагируемого вещества и растворитель (не более $\frac{2}{3}$ ее объема), закрывают пробкой и осторожно встряхивают, придерживая при этом пробку указательным пальцем. В воронке может повышаться давление за счет испарения растворителя, поэтому нужно периодически открывать кран и выпускать пары растворителя (при этом воронку держат трубкой вверх и в сторону от стоящего рядом товарища). Кран воронки при этом также должен «смотреть» вверх. После встряхивания делительную воронку закрепляют в штативе и оставляют в покое до полного разделения слоев. Затем открывают пробку и, осторожно открывая кран, медленно сливают нижний слой в стакан, стараясь не слить вместе с нижним слоем и верхний. Оставшийся слой (экстракт) выливают через верхнее отверстие воронки в другую посуду и сушат подходящим осушителем. После этого растворитель отгоняют на бане. Обычно это не вызывает никаких затруднений, так как растворители, применяемые для экстракции, кипят при сравнительно низких температурах.

Опыт. *Извлечение диэтиловым эфиром анилина из смеси анилин – вода.* Около 10 мл 3%-ной суспензии анилина в воде помещают в делительную воронку, приливают 6 мл эфира и встряхивают. Эфирный экстракт анилина после отстаивания будет находиться в верхнем слое, а вода – в нижнем. В дальнейшем поступают так, как описано выше. **При проведении опыта поблизости не должно быть открытого огня!**

1.6 Высушивание органических веществ

Вещества, полученные после очистки, содержат, как правило, следы растворителей (воду, спирт, эфир и др.), которые удаляют высушиванием. Способ высушивания определяется природой вещества, его агрегатным состоянием и характером растворителя.

Твердые вещества обычно сушат на воздухе при комнатной температуре или в сушильном шкафу при повышенной температуре. В последнем случае температура в шкафу должна быть значительно ниже температуры плавления вещества. Для более эффективного высушивания применяют эксикаторы, на дно которых помещают подходящие осушители (P_2O_5 , безводные $CaCl_2$, $MgSO_4$ и др.). Для ускорения процесса высушивания используют вакуум-эксикатор.

Если растворитель прочно связан с веществом, его сушат в вакууме или при повышенной температуре. Для этого применяют сушильный «пистолет» Фишера (рис. 8). В колбу 1 для обогрева прибора наливают жидкость с определенной температурой кипения.

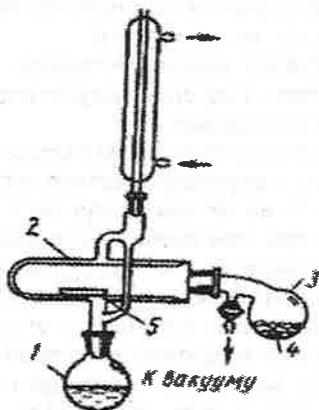


Рис. 8 Сушильный «пистолет» Фишера

Затем колбу соединяют с корпусом сушилки 2, в которую помещают лодочку 5 с веществом. Сушилку закрывают ретортообразной колбой 3 с осушителем 4 и создают вакуум с помощью водоструйного насоса. Жидкость в колбе доводят до кипения.

Жидкие вещества высушивают с помощью твердых неорганических веществ, способных поглощать воду и образовывать при этом кристаллогидраты (см. приложение VII). Эти осушители не должны взаимодействовать с веществом и растворителем. Жидкость или раствор встряхивают с небольшим количеством (не более 1–3% от массы раствора) подходящего осушителя: прокаленного хлорида кальция, сульфата натрия, сульфата магния и др. После этого сосуд, содержащий жидкость и осушитель, закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой и оставляют стоять некоторое время. Часто осушитель приходится менять несколько раз, добиваясь полного устранения влаги. Затем жидкость отфильтровывают или декантируют (осторожно сливают).

2. Определение основных физических констант органических веществ

Каждое органическое вещество характеризуется определенными температурами плавления и кипения, плотностью, показателем преломления и т. д. Эти величины называются **физическими константами**. С их помощью можно определить (идентифицировать) вещество, а также установить его

чистоту. Для этого определяют некоторые физические константы вещества и сравнивают их с литературными данными.

2.1 Определение температуры плавления

Температурой плавления вещества называется температура, при которой это вещество из твердого состояния переходит в жидкое.

Обычно температуру плавления определяют в приборе, состоящем из термостойкой круглодонной колбы и пробирки, закрепленной в этой колбе с помощью корковой пробки (или приваренной к горлу колбы). В пробирку помещают термометр, на шарик которого надевают резиновое кольцо для крепления капилляра (рис. 9). Колбу наполняют концентрированной серной кислотой или силиконовым маслом, глицерином, дибутилфталатом и т.д. (не более $\frac{3}{4}$ объема). Если используют концентрированную серную кислоту, то прибор нагревают не выше 250°C.

Для работы с веществами, температура плавления которых выше 250°C, применяют простое устройство, состоящее из двух пробирок. В широкую пробирку вставляют более узкую, зазор между ними оставляют пустым. В узкую пробирку вставляют на корковой пробке термометр.

Методика определения температуры плавления очень проста. Небольшое количество чистого вещества тщательно растирают стеклянной палочкой на часовом стекле. Затем берут стеклянный капилляр (внутренний диаметр 0,8–1 мм, длина 50–80 мм), запаянный с одного конца, и открытым концом опускают в вещество. Чтобы вещество переместилось на дно капилляра и уплотнилось, капилляр бросают заплавленным концом вниз в стеклянную трубку длиной до 70 см, поставленную вертикально на стол. В капилляре должен быть плотный слой вещества высотой до 5 мм. Капилляр с веществом прикрепляют резиновым кольцом к термометру (столбик вещества находится на уровне ртутного шарика) и нагревают колбу со скоростью не более 1°C в 1 мин. При определении температуры плавления неизвестного вещества нагревание проводят быстрее (до 5–7°C в 1 мин), а затем определение повторяют, но с более медленным нагреванием, особенно вблизи точки плавления.

Определять температуру плавления необходимо в защитных очках или защитной маске. Это особенно важно, если колба заполнена концентрированной серной кислотой.

Началом плавления вещества считается момент размягчения вещества и переход его в жидкое состояние, а концом — образование прозрачной жидкости. Во время определения необходимо постоянно следить за веществом в

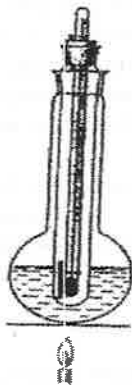


Рис. 9 Прибор для определения температуры плавления

капилляре и одновременно – за показанием термометра. Если вещество чистое, то оно плавится в пределах 0,5–1,0°C. Четкая температура плавления, как правило, является признаком его чистоты.

Многие органические вещества при плавлении разлагаются, и это сопровождается их потемнением, а иногда и обугливанием. В этом случае, конечно, точка плавления будет нечеткой.

В последнее время используется метод определения температуры плавления под микроскопом – *метод Кофлера*. Несколько кристаллов вещества помещают на обогревательный блок, установленный на столике микроскопа. Температуру плавления измеряют термометром, связанным с блоком. В поле зрения микроскопа одновременно видны кристаллы вещества и шкала термометра. Этот метод позволяет определять температуру плавления точно и быстро.

Опыт. *Определение температуры плавления известного органического вещества.* Определите температуру плавления одного из известных органических веществ (например, нафталина, бензойной кислоты, сала и т. д.) по вышеописанной методике и сравните ее с литературными данными.

2.2 Определение температуры кипения

Любая жидкость характеризуется определенной температурой кипения. В отличие от температуры плавления эта константа зависит от давления – жидкость начинает кипеть тогда, когда давление ее паров становится равным атмосферному давлению.

При определении температуры кипения небольшого количества жидкости применяют *метод Сиволобова*. В стеклянную трубочку (внутренний диаметр около 5 мм, а длина 2,5–3 см) помещают пипеткой несколько капель исследуемой жидкости. Затем в нее погружают тонкий капилляр, запаянный с верхнего конца. Трубку с жидкостью и капилляром прикрепляют к термометру, как и в случае определения температуры плавления. При медленном нагревании из тонкого капилляра начинают выделяться пузырьки воздуха. Температура, при которой начинается непрерывное выделение пузырьков, считается температурой кипения жидкости.

Опыт. *Определение температуры кипения известного органического вещества по Сиволобову.* Определите температуру кипения одной из органических жидкостей, например этилового спирта, хлороформа, тетраоксида углерода, бензола и т. д., руководствуясь приведенной методикой.

2.3 Определение относительной плотности жидкости

Плотность вещества ρ равна отношению его массы m к объему V :

$$\rho = m / V.$$

Относительная плотность d определяется отношением плотности данного вещества к плотности другого при определенных условиях. Обычно относительную плотность вещества определяют по отношению к плотности

дистиллированной воды при 4°C: $d = \frac{\rho}{\rho_{H_2O}}$. Величина d зависит от температуры, при которой ее определяют. Поэтому необходимо указывать не только температуру, при которой проводят определение, но и температуру воды, плотность которой принята за единицу. Обычно стандартная температура, при которой проводят определение, равна 20°C. Например, запись d_{40}^{20} означает, что относительная плотность определена при 20°C, а за единицу сравнения взята плотность воды при 4°C.

Относительную плотность вещества можно выражать отношением его массы к массе дистиллированной воды в том же объеме и при одинаковых условиях.

Для определения относительной плотности часто пользуются *пикнометрами*, например пикнометром Оствальда (рис. 10). Он состоит из трех частей, которые обычно называют «носик», «баллончик» и «хвостик» с меткой.

При помощи груши, присоединенной к «хвостик», через «носик» осторожно всасывают исследуемую жидкость несколько выше метки. Затем в течение 10–15 мин пикнометр термостатируют при 20°C. Избыток жидкости убирают при помощи кусочка фильтровальной бумаги, которым прикасаются к «носик» пикнометра, добиваясь, чтобы мениск жидкости в «хвостике» находился точно на метке. Пикнометр тщательно вытирают снаружи и взвешивают на аналитических весах. Ту же операцию проводят с дистиллированной водой. Зная массу пустого пикнометра (с точностью до 0,0001 г), а также пикнометра с исследуемой жидкостью и, наконец, с водой, можно рассчитать значение относительной плотности:

$$d = (m_1 - m)/(m_2 - m),$$

где m_1 — масса пикнометра с исследуемой жидкостью; m_2 — масса пикнометра с водой, m — масса пустого пикнометра.

Для быстрого, но менее точного определения относительной плотности можно использовать *ареометры*. Ареометр состоит из стеклянной трубки, нижняя часть которой несколько расширена и имеет шарик, заполненный дробью. Верхняя, более узкая часть прибора имеет шкалу с делениями. Чем больше относительная плотность жидкости, тем меньше в нее погружается ареометр.

Определение относительной плотности с помощью ареометра проводят в цилиндре, в который наливают жидкость. Ареометр осторожно погружают в нее, стараясь, чтобы он свободно плавал, не касаясь ни стенок, ни дна ци-

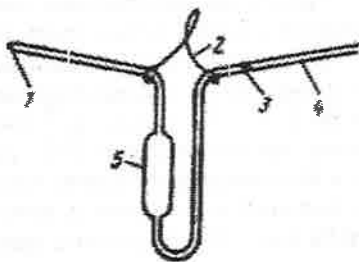


Рис. 10 Пикнометр Оствальда:
1 — носик; 2 — проволочная петля; 3 — метка; 4 — хвостик; 5 — баллончик.

линдра. Значение относительной плотности жидкости показывает деление на шкале, против которого установился уровень жидкости.

Имеются специальные ареометры: *лактометры*, (для определения жирности молока), *спиртомеры* (для определения процентного содержания спирта) и др.

2.4 Определение показателя преломления

Показатель преломления n – представляет собой отношение синуса угла падения света на поверхность раздела двух сред к синусу угла отражения света: $n = \sin \alpha / \sin \beta$. Эта величина используется для идентификации жидких веществ и характеристики их чистоты.

Показатель преломления зависит от температуры и резко меняется с изменением длины волны света, поэтому измерения проводят при постоянной температуре и монохроматическом свете. Обычно опыт ведут при 20°C и при длине волны, соответствующей длине волны желтой линии натрия D ($\lambda = 589,3$ нм). Так, символ n_D^{20} означает, что показатель преломления был определен для линии D при 20°C. Для большинства жидких органических веществ показатель преломления находится в пределах от 1,3 до 1,8. Показатели преломления определяют с помощью рефрактометра. На рефрактометре ИРФ-22 (рис. 11) исследование проводят следующим образом.

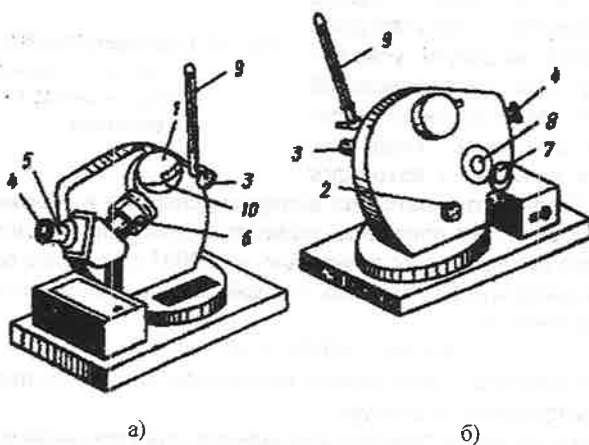


Рис. 22 Рефрактометр ИРФ-22: а – вид справа; б – вид слева; 1 – измерительная головка; 2 – маховик для изменения положения плоскостей призм; 3 – осветительное зеркало; 4 – окуляр; 5 – зрительная труба; 6 – винт, 7 – зеркало для освещения шкалы; 8 – окошко; 9 – термометр; 10 – измерительная призма зрительная

Открыв полушарие измерительной головки 1, протирают плоскости призм ватой, смоченной эфиром. С помощью маховика 2 приводят плоскости

призм в горизонтальное положение. На поверхность измерительной призмы 10 осторожно наносят пипеткой каплю исследуемой жидкости и закрывают измерительную головку. Осветительное зеркало 3 устанавливают таким образом, чтобы свет от источника, поступая в осветительную призму через окно, равномерно освещал поле зрения. Вращая маховик 2 и наблюдая в окуляр 4 зрительной трубы 5, находят границу раздела света и тени. Если эта граница размыта или окрашена, то винтом 6 добиваются ее четкого изображения. С помощью маховика 2 точно совмещают границу раздела света и тени с перекрестием сетки и снимают отсчет по шкале показаний преломления (по положению горизонтального штриха). Зеркало для освещения шкалы 7 ориентируют так, чтобы свет поступал в окошко 8, освещающее шкалу прибора.

Показатель преломления зависит от температуры, поэтому при измерении она должна быть постоянной (20°C). Для наблюдения за постоянством температуры около измерительной головки вмонтирован термометр 9.

Опыт. *Определение показателя преломления одной из органических жидкостей.* На имеющемся в лаборатории рефрактометре определите показатели преломления некоторых жидкостей (например, бензола, этилового спирта, толуола, хлороформа, тетраоксида углерода и т. д.) и сравните их с литературными.

3 Общие представления об элементном органическом анализе

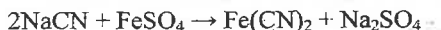
После очистки и выделения органических веществ приступают к их анализу. Элементный анализ органических соединений включает *качественный и количественный анализы*.

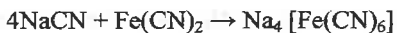
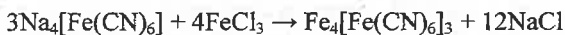
3.1 Качественный элементный анализ

Качественный элементный анализ состоит в качественном определении элементов, входящих в состав органического соединения. Для этого сначала разрушают органическое вещество, затем превращают определяемые элементы в простые неорганические соединения, которые могут быть изучены известными аналитическими методами.

При сгорании органического соединения **углерод**, входящий в его состав, образует оксид углерода (IV), а **водород** – воду. CO₂ легко обнаруживается при пропускании его через известковую воду – образуется осадок в виде мути. Вода вызывает появление синего окрашивания сульфата меди вследствие образования гидрата CuSO₄·5H₂O.

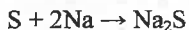
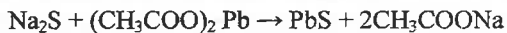
Для обнаружения **азота** органическое вещество сплавляют с металлическим натрием. В результате образуется цианид натрия, который обнаруживают по окраске берлинской лазури:



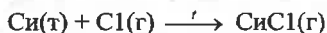


берлинская лазурь

Сера при сплавлении с металлическим натрием образует сульфид натрия, который легко определяют в виде сульфида свинца:



Галогены легко открыть *реакцией Бейльштейна*. При прокаливании в пламени горелки медной проволоки или пластинки, на которой находится органическое вещество, содержащее галоген, пламя окрашивается в интенсивно зеленый цвет. В отсутствие натрия или калия галоген, содержащийся в веществе, реагирует при высокой температуре с медью:



Летучий галогенид меди (CuCl) окрашивает пламя горелки в зеленый цвет.

Определение **кремния** основано на разрушении вещества и выделении кремния в виде SiO_2 или солей кремниевой кислоты.

Опыт 1. *Определение углерода и водорода в органическом веществе (крахмале или сахаре).* В сухую пробирку насыпают около 2 г крахмала (или сахара) и 1 г оксида меди CuO . Смесь тщательно перемешивают. В верхнюю часть пробирки помещают небольшой комочек ваты, на который насыпают немного безводного сульфата меди. Пробирку закрывают пробкой с газоотводной трубкой и закрепляют в штативе. Конец газоотводной трубки вводят в заранее приготовленную пробирку с известковой водой. Сначала прогревают всю пробирку, а затем нагревают ту часть, где находится смесь оксида меди с веществом.

Отметьте, что произошло с известковой водой. Как изменился цвет сульфата меди? На основании чего можно сделать вывод о наличии углерода и водорода в исследуемом веществе?

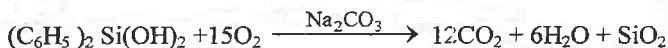
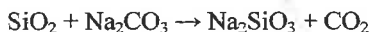
Опыт 2. *Определение галогена в галогенсодержащем органическом соединении по Бейльштейну.* Медную проволоку, укрепленную в корковой пробке, прокалывают в бесцветном пламени горелки до исчезновения посторонней окраски пламени. После охлаждения кончик проволоки смачивают исследуемым веществом (CHCl_3 , CCl_4 и т. д.) и вносят в пламя горелки. Что происходит?

Опыт 3. *Определение азота в азотсодержащем органическом соединении.* В сухую пробирку помещают около 0,2 г карбамида и кусочек металлического натрия (с горошину). Пробирку закрепляют в штативе и осторожно нагревают в пламени горелки (в вытяжном шкафу) в течение 2–3 мин. Происходит вспышка и обугливание вещества.

Охладив пробирку со сплавом, содержащим цианид натрия, в нее наливают смесь 2 мл этилового спирта в 10 мл дистиллированной воды. Полученный раствор фильтруют и наносят 1–2 капли на предметное стекло. Добавляют по 1 капле 0,5%-ного раствора сульфата железа (III) и хлорида железа (III). После подкисления смеси одной каплей 10%-ного раствора соляной кислоты выпадает осадок берлинской лазури, что указывает на присутствие азота в веществе.

Опыт 4. Определение серы в органическом соединении. В сухой пробирке смешивают несколько кристаллов органического вещества, содержащего серу (например, сульфаниловую кислоту) с небольшим кусочком металлического натрия. Пробирку со смесью закрепляют в штативе и нагревают на горелке в вытяжном шкафу. Раскаленную пробирку охлаждают и добавляют 10–15 мл дистиллированной воды. После прибавления в раствор нескольких капель раствора ацетата свинца выпадает черный осадок сульфида свинца.

Опыт 5. Определение кремния в кремнийорганическом соединении. Несколько капель исследуемого вещества, например дифенилсиландиола, смешивают с небольшим количеством сухого и химически чистого карбоната натрия до состояния густого теста. Часть полученной смеси укрепляют в ушке платиновой проволоки и вносят в окислительную часть пламени горелки. Органическая часть смеси сгорает, а часть, содержащая соединения кремния, сплавляется с карбонатом натрия:



Полученный карбонатно-силикатный плав обрабатывают дистиллированной водой при нагревании на часовом стекле или на крышке тигля. 1 каплю полученного водного раствора и 1 каплю раствора молибдата аммония [5 г $(\text{NH}_4\text{MoO}_4)$, 100 мл H_2O , 35 мл HNO_3 (конц.)] помещают на листок беззольного фильтра, который затем нагревают над пламенем горелки или над электрической плиткой. После этого в центр пятна добавляют 2–3 капли 0,5%-ного раствора бензидина в 10%-ной уксусной кислоте и фильтр помещают в пары аммиака. Если присутствует кремний, то через некоторое время появляется синее пятно, свидетельствующее об образовании молибденовой сини и продукта окисления бензидина, окрашенного в синий цвет.

3.2. Количественный элементный анализ

Задача количественного элементного анализа – установление количественного (процентного) содержания элементов в анализируемом веществе.

В органическом анализе микроаналитические методы имеют большие преимущества перед макроаналитическими. Они позволяют экономить реактивы, требуют минимального количества анализируемого вещества. Кроме того, намного сокращают продолжительность выполнения анализа. Для количественного элементного анализа созданы автоматизированные установки

анализаторы, позволяющие быстро и с большой точностью определять из одной навески вещества несколько элементов (например, С, Н, N, Si и др.). Их применение особенно удобно при выполнении большого количества серийных анализов (непрерывный технологический контроль производства, клинические исследования и т.д.). Здесь рассмотрены более простые установки, широко используемые в лабораторной практике.

Определение углерода и водорода. Определение всегда производится совместно (из одной навески вещества) в установке, схема которой приведена на рисунке 12. В основу определения положен метод Либиха–Прегля. Он заключается в количественном разложении органического вещества до оксида углерода (IV) и воды, определяемых затем количественно при помощи специальных аппаратов, содержащих вещества, химически связывающие эти оксиды. Для поглощения оксида углерода (IV) применяют гидроксид натрия, нанесенный на асбест (аскарит), а для связывания воды – перхлорат магния (ангидрон).

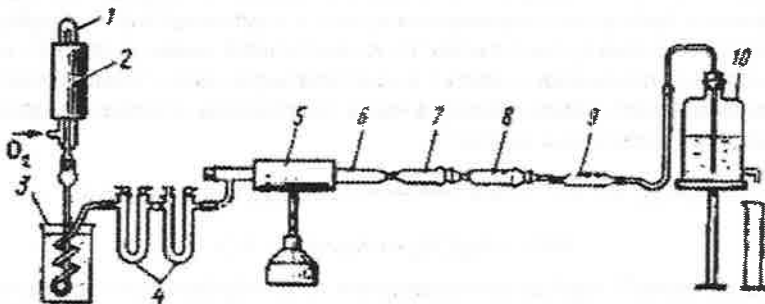


Рис. 1 Схема установки для количественного определения углерода и водорода: 1 – трубка для очистки кислорода; 2, 5 – электрические печи; 3 – змеевик; 4 – поглотители; 6 – кварцевая трубка для сжигания; 7 – поглотительный аппарат для воды; 8 – поглотительный аппарат для оксидов азота; 9 – поглотительный аппарат для CO_2 , 10 – аспиратор

Точно взвешенную навеску вещества (4–6 мг) помещают в платиновую лодочку или кварцевую пробирку и сжигают в кварцевой трубке, через которую пропускают с постоянной скоростью кислород. Трубку («зону окисления») нагревают электрической печью до $800\text{--}900^\circ\text{C}$, а сжигание вещества обычно производят газовой горелкой. За кварцевой трубкой размещают аппараты с поглотителями для воды и оксида углерода (IV), массу которых определяют по разности масс до сжигания и после. Зная массу поглощенных воды и оксида углерода (IV), рассчитывают массовую долю С и Н (в %) по формулам:

$$\omega(\text{C}) = \frac{b \cdot 0,2727 \cdot 100}{g}; \quad \omega(\text{H}) = \frac{c \cdot 0,1119 \cdot 100}{g},$$

где g – навеска вещества, мг; b – масса CO_2 ; c – масса H_2O ; 0,2727 – фактор для C/CO_2 ; 0,1119 – фактор для $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$.

Определение азота. Азот определяют обычно двумя методами. Первый метод заключается в том, что анализируемое вещество сжигают, а выделившийся азот собирают в специальном приборе – азотомере, в котором измеряют его объем (метод Дюма–Прегля). Если же анализируемое соединение разрушить сильным окислителем, а выделяющийся азот восстановить до аммиака и количественно определить его титрованием, то этот метод называется методом Кьельдаля.

По методу Дюма–Прегля точную навеску вещества, смешанную с оксидом меди, сжигают в атмосфере оксида углерода (IV). Этот газ пропускают через кварцевую трубку для сожжения перед анализом (чтобы вытеснить воздух) и после – для вытеснения из трубки всех продуктов сгорания в азотомер. Одно из обязательных условий проведения анализа – применение совершенно свободного от воздуха (даже следов) CO_2 . Часть трубки имеет постоянное наполнение: слой оксида меди, затем восстановленная медь (медная сетка) и опять слой оксида меди. Анализ проводят в приборе, изображенном на рис.13. Зону постоянного наполнения в трубке нагревают до $600\text{--}650^\circ\text{C}$ электрической печью, а навеску сжигают на газовой горелке при температуре $700\text{--}750^\circ\text{C}$. После сожжения продукты сгорания медленно вытесняют током CO_2 в азотомер, заполненный 50%-ным раствором гидроксида калия. Массовую долю азота (в %) рассчитывают по формуле

$$w(\text{N}) = (mV \cdot 100)/g,$$

где m – масса 1 мл сухого азота при соответствующих температуре и давлении (из таблицы); V – объем азота в азотомере; g – навеска вещества.

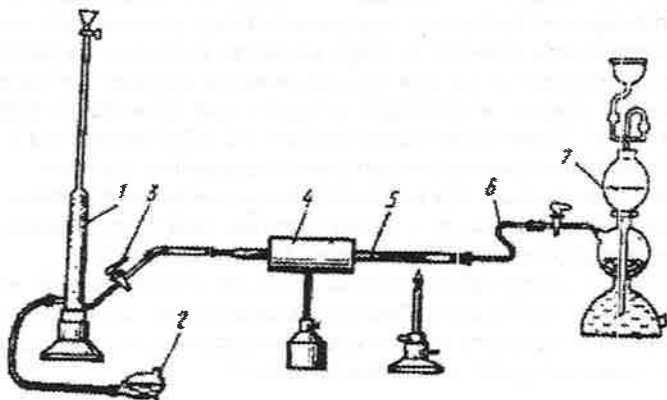


Рис. 13 Схема установки для количественного определения азота по Дюма:

1 – микроазотомер; 2 – груша с раствором гидроксида калия; 3 – край с нарезкой; 4 – электрическая печь; 5 – кварцевая трубка для сожжения; 6 – Z-образная трубка; 7 – аппарат Кипля

По методу Кьельдаля точную навеску вещества с катализатором (смесь сульфата калия, медного купороса и глюкозы) помещают в колбу Кьельдаля, приливают небольшое количество концентрированной серной кислоты и нагревают до кипения. Когда содержимое колбы начинает темнеть, добавляют для ускорения процесса разложения пероксид водорода. Смесь нагревают до полного обесцвечивания, а затем, предварительно разбавив ее небольшим количеством воды, переносят количественно в колбу для перегонки, в которую добавляют раствор гидроксида калия. Начинают отгонять аммиак, улавливая его раствором соляной кислоты. Добавив в эту колбу несколько капель индикатора (метиловый красный), смесь титруют щелочью.

Определение серы и галогенов по Шенигеру. Точную навеску вещества, завернутую в предварительно обеззоленный фильтр, укрепляют в платиновой проволоке, впаянной в стеклянную палочку. Эта палочка укреплена в пробке для колбы. Затем фильтр с навеской поджигают и сразу же вносят в колбу, наполненную предварительно кислородом, и плотно закрывают ее пробкой. Продукты сгорания поглощают водой с добавлением пероксида водорода. При определении галогенов полученный раствор подкисляют азотной кислотой и титруют раствором нитрата ртути в присутствии индикатора. При определении серы растворенные продукты сгорания титруют раствором перхлората бария.

Определение кремния. Кремний определяют одновременно с углеродом и водородом в быстром токе кислорода в пустой кварцевой трубке для разложения. Аппаратура та же, что и для определения углерода и водорода. Точную навеску вещества (4–10 мг) помещают в кварцевый стаканчик, в который добавляют 50–200 мг катализатора (оксид хрома на асбесте). Катализатор должен заполнять стаканчик на $\frac{1}{5}$ его объема и лежать неплотными рыхлыми слоями. Стаканчик помещают в кварцевую трубку для сжигания. Вещество подвергают быстрому пиролизическому разложению почти без доступа кислорода при 850–900°C. Пары вещества попадают на раскаленный катализатор и разлагаются на нем без образования карбида кремния. После того как навеску сожгли, взвешивают аппараты для поглощения воды и оксида углерода (IV). Затем взвешивают стаканчик с образовавшимся в нем диоксидом кремния и по привесу рассчитывают содержание кремния.

Зная количественный (процентный) состав соединения, можно установить его простейшую формулу – молекулярную, или брутто-формулу. Эта формула показывает суммарный элементный состав молекулы.

Допустим, в состав органического вещества входят 53,33% углерода, 15,55% водорода и 31,11% азота. Вначале устанавливают соотношение чисел атомов элементов в молекуле органического вещества. Для этого процентное содержание элементов делят на их атомную массу:

$$53,33 : 12,01 = 4,44; 15,55 : 1,008 = 15,42; 31,11 : 14,007 = 2,22.$$

При последующем делении полученных частных на меньшее из них (2,22) получают следующее соотношение:

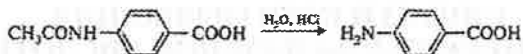
$$\text{Число атомов С} : \text{число атомов Н} : \text{число атомов N} = 2:7:1.$$

Из этих расчетов следует, что брутто-формулой для данного соединения может быть C_2H_7N . Но такому же соотношению элементов может отвечать такая формула: $C_4H_{14}N_2$. Поэтому для нахождения истинной формулы вещества необходимо определить его молекулярную массу. Если она окажется равной 45, то состав молекулы выразится формулой C_2H_7N .

4 Лабораторная работа № 1

СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ

n-АМИНОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ



Приборы и оборудование: круглодонная колба на 50 мл с обратным холодильником, водяная баня, воронка Бюхнера, стакан на 100 мл.

Реактивы: *n*-ацетидабензойная кислота, 15% раствор хлороводородной кислоты, насыщенный раствор ацетата натрия, активированный уголь, горячая вода, ледяная вода, лед.

В круглодонную колбу вместимостью 50 мл, снабженную обратным холодильником, помещают 3,4 г *n*-ацетидабензойной кислоты и 13 мл 15%-й хлороводородной кислоты. Смесь нагревают на кипящей водяной бане в течение 1,5 ч. Полученный прозрачный раствор охлаждают в бане со льдом, выделившийся осадок гидрохлорида *n*-аминобензойной кислоты отфильтровывают на воронке Бюхнера. Из маточного раствора после упаривания можно выделить дополнительное количество вещества.

Гидрохлорид *l*-аминобензойной кислоты растворяют в стакане вместимостью 100 мл в минимальном количестве воды и к раствору медленно при перемешивании приливают насыщенный раствор ацетата натрия до прекращения выпадения осадка. Мелкокристаллический осадок *n*-аминобензойной кислоты отфильтровывают на воронке Бюхнера, отжимают и промывают небольшим количеством ледяной воды. Фильтрат необходимо проверить на полноту осаждения *n*-аминобензойной кислоты путем добавления раствора ацетата натрия. Продукт перекристаллизовывают из воды с добавлением активированного угля и сушат на воздухе.

n-Аминобензойная кислота – кристаллы желтоватого или желтовато-розового цвета, т. пл. 187°C; растворима в этаноле, диэтиловом эфире, умеренно растворима в воде.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Определите pH водного раствора *n*-аминобензойной кислоты по универсальному индикатору или с помощью pH-метра. Объясните наблюдаемый результат.

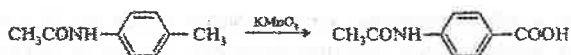
2. С полученной *n*-аминобензойной кислотой проведите последовательно реакции диазотирования и азосочетания с β-нафтолом. Напишите схемы реакций.

3. Определите R_f (литературные данные 0,29) *n*-аминобензойной кислоты на «Силуфол» методом ТСХ в системе дибутиловой эфир–гексан–уксусная кислота (20:4:1). Пластинку после хроматографирования опрыскайте свежеприготовленным 5%-м раствором нитрита натрия в 1%-м хлороводородной кислоте, а затем после высушивания – 5%-м раствором β-нафтола в этаноле.

5 Лабораторная работа № 2

СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ

n-АЦЕТАМИДОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ



Приборы и оборудование: трехгорлая колба на 500 мл с мешалкой и термометром, водяная баня, воронка Бюхнера.

Реактивы: *n*-метилацетанилид, сухой перманганат калия, концентрированная хлороводородная кислота.

В трехгорлую колбу вместимостью 500 мл, снабженную мешалкой и термометром (рис. 14), помещают 7,4 г *n*-метилацетанилида и 300 мл воды. Колбу помещают в водяную баню и, поддерживая температуру 65–70°C, небольшими порциями добавляют 21 г растертого в ступке перманганата калия.

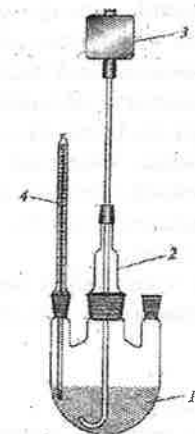


Рис. 14 Прибор для получения азелаиновой кислоты: 1 – трехгорлая колба; 2 – мешалка; 3 – мотор; 4 – термометр

Новую порцию перманганата калия вносят только после исчезновения малинового окрашивания. После внесения всего количества окислителя (4–5 ч) раствор перемешивают до исчезновения малиновой окраски (проба на наличие перманганата калия).

Реакционную смесь отфильтровывают на воронке Бюхнера. Осадок оксида марганца(IV) промывают на фильтре горячей водой 3 раза по 20 мл. К фильтрату добавляют небольшими порциями концентрированную хлороводородную кислоту до кислой реакции по конго красному. Выпавший осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают водой и высушивают на воздухе.

n-Ацетамидобензойная кислота – бесцветные игольчатые кристаллы, т. пл. 256,5°C; плохо растворима в этаноле и воде.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. В пробирку поместите 1 лопаточку *n*-ацетамидобензойной кислоты и 3–5 капель 10%-го раствора серной кислоты. Содержимое пробирки нагрейте до кипения, ощущается запах уксусной кислоты. Напишите схему реакции.

2. Предскажите, какие сигналы должны наблюдаться в спектре ПМР *n*-ацетамидобензойной кислоты. Чем будет отличаться этот спектр от спектра ПМР исходного *n*-метилацетанилида (рис. 15)?

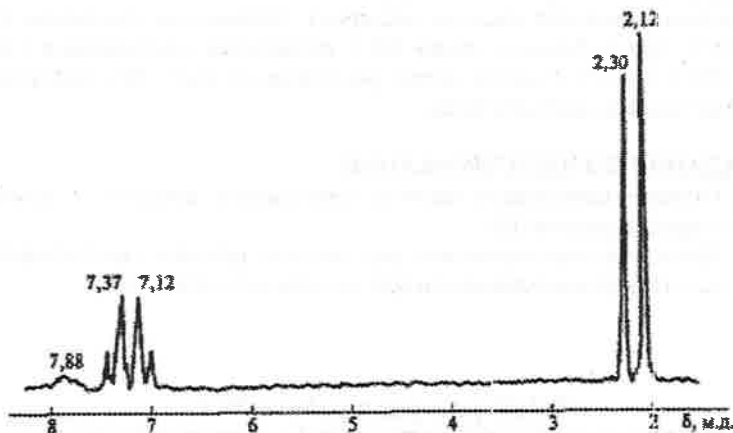


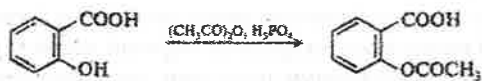
Рис. 15 Спектр ПМР *n*-метилацетанилида

3. Укажите две характеристические полосы поглощения карбоксильной группы *n*-ацетамидобензойной кислоты в ИК-области. Можно ли их использовать для контроля за протеканием реакции окисления?

6 Лабораторная работа № 3

СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ

АЦЕТИЛСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ



Приборы и оборудование: коническая колба на 25 мл, обратный водяной холодильник с хлоркальциевой трубкой, водяная баня, воронка с гвоздиком, эксикатор.

Реактивы: салициловая кислота, уксусный ангидрид, 85% раствор фосфорной кислоты, этанол, хлорид кальция, лед.

В коническую колбу вместимостью 25 мл помещают 1,5 г салициловой кислоты, 3 мл уксусного ангидрида и 3–4 капли 85%-го раствора фосфорной кислоты. Колбу снабжают обратным водяным холодильником с хлоркальциевой трубкой и нагревают в течение 30 мин на водяной бане при 70–80°C. Смесь охлаждают в бане со льдом и приливают в колбу 20 мл холодной воды. Ацетилсалициловая кислота выпадает в виде кристаллического осадка, который отфильтровывают на воронке с гвоздиком и промывают холодной водой. Ацетилсалициловую кислоту перекристаллизовывают из водного этанола и сушат в эксикаторе над хлоридом кальция.

Ацетилсалициловая кислота (аспирин)– бесцветные кристаллы, т. пл. 133–136,5°C; при нагревании свыше 140°C разлагается; растворима в этаноле (20 г в 100 г 90%-го спирта), плохо растворима в воде. При хранении во влажной атмосфере гидролизует.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Оцените качественно чистоту полученного вещества с помощью пробы с хлоридом железа (Ш).
2. Проведите количественное определение примеси салициловой кислоты в полученной ацетилсалициловой кислоте методом ВЭЖХ.

7 Лабораторная работа № 4

СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ 1-БРОМБУТАНА



Приборы и оборудование: круглодонная колба на 250 мл, обратный холодильник, асбестовая сетка, прибор для простой перегонки, делительная воронка.

Реактивы: сухой бромид калия, вода, бутанол, концентрированная серная кислота, раствор гидросульфита натрия, 10% раствор гидрокарбоната натрия, хлорид кальция.

В круглодонную колбу вместимостью 250 мл помещают 37 г тонко растертого бромида калия, 40 мл воды и 23 мл бутанола-1. При охлаждении в бане с водой и перемешивании в колбу порциями по 3÷4 мл добавляют 25 мл концентрированной серной кислоты. Колбу снабжают обратным холодильником и нагревают на асбестовой сетке в течение 2 ч, поддерживая слабое кипение жидкости. Вначале содержимое колбы периодически встряхивают для ускорения растворения бромида калия. В процессе кипячения реакционная смесь приобретает красно-коричневую окраску, обусловленную бромом.

Прекратив на некоторое время нагревание, колбу соединяют с прибором для простой перегонки и отгоняют из реакционной смеси 1-бромобутан в приемник с 50 мл холодной воды. Перегонку ведут, пока в приемник не перестанут стекать тяжелые маслянистые капли 1-бромобутана. Отгон вместе с водой переносят в делительную воронку, нижний слой отделяют. Если продукт окрашен, то его промывают разбавленным раствором гидросульфита натрия. Для очистки продукта от непрореагировавшего спирта и дибутилового эфира его встряхивают в делительной воронке с равным объемом охлажденной до 0°C концентрированной серной кислоты. Нижний (кислотный) слой сливают, 1-бромобутан промывают последовательно водой, 10%-м раствором гидрокарбоната натрия, снова водой и высушивают хлоридом кальция. Высушенный продукт перегоняют, собирая фракцию в интервале 99–103°C.

1-Бромобутан – бесцветная жидкость, т. кип. 102°C; d_4^{20} 1,299; n_D^{20} 1,4398; растворим в этаноле, диэтиловом эфире, очень мало растворим в воде (0,06 г в 100 мл воды при 30°C). На свету разлагается, поэтому его хранят в склянках из темного стекла.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Определите температуру кипения полученного 1-бромобутана по Сиволобову и сравните с данными, полученными при перегонке.
2. Проведите обнаружение брома в 1-бромобутане с помощью пробы Бейльштейна.
3. Каким группам принадлежат сигналы в наиболее слабом и наиболее сильном полях в спектре ПМР 1-бромобутана (рис. 16)? Чем объясняется наличие сложного мультиплета в области 1–2 м. д.?

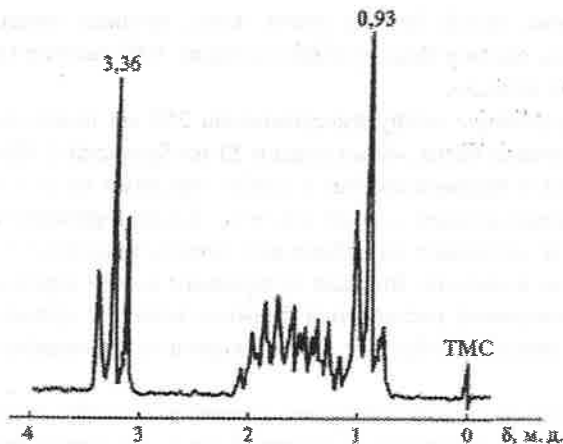


Рис. 16 Спектр ПМР 1-бромобутана

8 Лабораторная работа № 5 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИЗОВАЛЕРИАНОВОЙ КИСЛОТЫ



Приборы и оборудование: трехгорлая колба на 50 мл с мешалкой, термометром и капельной воронкой, ступка с пестиком, воронка Бюхнера, часовое стекло, фарфоровая чашка, водяная баня, прибор для перегонки.

Реактивы: 33% раствор гидроксида натрия, мелко колотый лед, перманганат калия, изопентилловый (изоамиловый) спирт, концентрированная хлороводородная кислота, диэтиловый эфир.

В трехгорлую колбу вместимостью 50 мл, снабженную мешалкой, термометром и капельной воронкой (рис. 17.), помещают 4,5 мл 33%-го раствора гидроксида натрия, 2,5 г мелко колотого льда и 10 г растертого в ступке перманганата калия. Реакционную колбу помещают в баню с ледяной водой и при хорошем перемешивании из капельной воронки медленно прикапывают 5,5 мл изопентилового (изоамилового) спирта. Температура смеси не должна превышать 20°C, что достигается прибавлением в реакционную колбу мелких кусочков льда. После добавления спирта перемешивание продолжают при той же температуре в течение 2 ч. Выделившийся оксид марганца (IV) отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают его водой до исчезновения в промывных водах следов изовалериановой кислоты. Контроль осуществляют следующим образом: в пробирку отбирают ~1 мл промывной воды,

прибавляют несколько капель концентрированной хлороводородной кислоты, ~1 мл диэтилового эфира и смесь встряхивают; эфирную вытяжку отделяют и переносят на часовое стекло. После испарения эфира на стекле не должно оставаться изовалериановой кислоты, которая легко обнаруживается по запаху.

Фильтрат упаривают на водяной бане в фарфоровой чашке до одной трети первоначального объема (лучше упаривать на роторном испарителе). Упаренный раствор обрабатывают концентрированной хлороводородной кислотой до кислой реакции по конго. Изовалериановую кислоту отделяют в делительной воронке от водного слоя. Для полноты выделения кислоты водный слой экстрагируют диэтиловым эфиром 2 раза по 5 мл. Эфирные вытяжки присоединяют к полученной кислоте и сушат сульфатом натрия. В приборе для перегонки отгоняют эфир, а затем отбирают фракцию, кипящую при 172–173°C. Эту фракцию растворяют в 5–6 мл эфира и вновь сушат сульфатом натрия. После отгонки эфира изовалериановую кислоту перегоняют, собирая фракцию с температурой кипения 173–177°C.

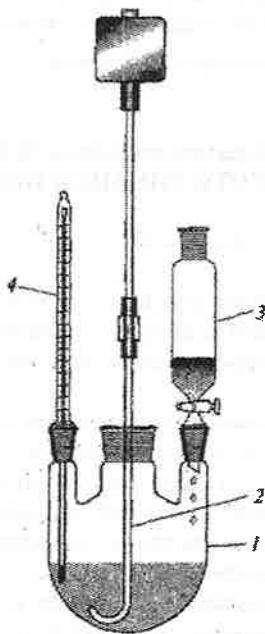


Рис. 17 Прибор для получения изовалериановой кислоты: 1 – трехгорлая колба; 2 – мешалка; 3 – капельная воронка; 4 – термометр

Изовалериановая кислота – бесцветная жидкость с характерным запахом валерианы, т. кип. 177°C; d_4^{15} 0,9370; n_D^{22} 1,4018; хорошо растворима в этаноле, диэтиловом эфире, ограниченно – в воде.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

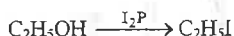
1. Определите температуру кипения изовалериановой кислоты по Сиволобову и сравните с данными, полученными при перегонке.

2. В пробирку, снабженную коротким воздушным холодильником, поместите 1 мл изовалериановой кислоты и 1 г *n*-толуидина. Нагрейте смесь на масляной бане при 180–200°C в течение 30 мин. После охлаждения реакционную смесь последовательно обработайте 5 мл 5%-й хлороводородной кислоты, 5 мл 5%-го раствора гидроксида натрия и 5 мл воды. Осадок толуида изовалериановой кислоты отфильтруйте на воронке с гвоздиком и перекристаллизуйте из водного спирта, высушите и определите температуру плавления (по литературным данным 109°C).

3. Будут ли наблюдаться различия в спектрах ПМР изовалериановой кислоты и изопентилового (изоамилового) спирта, снятых в водных растворах или (растворах тяжелой воды D₂O)?

4. Используя таблицу характеристических групповых частот, предскажите основные полосы поглощения в ИК-спектре изовалериановой кислоты, обусловленные валентными колебаниями групп О—Н и С=О в кислотах, валентными и деформационными колебаниями связей C_{sp³}—H, деформационными колебаниями *gem*-диметильного фрагмента.

9 Лабораторная работа № 6 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИДОЭТАНА



Приборы и оборудование: круглодонная колба на 100 мл, прибор для перегонки, водяная баня, прямой холодильник, масляная баня.

Реактивы: красный фосфор, этанол, иод (тв.), оксид кальция, гидроксид натрия, хлорид кальция.

В круглодонную колбу вместимостью 100 мл помещают 2,5 г красного фосфора и 25 мл безводного этанола и постепенно при частом встряхивании прибавляют в течение 10 мин 25 г тонко растертого иода.

Этанол высушивают кипячением над оксидом кальция: 1 л 95,6%-го этанола и 250 г прокаленного оксида кальция кипятят в течение 4–5 ч и перегоняют, собирая фракцию при температуре 78,3°C.

Колбу периодически охлаждают, погружая в баню с холодной водой. Затем колбу соединяют с обратным холодильником и реакционную смесь оставляют на 2 ч при комнатной температуре, периодически встряхивая содержимое. Смесь после этого нагревают на водяной бане в течение 2 ч. Предварительно охладив колбу, заменяют обратный холодильник на прямой и отгоняют иодоэтан на кипящей водяной бане. Если последние порции отгоняются трудно, то водяную баню удаляют, насухо вытирают наружную поверхность перегонной колбы и нагревают непродолжительное время на пламени горел-

ки или на масляной бане. Полученный отгон, окрашенный за счет примеси иода в темно-коричневый цвет, промывает в делительной воронке 2–3 раза водой для удаления этанола, затем водой с добавленными в нее несколькими каплями раствора гидросульфита натрия для удаления иода и, наконец, водой с добавлением небольшого количества раствора гидроксида натрия для удаления следов иодоводородной кислоты. Иодозтан высушивают хлоридом кальция и перегоняют, собирая фракцию в интервале 71–72°C.

Иодозтан — тяжелая бесцветная маслянистая жидкость, т. кип. 72°C; d_4^{20} 1,9358; n_D^{20} 1,5133; растворим в этаноле, диэтиловом эфире, хлороформе, бензоле, в воде при комнатной температуре растворяется 0,4 г иодозтана в 100 мл. При хранении на свету медленно темнеет, поэтому хранят иодозтан в склянках из темного стекла.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Определите наличие галогена в полученном веществе с помощью пробы Бейльштейна.

2. Спектр ПМР полученного иодозтана приведен на рисунке 18. Определите, является ли продукт реакции чистым или он содержит примесь исходного этанола.

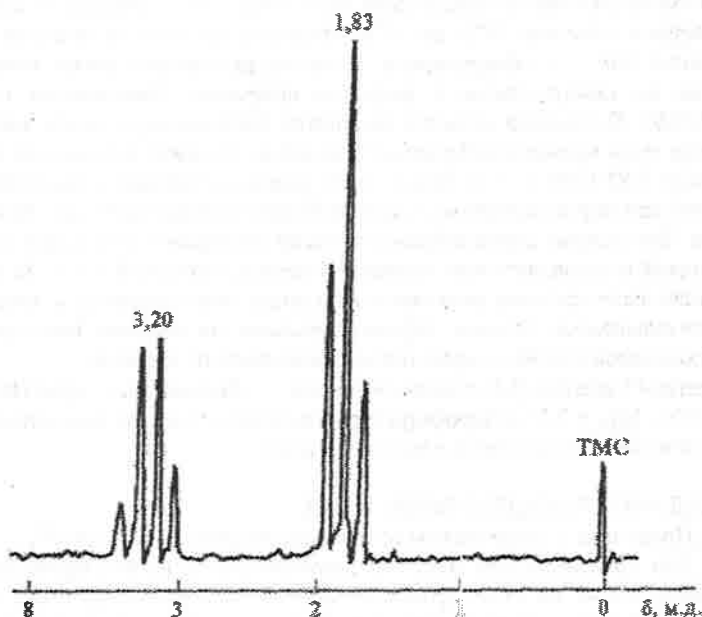
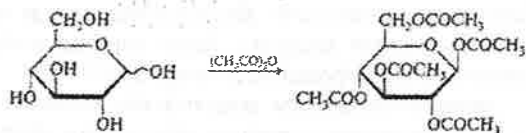


Рис. 18 Спектр ПМР иодозтана

10 Лабораторная работа № 7

СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ

ПЕНТА-О-АЦЕТИЛ-β-D-ГЛЮКОПИРАНОЗЫ



Приборы и оборудование: круглодонная колба на 50 мл с обратным холодильником и хлоркальциевой трубкой, водяная баня, стеклянная палочка, воронка Бюхнера, ТСХ на «Силуфоле», электроплитка.

Реактивы: D-глюкоза, безводный ацетат натрия, уксусный ангидрид, этанол, хлороформ.

Смесь 3 г D-глюкозы и 1,5 г безводного ацетата натрия помещают в круглодонную колбу вместимостью 50 мл, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой. В колбу приливают 18 мл уксусного ангидрида. Содержимое колбы энергично перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане, периодически встряхивая. Примерно через 30 мин реакционная смесь становится прозрачной. Начиная с этого момента, ход реакции контролируют методом ТСХ на «Силуфоле» в элюентной системе хлороформ-этанол (10 : 1), обнаружение пятен осуществляют путем нагревания пластинки на электроплитке с закрытой спиралью. Пентаацетат глюкозы имеет R_f 0,85, D-глюкоза остается на старте. Реакционную смесь нагревают до тех пор, пока хроматографический анализ не покажет исчезновение пятен с R_f меньше 0,85 (около 3 ч). После этого смесь охлаждают и выливают тонкой струей при перемешивании стеклянной палочкой в стакан со 150 мл воды со льдом. Выпавшую сиропообразную массу растирают под водой стеклянной палочкой и оставляют при комнатной температуре на 0,5–1 ч. За это время большая часть избытка уксусного ангидрида гидролизует, а продукт закристалливывается. Осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают холодной водой и перекристаллизовывают из этанола.

Пента-О-ацетил-β-D-глюкопираноза – бесцветные кристаллы, т. пл. 135,5°C; $[\alpha]_D^{20} + 3,8^\circ$ (хлороформ); растворима в этаноле, диэтиловом эфире, практически нерастворима в холодной воде.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Проведите с полученным веществом гидроксамовую пробу.
2. Для доказательства чистоты полученного вещества проведите хроматографирование на «Силуфоле» в элюентной системе бутанол–этанол–вода (5:2:1). Значение R_f по литературным данным равно 0,85. При проведении контроля за ходом реакции с помощью ТСХ можно было заметить, что исчезновение глюкозы происходит довольно быстро. Однако реакцию про-

должают до тех пор, пока не исчезнут пятна с R_f меньше 0,85. Какие продукты реакции могут соответствовать этим пятнам?

3. Как на основании спектра ПМР пентаацетата β -D-глюкопиранозы доказать, что в выделенном продукте не содержится примесь α -аномера?

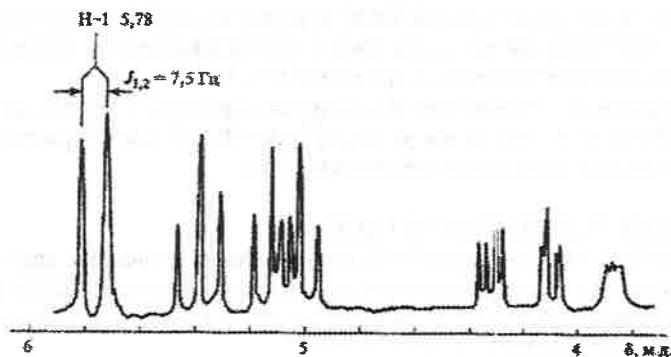
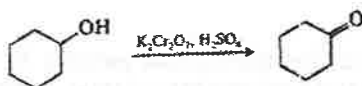


Рис. 19 Спектр ПМР пента-О-ацетил- β -D-глюкопиранозы

11 Лабораторная работа № 8 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ЦИКЛОГЕКСАНОНА



Приборы и оборудование: трехгорлая колба на 500 мл с мешалкой, капельной воронкой и термометром, водяная баня, колба Вюрца, масляная баня, прибор для перегонки с воздушным холодильником, стеклянный стакан.

Реактивы: циклогексанол, диэтиловый эфир, дихромат натрия, концентрированная серная кислота, карбонат калия (безв.), сульфат натрия.

В трехгорлую колбу вместимостью 500 мл, снабженную мешалкой, капельной воронкой и термометром (рис. 17), помещают 12,5 г циклогексанола и 15 мл диэтилового эфира. Содержимое колбы охлаждают до 0–5°C в бане со льдом. Отдельно в стеклянном стакане растворяют 11,5 г дихромата натрия в 125 мл воды. К полученному раствору осторожно приливают 10 мл концентрированной серной кислоты. Окислительную смесь охлаждают до 4°C, переносят в капельную воронку и постепенно при перемешивании прибавляют к раствору циклогексанола. Температуру реакционной смеси поддерживают в интервале 3–5°C. После прибавления всего количества окислителя перемешивание продолжают в течение 3 ч при комнатной температуре.

Затем смесь переносят в делительную воронку и экстрагируют эфиром 2 раза по 25 мл. Эфирные вытяжки объединяют, встряхивают с небольшим количеством безводного карбоната калия, фильтруют через слой карбоната калия и сушат сульфатом натрия.

Высушенный раствор переносят в колбу Вюрца и отгоняют эфир на водяной бане. Затем, тщательно протерев поверхность колбы от следов воды, продолжают перегонку на масляной бане с использованием воздушного холодильника и собирают фракцию в интервале 153–156°C.

Циклогексанон – бесцветная маслянистая жидкость с резким запахом, т. кип. 156°C или 47°C при 15 мм рт. ст.; d_4^{20} 0,9478; n_D^{20} 1,4507; растворим в этаноле, диэтиловом эфире, мало растворим в воде.

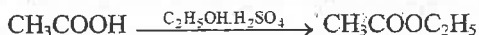
ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Получите 2,4-динитрофенилгидразон циклогексанона (см. опыт 14.7). Определите его температуру плавления (литературные данные 162°C) и хроматографическую подвижность на «Силуфоле» в элюентной системе бензол–хлороформ–нитробензол (12 : 3 : 1).

2. Чем обусловлено наличие в УФ-спектре циклогексанона малоинтенсивной полосы поглощениями $\lambda_{\max}$ 285 нм (ϵ 14)?

3. В спектре ПМР циклогексанона имеются две группы широких сигналов с химическими сдвигами 1,9 и 2,3 м. д.. Каким протонам они соответствуют? Если в продукте содержится примесь исходного спирта, то по каким сигналам ее можно обнаружить?

12 Лабораторная работа № 9 СИНТЕЗ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ЭТИЛАЦЕТАТА



Приборы и оборудование: колба Вюрца на 100 мл с пробкой, в которую вставлена капельная воронка; песчаная баня; водяная баня; коническая колба; делительная воронка; установка для перегонки.

Реактивы: этанол, концентрированная серная кислота, ледяная уксусная кислота, насыщенные растворы гидрокарбоната натрия и хлорида кальция.

В колбу Вюрца вместимостью 100 мл помещают 7,5 мл этанола и затем осторожно при перемешивании приливают такой же объем концентрированной серной кислоты. Колбу закрывают пробкой, в которую вставлена капельная воронка, соединяют с длинным холодильником и нагревают на песчаной бане до 140°C (термометр в бане). В нагретую жидкость из капельной воронки постепенно приливают хорошо перемешанную смесь, состоящую из 15 мл ледяной уксусной кислоты и 15 мл этанола, приготовленную в отдель-

ной колбе. Приливание ведут с такой же скоростью, с какой отгоняется образующийся этилацетат.

По окончании реакции дистилят последовательно промывают в делительной воронке водой и насыщенными растворами гидрокарбоната натрия и хлорида кальция, этилацетат отделяют от нижнего водного слоя и сушат его хлоридом кальция. Этилацетат перегоняют из колбы Вюрца на водяной бане, собирая фракцию в интервале 76–79°C.

Этилацетат – бесцветная жидкость с характерным приятным запахом, т. кип. 77°C, d_4^{20} 0,9010; n_D^{20} 1,3724; растворим в этаноле, диэтиловом эфире, хлороформе, практически нерастворим в воде.

ЗАДАНИЯ ПО ИДЕНТИФИКАЦИИ

1. Проведите с этилацетатом гидроксамовую пробу
2. Проведите обнаружение в полученном этилацетате этоксигруппы (см. опыт 13.10).
3. Проведите отнесение сигналов и объясните их мультиплетность в спектре ПМР этилацетата (рис. 20).

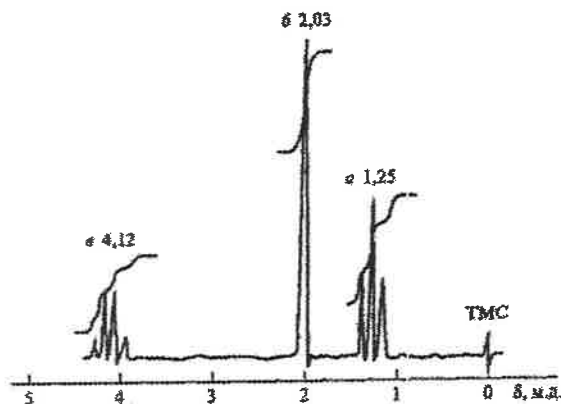


Рис. 20 Спектр ПМР этилацетата

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Артеменко А.И., Тикунова И.В., Ануфриев Е.К. Практикум по органической химии. М., Высш.шк., 2001.
2. Руководство к лабораторным занятиям по органической химии. Под редакцией Тюкавкиной Н.А.. М., Дрофа, 2003.
3. Органическая химия, Книга 1, Основной курс, Под редакцией Тюкавкиной Н.А.. М., Дрофа, 2002.

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

(Органический синтез)

Часть II

*Методические указания к лабораторному практикуму
для студентов специальности «Фармация»*

Подписано в печать 10.03.15. Формат 60×84¹/₁₆.

Усл. печ. л. 2,33.

Заказ № 98. Доп. тираж 50.

Пенза, Красная, 40, Издательство ПГУ
Тел./факс: (8412) 56-47-33; e-mail: iic@pnzgu.ru

149

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

(Органический синтез)

Часть II

*Методические указания к лабораторному практикуму
для студентов специальности «Фармация»*

Пенза
Издательство ПГУ
2015

