

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ВОЛЖСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ (ФИЛИАЛ)
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО
УЧРЕЖДЕНИЯ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ВОЛГОГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

В.В. Бурмистров

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ
ПО ХИМИИ ЦИКЛИЧЕСКИХ И
ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

Электронное учебное пособие



Волжский

2019

УДК 547(07)
ББК 24.2я74
Б 915

Рецензенты:
к.т.н., ведущий инженер ПКО, ОАО «Волжский Оргсинтез»
Гоношилов Д.Г.,
к.х.н., инженер-исследователь,
ООО «Технологическая компания Шлюмберже»,
Булгаков А.В.

Издается по решению редакционно-издательского совета
Волгоградского государственного технического университета

Бурмистров, В.В.
Лабораторный практикум по химии циклических и гетероциклических соединений [Электронный ресурс] : учебное пособие / В.В. Бурмистров ; ВПИ (филиал) ВолгГТУ, – Электрон. текстовые дан. (1 файл: 1 МБ). – Волжский, 2019. – Режим доступа: <http://lib.volpi.ru>. – Загл. с титул. экрана.
ISBN 978-5-9948-3350-6

Учебное пособие содержит лабораторный практикум по химии циклических и гетероциклических соединений. Предназначено для студентов очной и очно-заочной формы обучения по направлениям 18.03.01 «Химическая технология», 18.03.02 «Энерго-и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии».

Ил. 25, табл. 1, библиограф.: 10 назв.

ISBN 978-5-9948-3350-6

© Волгоградский государственный
технический университет, 2019
© Волжский политехнический
институт, 2019

Содержание

	Стр.
Введение	4
Техника безопасности при работе в лаборатории органической химии	4
Посуда и установки для проведения синтеза	11
Лабораторная работа № 1. «Получение и свойства бензола»	17
Лабораторная работа №2. «Фенолы»	19
Лабораторная работа № 3. «Синтез п-нитроацетанилида»	20
Лабораторная работа № 4. «Синтез м-нитробензальдегида»	22
Лабораторная работа № 5. «Синтез м-динитробензола»	23
Контрольные вопросы по теме: «Нитросоединения»	24
Лабораторная работа № 6. «Синтез N-бутиланилина»	26
Контрольные вопросы по теме: «Амины»	27
Лабораторная работа № 7. «Синтез метилоранжа (гелиантина)»	29
Лабораторная работа № 8. «Синтез β – нафтолоранжа»	31
Контрольные вопросы по теме: «Азо- и diaзосоединения»	32
Лабораторная работа № 9 «Получение и гидролиз уротропина»	33
Лабораторная работа № 10 «Синтез бензилового спирта и бензойной кислоты по реакции Канниццаро»	33
Лабораторная работа № 11. «Синтез бензойной кислоты окислением толуола»	36
Лабораторная кислота № 12. «Синтез фталимида»	37
Лабораторная работа № 13. «Гетероциклические соединения и их свойства»	38
Лабораторная работа № 14. «Синтез 3,5-диметилпиразола»	42
Лабораторная работа №15. «Синтез 1,4-диоксана»	43
Контрольные вопросы по теме: «Гетероциклические соединения»	44
Лабораторная кислота № 16. «Синтез 4-(адамantan-1-ил)толуола»	46
Лабораторная кислота № 17. «Синтез 4-адамантилбензойной кислоты»	46
Лабораторная кислота № 18. «Синтез 3-фенил-2-тиогидантоина»	47
Список рекомендуемой литературы	48
Приложение 1. Плотность растворов некоторых кислот и щелочей при 20°C	49
Приложение 2. Плотность растворов КОН	49
Приложение 3. Физические константы органических соединений	50
Приложение 4. Физические константы неорганических соединений	53

Введение

Данные методические указания представляют сборник лабораторных работ для выполнения студентами вузов, изучающих дисциплину «Химия циклических и гетероциклических соединений».

Последовательность выполнения лабораторных работ по темам соответствует последовательности изложения материала в лекционном курсе.

В учебном пособии приведены: техника безопасности проведения синтезов органических веществ, посуда и установки для проведения синтезов, описание синтезов, механизмы реакций и контрольные вопросы по соответствующим темам.

В приложениях даны плотности растворов некоторых кислот и щелочей, физические константы применяемых веществ.

Техника безопасности при работе в лаборатории органической химии

Перед началом работы в химической лаборатории каждый студент проходит инструктаж по технике безопасности, после чего оформляется соответствующая запись в специальном журнале (или на специальных листах) с обязательной распиской студента и преподавателя, проведшего инструктаж.

Общие правила работы в лаборатории органической химии

1. К работе в лаборатории допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности.
2. Студенты не допускаются к работе без разрешения преподавателя.
3. В лаборатории при выполнении синтезов должны находиться не менее двух человек.
4. Категорически запрещается в лаборатории принимать пищу, курить и пить воду из химической посуды.
5. В лаборатории необходимо находиться в халате, волосы должны быть забраны в пучок. В лаборатории необходимо часто мыть руки.
6. Каждый работающий должен знать месторасположение средств пожаротушения и уметь ими пользоваться.
7. Прежде чем приступить к работе, необходимо изучить свойства используемых и образующихся в процессе синтеза веществ, а также правила техники безопасности при работе с ними.
8. На рабочем месте должны находиться только необходимые для выполнения конкретной работы реактивы, тетрадь для записей. Рабочий стол необходимо содержать в чистоте и не загромождать его.
9. Запрещается проводить опыты в грязной посуде. После выполнения работы в лаборатории необходимо тщательно вымыть посуду и сдать ее лаборанту.

10. Запрещается пробовать на вкус какие бы то ни было вещества.
11. Нельзя наклоняться над сосудом с нагревающейся жидкостью, направлять отверстие таких сосудов на себя и на других работников.
12. Категорически запрещается использовать вещества из посуды, не имеющей этикетки.
13. Определять запах вещества следует, осторожно направляя пары к себе легким движением руки и не вдыхая их полной грудью.
14. После окончания работы необходимо привести в порядок рабочее место, выключить воду, электроэнергию.
15. Запрещается оставлять без присмотра работающую установку.
16. Запрещается выливать в раковину остатки кислот, щелочей, легковоспламеняющихся и горючих жидкостей. Необходимо колбу после синтеза обмыть небольшим количеством воды и вылить её в слив под тягой.
17. Категорически запрещается нагревать жидкость в закупоренных сосудах и аппаратах. Нагревать можно в автоклаве.
18. Каждый работающий в лаборатории должен знать, где находится аптечка с медикаментами, и уметь оказать первую помощь при различных травмах.

Правила безопасности при работе с пробирками

Нагревание пробирок необходимо проводить постепенно. Отверстие пробирки должно быть направлено в сторону от себя и соседа, чтобы жидкость не попала на лицо и глаза. При нагревании пробирку следует держать в наклонном положении, непрерывно вращать и периодически осторожно встряхивать. При работе с прибором, имеющим газоотводную трубку, нужно следить, чтобы конец трубки был погружен в жидкость, через которую пробулькивает газ. Прекращать нагревание можно только после удаления конца газоотводной трубки из жидкости. Если жидкость начинает подниматься по газоотводной трубке, следует сразу опустить пробирку, чтобы уровень жидкости в ней стал ниже конца газоотводной трубки.

Правила обращения со стеклом, стеклянной посудой

1. Чтобы разрезать стеклянную трубку или палочку, необходимо надрезать их напильником, потом обернуть тряпкой это место и осторожно надломать. Края трубки отшлифовать напильником или наждачной бумагой.
2. Вставляя стеклянную трубку, холодильник, капельную воронку, термометр в пробку, нужно держать их рукой как можно ближе к вставленному концу и не вдавливать в пробку, а слегка ввинчивать. В случае применения резиновых пробок следует смазать их глицерином, а затем избыток глицерина снять тряпкой.

3. Нельзя нагревать толстостенную посуду. Для перегонки жидкостей используют специальные круглодонные колбы, например, колбы Вюрца, Кляйзена.

4. При работе с водяным холодильником необходимо постоянно контролировать непрерывность тока воды.

5. Необходимо проверить всю стеклянную посуду для синтеза на отсутствие трещин, грязи.

6. Плоскодонные колбы нельзя применять для работы в вакууме, а также для работы при температуре выше 100⁰С. Для отсасывания в вакууме используют толстостенные колбы Бунзена.

7. Перенося сосуды с горячей жидкостью, нужно держать их двумя руками: одной за дно, другой – за горловину, используя при этом полотенце.

8. При закрывании толстостенного сосуда пробкой следует держать его за верхнюю часть горла как можно ближе к пробке. Нагретый сосуд нельзя закрывать притертой пробкой до тех пор, пока он не охладится.

9. Химическая посуда должна быть сухой и чистой, так как грязь может изменить ход реакции. Грязную посуду следует мыть сразу же после окончания работы. Для этого можно применять мыло, кальцинированную соду, моющие средства, хромовую смесь, серную кислоту, растворы щелочей. Для удаления нерастворимых в воде органических веществ применяют растворители.

10. После мытья посуды её высушивают в сушильном шкафу.

Правила работы с кислотами и щелочами

1. Неорганические кислоты: хлороводородная, азотная, серная, а также сильные органические кислоты при попадании на кожу вызывают химические ожоги. Пары кислот могут вызывать раздражение дыхательных путей. Поэтому все работы с кислотами и щелочами проводят в вытяжном шкафу в перчатках и очках.

2. Разбавлять концентрированные кислоты можно только в термостойкой посуде ***путем приливания кислоты к воде.***

3. Разлитые кислоты и щелочи засыпают песком и после этого производят уборку.

4. При ожоге кислотами необходимо быстро промыть обожженное место сильной струей воды, а затем 2 % раствором бикарбоната натрия.

5. При ожоге щелочами надо хорошо промыть обожженное место сильной струей воды, а затем 1 % раствором уксусной или борной кислот.

6. При попадании в глаза кислых или щелочных веществ, следует тотчас промыть большим количеством воды, затем соответственно раствором бикарбоната натрия или борной кислоты и обратиться к врачу.

7. Кислоты и щелочи нельзя выливать в раковину, их выливают в специальные банки, которые находятся в вытяжном шкафу.

8. При приготовлении смесей из азотной и серной кислот, необходимо при непрерывном перемешивании прилить серную кислоту в азотную.

9. При дроблении щелочи разбиваемые куски необходимо накрыть плотной тканью. Работу проводить в вытяжном шкафу, надев очки, прорезиненный фартук, респиратор и резиновые перчатки. Щелочи брать шпателем или ложкой из фарфора.

10. Растворять щелочь из-за сильного нагрева следует в фарфоровой посуде небольшими порциями при перемешивании в вытяжном шкафу.

Правила работы с металлическим натрием

1. Металлический натрий воспламеняется при соприкосновении с водой, кислотами, галогенопроизводными и другими веществами.

2. Металлический натрий хранят под слоем керосина или вазелинового масла в банке, закрытой корковой пробкой.

3. Перед употреблением кусочки натрия обсушивают между листками фильтровальной бумаги, очищают от слоя оксида сухим ножом и помещают только в сухую посуду.

4. Работать с натрием только в очках и в перчатках. Кусочки натрия брать пинцетом или щипцами.

5. Резать натрий только на сухой бумаге, сухим ножом.

6. Нельзя использовать натрий для осушения галогеналкилов, карбонильных соединений, кислот, спиртов, нитросоединений.

7. Нельзя проводить реакции с натрием на кипящей водяной бане; в этих случаях следует применять песчаную или масляную баню.

8. Категорически запрещается выбрасывать обрезки натрия в раковину или оставлять их на столе открытыми, следует сразу же помещать их в банку с керосином. Обрезки уничтожают, растворяя в спирте.

9. Загоревшийся натрий следует гасить сухим хлоридом натрия.

Правила работы с токсичными веществами

Большинство химических соединений более или менее токсичны. Поэтому каждый приступивший к синтезу должен хорошо знать токсичные свойства тех веществ, с которыми он работает, и, если возникает необходимость, уметь оказать помощь пострадавшему. В общем виде по степени вредности для человеческого организма химические вещества подразделяют на четыре класса опасности (самый опасный – 1-й, наименее опасный – 4-й класс). Вредность многих органических соединений определяется не только величиной ПДК их паров, но и летальными дозами при попадании их в желудочно-кишечный тракт и кровеносную систему, а также кожно-нарывным действием.

Таблица 1

Предельно допустимые концентрации некоторых веществ в воздухе рабочей зоны с указанием их класса опасности*

Вещество	ПДК, мг/м ³	*	Вещество	ПДК, мг/м ³	*	Вещество	ПДК, мг/м ³	*
Амины С ₁ -С ₉	1	2	Диметилформамид	10	2	Уксусная кислота	5	3
Аммиак	20	4	Диэтиламин	30	4	Фенол	0,3	2
Анилин	0,1	2	Ксилолы	50	3	Формальдегид	0,5	2
Ацетон	200	4	Толуол	50	3			
Бензальдегид	5	3	Триэтиламин	10	3			
Диоксан	10	3						

Правила безопасности работы с легковоспламеняющимися и взрывоопасными жидкостями

В органическом синтезе часто используются огнеопасные растворители: эфиры, спирты, ацетон и другие вещества. Пары этих соединений могут образовывать с воздухом взрывоопасные смеси, поэтому при работе с ними требуется особая осторожность. В зависимости от температуры вспышки ($t_{всп.}$) в открытом тигле легковоспламеняющиеся жидкости (ЛВЖ) разделяются на три группы: особо опасные ($t_{всп.}$ до -13°C), постоянно опасные (от -13 до 27°C) и опасные при повышенной температуре (от 27 до 66°C).

К первой группе относятся ацетон, бензин, гексан, диэтиламин, диэтиловый эфир, петролейный эфир, тетрагидрофуран;

ко второй – метиловый, этиловый, изопропиловый и третбутиловый спирты, гептан, диоксан, дихлорэтан, пиридин, толуол, триэтиламин, этилацетат;

к третьей – бензилхлорид, бутиловый спирт, диметилсульфат, уксусный ангидрид, хлорбензол, циклогексанол.

При работе с ними необходимо выполнять следующие правила:

1. Нельзя держать эти жидкости вблизи огня или нагревательных приборов.

2. Нельзя нагревать сосуд с такими веществами на открытом огне, на сетке, вблизи огня или в открытых сосудах. Для этой цели следует пользоваться водяной баней с обратным водяным холодильником.

3. Нельзя хранить эти вещества в тонкостенной посуде с плотно закрытой пробкой.

4. Нельзя эти жидкости выливать в раковину. Отходы ЛВЖ собирают в специальную емкость.

5. Нельзя держать на рабочем месте большие количества этих веществ.

6. Перегонку их необходимо проводить на специальном лабораторном столе, пользуясь водяной баней и холодильником Либиха. **При работе с диэтиловым эфиром водяную баню следует нагревать вдали от места перегонки.**

7. Нельзя перегонять долго хранившиеся некоторые вещества (диэтиловый эфир, диоксан, тетрагидрофуран) без предварительной проверки на присутствие пероксидов. Для обнаружения пероксидов: несколько миллилитров вещества встряхивают с равным по объему количеством 2 %-го раствора иодида калия, подкисленного разбавленной хлороводородной кислотой; при наличии пероксидов эфирный слой окрашивается в бурый цвет, а добавление раствора крахмала дает сине-фиолетовое окрашивание.

8. Нельзя проводить перегонку досуха, так как многие вещества образуют пероксиды, и может произойти взрыв.

9. Во избежание отравления нельзя вдыхать пары ЛВЖ.

10. Если в лаборатории пролито значительное количество ЛВЖ, то необходимо погасить все горелки и нагревательные приборы, открыть окна и засыпать пролитую жидкость песком. После полного впитывания жидкости массу собирают пластмассовым совком в ведро и выносят в безопасное место для сжигания.

Правила безопасности при возникновении пожара.

1. При возникновении пожара в лаборатории следует тотчас выключить вентиляцию, газ и все нагревательные приборы, удалить с участка загорания все горючие вещества.

2. При загорании электрических проводов нужно немедленно выключить ток и тушить загоревшиеся провода сухими огнетушителями (***применение воды и пенных огнетушителей недопустимо***); вызвать электрика.

3. Растворимые в воде огнеопасные вещества (спирты, ацетон и др.) можно тушить водой.

4. Если горит нерастворимое в воде вещество (например, диэтиловый эфир, бензол, бензин), то воду применять для тушения пожара нельзя, так как он не только не будет ликвидирован, но даже может усилиться. В этом случае пламя следует тушить песком или огнетушителем, или противопожарным одеялом.

5. При воспламенении ЛВЖ в каком-либо сосуде его накрывают противопожарным одеялом, чтобы перекрыть доступ воздуха к горящей жидкости.

6. Пожары, вызванные возгоранием щелочных металлов, нельзя тушить ни водой, ни углекислотными огнетушителями. Применяют сухой песок.

7. В случае воспламенении одежды на человеке нужно немедленно набросить на него асбестовое одеяло или огнестойкую накидку. Пострадавший не должен бегать, метаться, так как это способствует горению.

Оказание первой помощи при несчастных случаях

1. О травмах, ожогах, отравлениях необходимо срочно сообщать преподавателю.

2. При термических ожогах сразу же промывают обожженное место спиртом, смачивают 5 %-м раствором танина в 40 %-м спирте, затем накладывают компресс из марли, смоченной этим раствором или винилином. После этого нужно наложить на обожженную поверхность повязку с противоожоговой мазью.

3. При химических ожогах нужно быстро промыть пораженный участок кожи спиртом, затем провести обработку как при термическом ожоге.

4. При ожогах бромом следует смыть бром струей воды в течение 15 минут или спиртом, затем смазать мазью от ожогов.

5. При ожогах фенолом необходимо промыть пораженное место струей воды, затем смазать мазью от ожогов.

6. При ожогах концентрированными кислотами промывают обожженное место сильной струей воды, а затем 1 %-м раствором гидрокарбоната натрия. При попадании кислот в глаза следует сразу же промыть глаза водой в течение 10-15 минут, затем 1 %-м раствором гидрокарбоната натрия, потом водой. Потом обратиться к врачу.

7. При ожогах щелочами пораженное место следует промыть струей воды в течение 10-15 минут, затем накладывать на него примочки из 2 %-го раствора уксусной или лимонной кислоты. При попадании щелочи в глаза их следует промыть 1-2 %-м раствором борной кислоты.

8. При порезах рук стеклом, прежде всего, удаляют осколки стекла пинцетом или под сильной струей воды, останавливают кровотечение 3 %-м раствором пероксида водорода, смазывают рану 5 %-м раствором иода и накладывают повязку. При капиллярном и венозном кровотечении на рану накладывают давящую повязку, при сильном кровотечении – жгут.

9. При поражении электрическим током следует отключить электроэнергию общим рубильником. Находящемуся в сознании пострадавшему необходимо обеспечить покой и чистый воздух. При прекращении дыхания и сердечной деятельности следует применять искусственное дыхание и непрямой массаж сердца до прибытия «скорой помощи».

10. При загрязнении помещения ртутью из разбитого термометра необходимо провести демеркуризацию, то есть механическую очистку от шариков ртути и химическую обработку кашицей хлорида железа (III), а затем тщательно промыть поверхность 20 %-м раствором хлорида железа, мыльным раствором и чистой водой.

11. При случайном попадании токсичных веществ внутрь рекомендуется вывести пострадавшего на чистый воздух, вызвать рвоту, давая пострадавшему пить большое количество теплой воды с несколькими каплями нашатырного спирта, и обратиться к врачу.

Посуда и установки для проведения синтезов

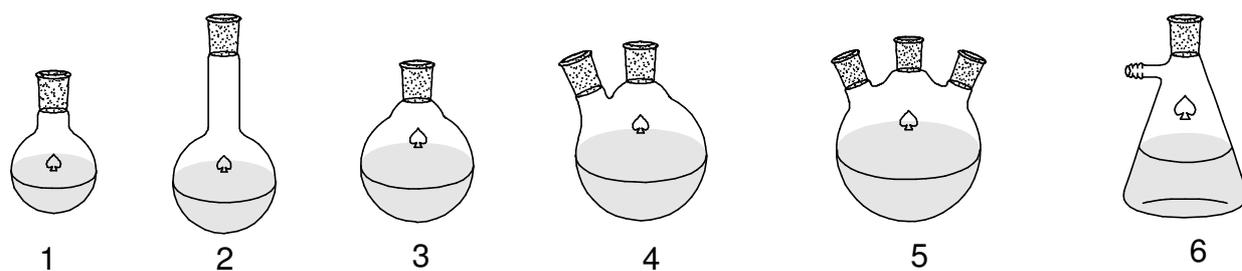


Рис.1 Реакционные колбы

1,2,3 – круглодонные колбы; 4- двугорлая колба;
5 – трехгорлая колба; 6 – колба Бунзена

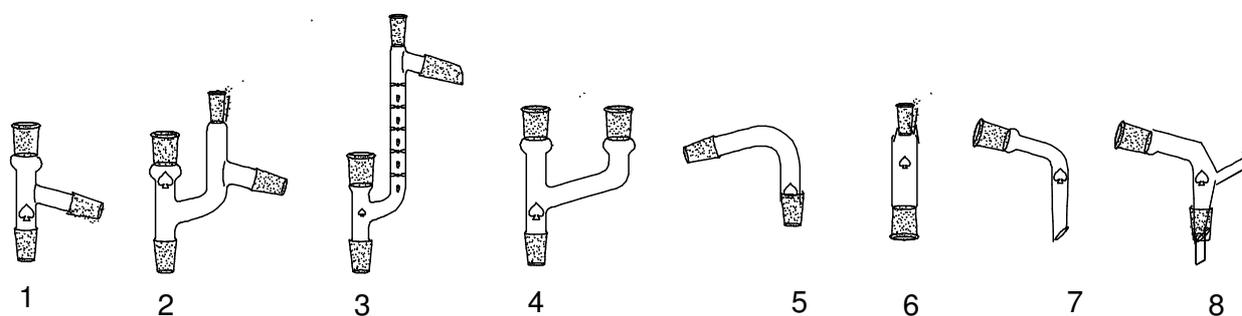


Рис.2. Насадки, переходы, алонжи:

1- насадка Вюрца; 2 – насадка Кляйзена; 3- насадка Кляйзена с дефлегматором; 4 – форштосс с двумя горловинами; 5 – изгиб; 6 – переход; 7 – алонж; 8 – алонж для вакуума.

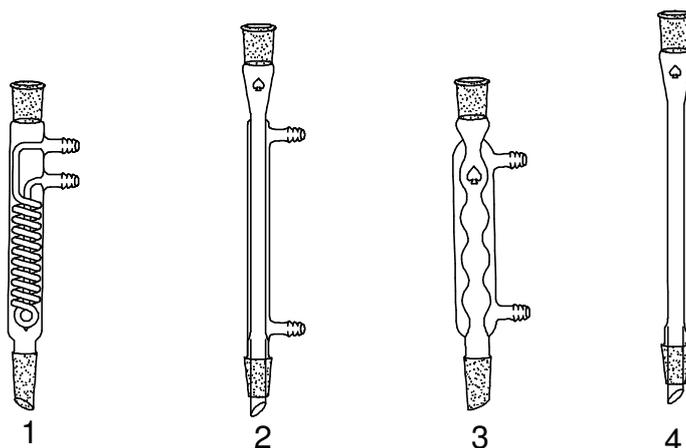


Рис.3. Холодильники:

1 – спиральный; 2 – холодильник Либиха; 3 – шариковый; 4 – воздушный.

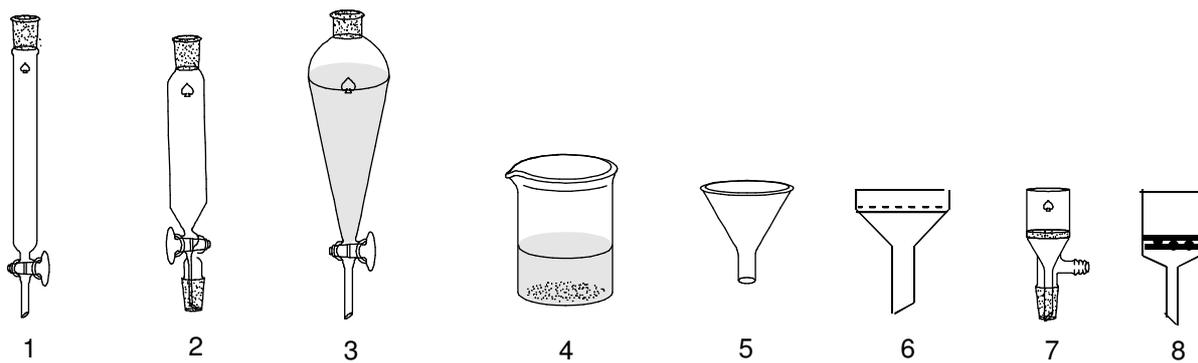


Рис. 4. 1,2,3 – делительные или капельные воронки; 4 – стакан; 5 – химическая воронка; 6 – воронка Бюхнера; 7 – воронка Шотта на шлифах; 8 – воронка Шотта.

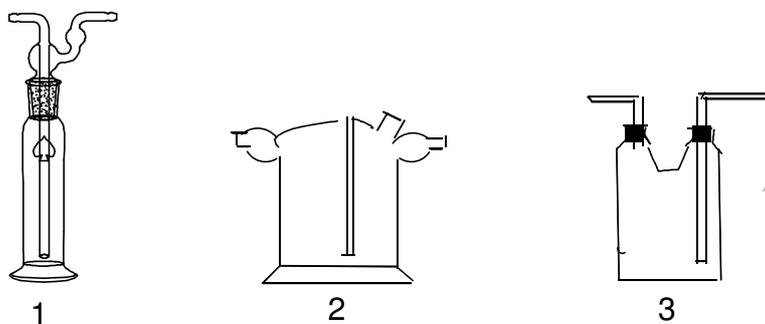
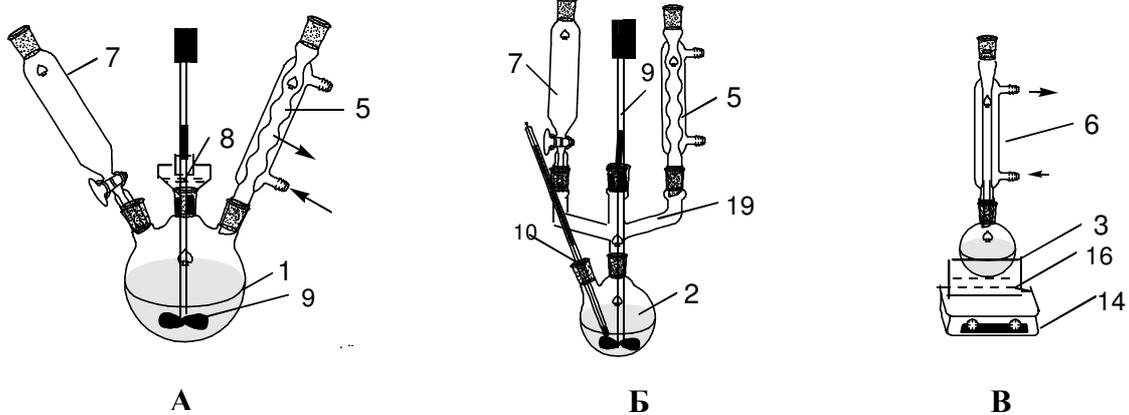


Рис. 5. Поглотительные (предохранительные) склянки:

1 – склянка Дрекслея; 2 – склянка Тищенко; 3 – склянка Вульфа.



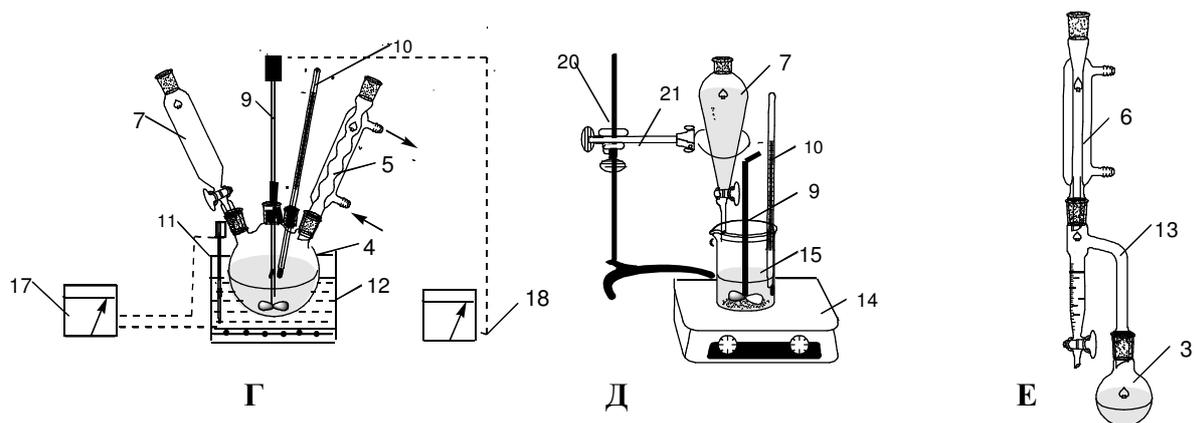


Рис. 6. Установки для проведения синтезов

1 – трехгорлая колба; 2- двугорлая колба; 3- круглодонная колба; 4 – четырехгорлая колба; 5 – шариковый холодильник; 6 – холодильник Либиха (обратный); 7 – капельная воронка; 8 – глицириновый затвор; 9 – мешалка; 10 – термометр; 11 – контактный термометр; 12 – масляная баня; 13 – насадка Дина-Старка; 14 – плитка; 15 – реакционный стакан; 16 – песочная баня; 17 – прибор для измерения температуры; 18 – прибор для регулирования скорости вращения мешалки; 19 – трехроговой форштосс; 20 – штатив; 21 – лапка.

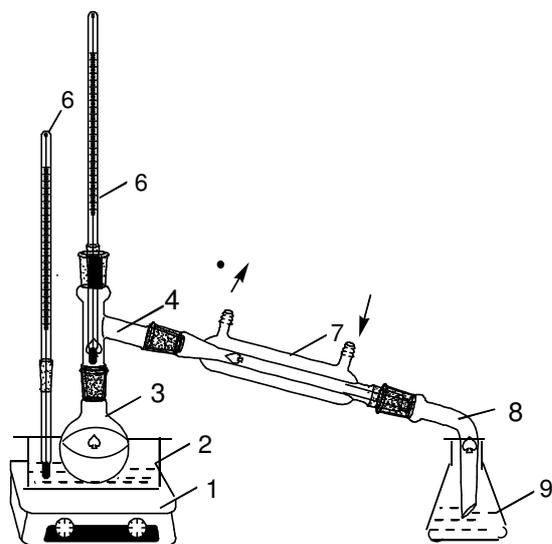


Рис. 7. Прибор для простой перегонки

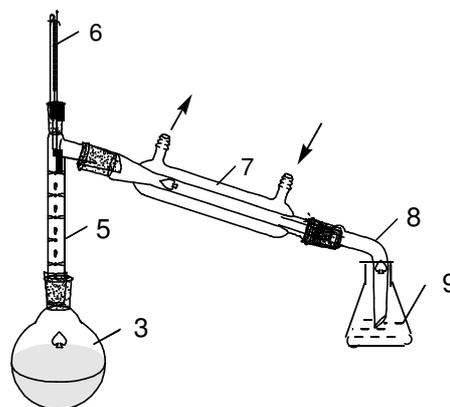


Рис. 8. Прибор для перегонки с дефлегматором

1 – плитка; 2 – песчаная или водяная баня; 3 – круглодонная колба; 4 – насадка Вюрца; 5 – дефлегматор с насадкой; 6 – термометр; 7 – холодильник Либиха; 8 – алонж; 9 – приемник.

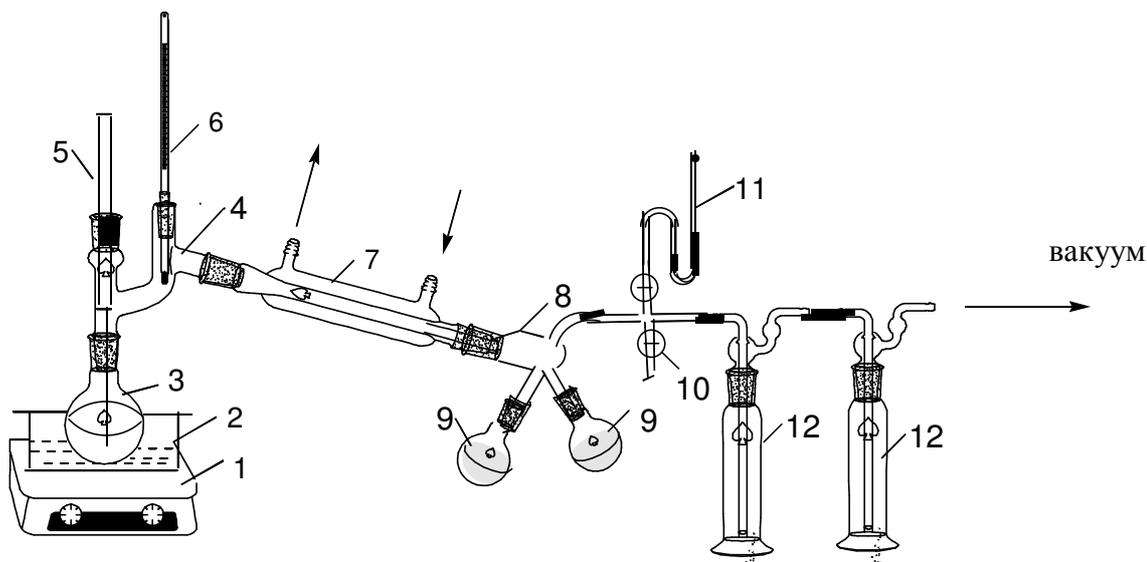


Рис. 9. Прибор для перегонки в вакууме

1 – плитка; 2 – масляная или водяная баня; 3 – круглодонная колба; 4 – насадка Кляйзена; 5 – капилляр; 6 – термометр; 7 – холодильник Либиха; 8 – алонж типа «паук»; 9 – круглодонные приемники; 10 – трехходовой кран; 11 – манометр; 12 – предохранительные склянки (склянка Дрекслея).

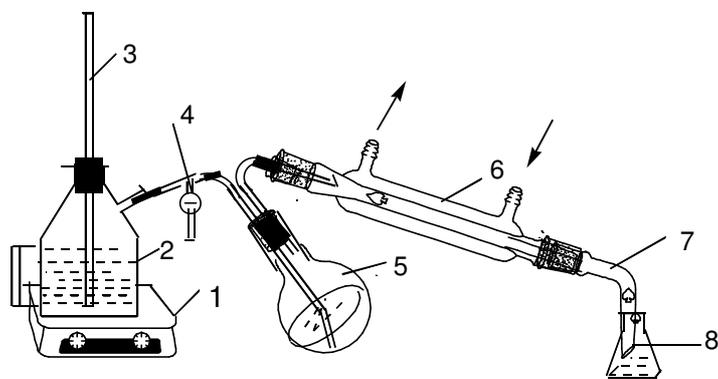


Рис 10. Прибор для перегонки с водяным паром

1 – плитка; 2 – парообразователь; 3 – стеклянная трубка; 4 – трехходовой кран; 5 – круглодонная колба; 6 – холодильник (водяной или воздушный); 7 – алонж; 8 – приемник.

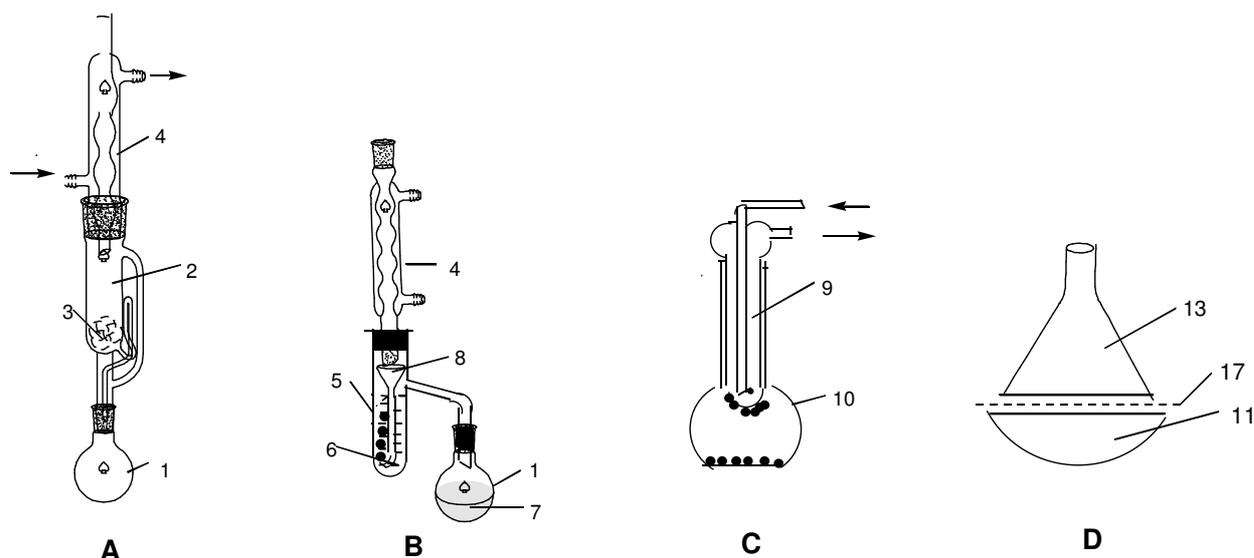


Рис. 11. Приборы для выделения веществ

A – аппарат Сокслета; **B** – прибор для непрерывной экстракции растворов; **C** – прибор для возгонки с пальцеобразным холодильником; **D** – прибор для возгонки из фарфоровой чашки.

1 – круглодонная колба; 2 – экстрактор; 3 – гильза; 4- шариковый холодильник; 5 - пробирка; 6 – экстрагируемый раствор; 7 – растворитель; 8 – воронка; 9 – пальцеобразный холодильник; 10 – плоскодонная колба; 11 – фарфоровая чашка; 12 – фильтровальная бумага с отверстиями; 13 – воронка.

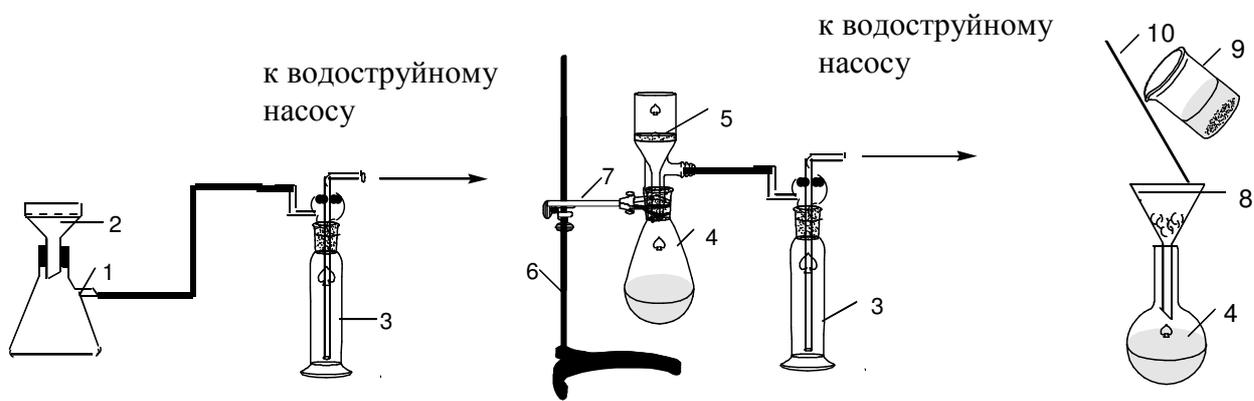


Рис.12. Установки для выделения осадка

1- колба Бунзена; 2 – воронка Бухнера; 3 – предохранительная склянка Дрекслея; 4 – колба; 5 – воронка Шотта; 6- штатив; 7 – лапка; 8 – химическая воронка; 9 – стакан; 10 – стеклянная палочка.

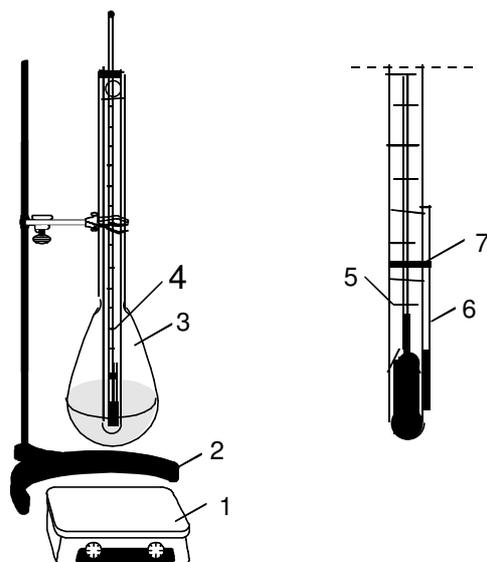


Рис. 13. Прибор для определения температуры плавления:
 1- плитка; 2 – штатив; 3 - колба; 4- термометр с капилляром; 5 – термометр; 6 – капилляр с веществом; 7 – резинка для крепления капилляра к термометру.

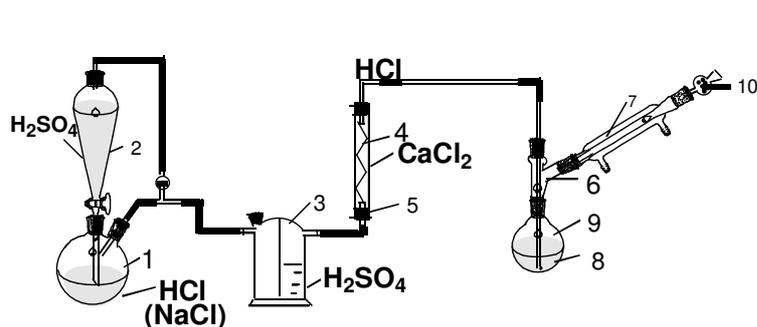


Рис. 14. Установка для получения хлористого водорода и пропускание его через реакцию смесь:

1 – круглодонная колба; 2 – капельная воронка; 3 – поглотительная склянка Тищенко; 4 – стеклянная колонка с осушителем; 5 – стеклянная вата; 6 - двуроговый форштосс; 7 - холодильник водяной или воздушный; 8 – реакция масса; 9 – реакция колба; 10 – хлоркальцевая трубка.

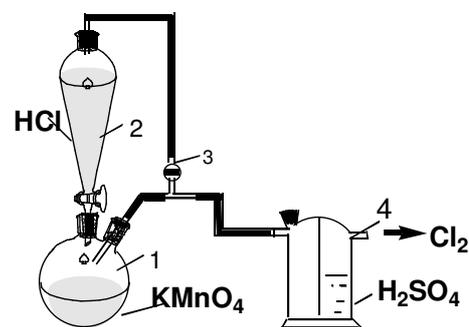


Рис. 15. Установка для получения хлора

1 - круглодонная колба;
 2 - капельная воронка;
 3 - двухходовой кран;
 4 - склянка Тищенко.

Лабораторная работа № 1. «Получение и свойства бензола»

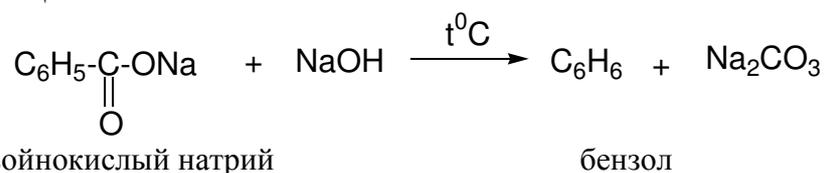
Опыт № 1. Получение бензола из бензойнокислого натрия

В пробирку «а» поместите смесь равных по массе частей бензойнокислого натрия и натронной извести на высоту около 5 мм. Закройте пробкой с газоотводной трубкой, изогнутой под углом 120° . Конiec трубки опустите в пробирку «б», в которую предварительно налейте 2 капли концентрированной серной кислоты и 2 капли концентрированной азотной кислоты. Держа рукой пробирку «б» так, чтобы пробирка «а» находилась в горизонтальном положении, нагревайте ее в пламени микрогорелки. Сначала нагрейте верхнюю часть, чтобы предупредить конденсацию в ней паров бензола, а затем уже нижнюю часть пробирки, где находится реакционная смесь. Через несколько секунд в пробирке «б» над слоем кислот появляется темная капля нитробензола. Тогда прекратите нагревание, предварительно удалив газоотводную трубку из пробирки «б». Влейте в пробирку «б» 8-10 капель воды, чтобы разбавить концентрированные кислоты, взболтайте и определите наличие нитробензола по характерному запаху, напоминающему запах горького миндаля. Обратите внимание на плотность нитробензола, на положение капли его до и после разбавления кислот водой.

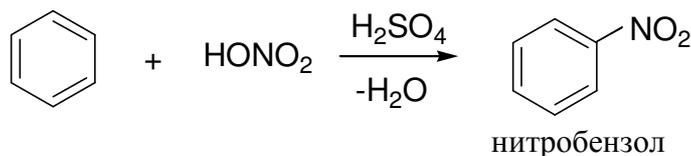
Открыв пробирку «а», обратите внимание на слабый специфический запах бензола. После остывания пробирки «а» добавьте в нее I каплю концентрированной соляной кислоты. Обратите внимание на обильное выделение CO_2 .

Получение бензола из натриевой соли бензойной кислоты аналогично получению метана из натриевой соли уксусной кислоты. Способ этот может служить общим способом лабораторного получения углеводородов ряда бензола (общая формула $\text{C}_n\text{H}_{2n-6}$) из солей соответствующих кислот. В технике же бензол и его гомологи получают в огромных количествах при перегонке каменноугольного дегтя или выделяют из нефти.

Ход реакции:



Так как пары бензола обладают хотя и специфическим, но довольно слабым запахом, их переводят обычно в нитробензол, обладающий очень интенсивным запахом.



Реакция перевода бензола в нитробензол $C_6H_5-NO_2$ используется для открытия паров бензола и его гомологов в воздухе цехов промышленных предприятий, где производится работа с бензолом, пары которого вредны для здоровья рабочих. При производстве анализа воздуха его про-сасывают через сосуд с нитрующей смесью.

Опыт № 2. Свойства бензола

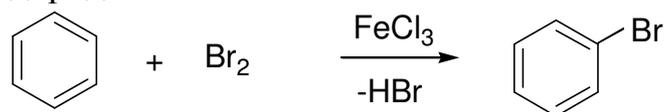
а) *Бензол не присоединяет бром из бромной воды.*

В пробирку с тремя каплями бромной воды добавьте 3 капли бензола. Бензол легче воды и в ней не растворяется. Поэтому после встряхивания смеси бензола с водой он всплывает наверх при стоянии. Нижний слой бромной воды при этом обесцвечивается.

Однако такое обесцвечивание объясняется не тем, что бром присоединяется по месту двойных связей, как это мы наблюдали, например у этилена, а тем, что бром легче растворяется в бензоле, чем в воде, и поэтому переходит в верхний слой бензола, окрашивая его в желтый цвет.

Таким образом, несмотря на наличие трех двойных связей, бензол, как и другие ароматические углеводороды, резко отличается от непредельных соединений жирного ряда тем, что не присоединяет бром непосредственно по месту разрыва двойных связей.

По современным представлениям, своеобразие химических свойств бензола и других ароматических соединений объясняется тем, что в молекуле бензола нет обычных простых и двойных связей. Электронная плотность во всех С-С связях молекулы бензола распределена равномерно. Поэтому бромирование бензола происходит подобно бромированию предельных углеводородов путем замещения атома водорода бромом с выделением бромистого водорода:



Реакция эта протекает в особых условиях в присутствии специальных катализаторов, в обычных условиях бромирование идет очень медленно.

б) *Бензол не окисляется раствором марганцевокислого калия.*

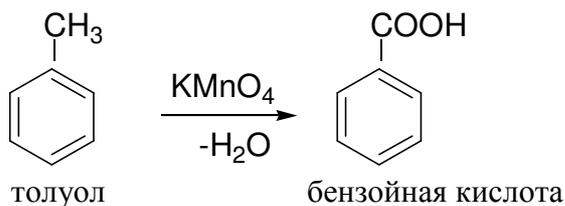
В пробирку с 5 каплями воды добавьте каплю 0,1н. $KMnO_4$ и 1 каплю 2н H_2SO_4 . К полученному розовому раствору добавьте 1 каплю бензола и встряхните. Обесцвечивания не наблюдается.

Опыт № 3. Окисление боковых цепей гомологов бензола

В пробирку с 5 каплями вода поместите 1 каплю 0,1 н $KMnO_4$ и 1 каплю 2н H_2SO_4 . Добавьте 1 каплю толуола $C_6H_5CH_3$ и, энергично встряхивая, нагревайте над пламенем микрогорелки. Наблюдается постепенное

обесцвечивание розового раствора и выделение на стенках пробирки коричневых окислов марганца.

Ход реакции:



В результате окисления каждая боковая цепь в кольце бензола, в конечном счете, образует карбоксильную группу. Поэтому, пользуясь реакцией окисления боковых цепей, можно точно установить строение ароматических углеводородов. Попробуйте, например, установить строение двух углеводородов, имеющих состав C_8H_{10} , если известно, что в результате окисления первый из них дает бензойную кислоту, а второй – ортофталевую (дикарбоновую кислоту).

Лабораторная работа №2. «Фенолы»

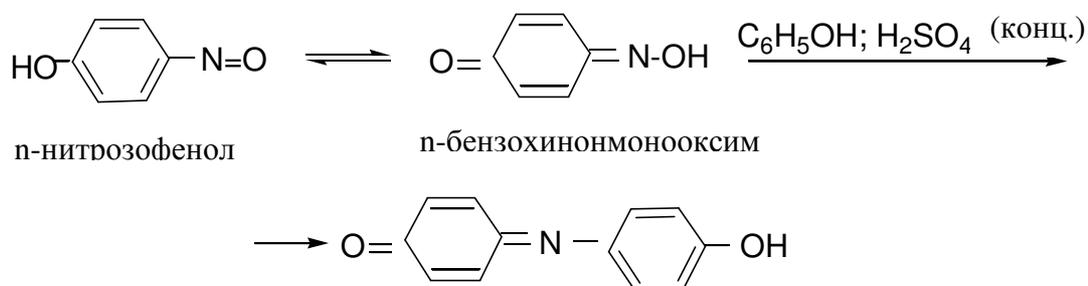
Качественные реакции обнаружения фенола:

а) цветная реакция с хлоридом железа (III). В пробирку поместите 3 капли «жидкого» фенола и добавьте 1 каплю 1% -го раствора хлорида железа (III). Появляется фиолетовое окрашивание. «Жидкий» фенол – раствор воды в феноле: к 100 г фенола добавляют 10 мл воды.

Аналогичные опыты проделайте с 1 %-ми растворами пирокатехина, резорцина, гидрохинона и 1%-м спиртовым раствором α -нафтола или β -нафтола. Отметьте в каждом случае появление окрашивания. Почему для обнаружения нафтолов используется не водные, а спиртовые растворы?

б) цветная реакция с образованием индофенола (индофеноловая проба).

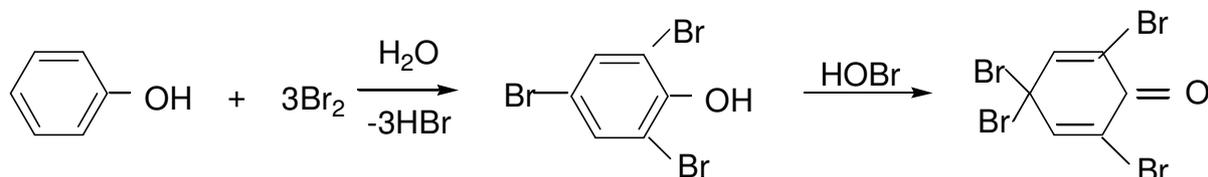
Индофенол – группа хинониминных красителей, окрашенных в синий и зеленый цвета. Простейший из них, называемый индофенолом, является продуктом конденсации *n*-бензохинонмонооксима с избытком фенола в присутствии концентрированной серной кислоты:



В пробирку поместите 1 кристл индофенола натрия и 3 капли концентрированной серной кислоты. К раствору добавьте 1 каплю «жидкого»

фенола. Через несколько минут в пробирке появляется синее окрашивание (реакция Либермана).

Взаимодействие фенола с бромом в водном растворе



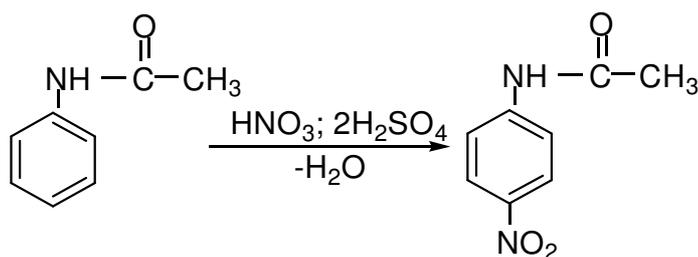
В пробирку внесите 1 каплю «жидкого» фенола и 2 капли воды. К возникшей при встряхивании эмульсии добавьте 6 – 7 капель бромной воды. Выпадает обильный белый осадок 2,4,6 – трибромфенола. При добавлении в пробирку еще 2 – 3 капель бромной воды 2,4,6 – трибромфенола окисляется в так называемый «тетрабромфенол» (2,4,4,6 – тетрабромциклогексадиен- 2,5-он), о чем свидетельствует превращение белого осадка в светло-желтый.

Для доказательства образования тетрабромфенола пробирку с тетрабромфенолом кипятят в течение 1 мин, потом ее охлаждают. Растворившийся при кипячении осадок тетрабромфенола вновь выпадает при охлаждении пробирки. К суспензии добавьте 2 капли 10 %-го раствора иодида калия, 0, 5 мл бензола и энергично встряхните. Происходит экстракция бензолом выделившегося иода, и бензольный слой приобретает красно-фиолетовую окраску.

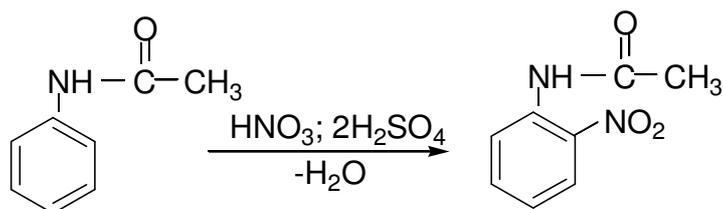
Лабораторная работа № 3. «Синтез *n*-нитроацетанилида»

Техника безопасности. Работы с нитросоединениями требуют особой осторожности. Работы проводить в вытяжном шкафу в перчатках. Нитросоединения нельзя перегонять досуха, так как возможен взрыв образующихся полинитросоединений. Необходимо соблюдать правила работы с концентрированными кислотами.

Основная реакция:



Побочная реакция:



Реактивы: ацетанилид – 0,5 г; азотная кислота – 0,2 мл (0,3 г) ($\rho = 1,4 \text{ г/см}^3$); серная кислота – 1 мл ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$); ледяная уксусная кислота – 0,5 мл.

Посуда и оборудование: плоскодонная широкая пробирка (диаметр –30 мм, высота –80 мм) или термостойкий стакан на 30 мл; водоструйный насос; фильтр Шотта; стеклянная полочка.

Установки для проведения синтеза

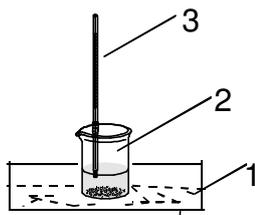


Рис. 16. Установка для синтеза

n-нитроацетанилида:

1-ледяная баня; 2-стакан или широкая пробирка; 3-термометр.

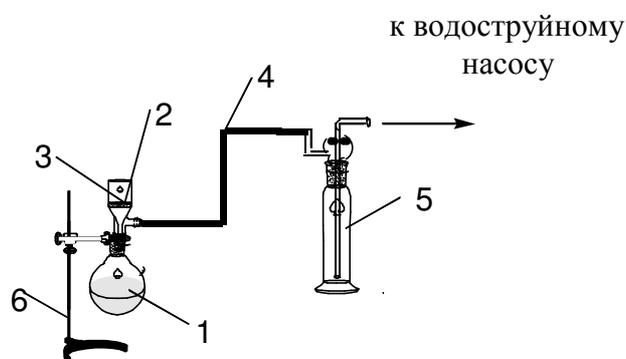


Рис. 17. Установка для фильтрации

n-нитроацетанилида:

1-круглодонная колба; 2-фильтр Шотта; 3-осадок; 4 -шланг; 5- склянка Дрекслея; 6-штатив

В широкую пробирку или стакан помещают 0,5 мл уксусной кислоты, 0,5 г тонко растертого ацетанилида. Смесь энергично перемешивают. Затем прибавляют 1 мл серной кислоты. Разогревшуюся смесь охлаждают водой со льдом. Затем по каплям прибавляют 0,2 мл концентрированной азотной кислоты так, чтобы температура смеси не превышала 20°C (при более высокой температуре может произойти гидролиз ацетанилида).

После того как вся азотная кислота прибавлена, пробирку оставляют стоять в течение 20 минут. Далее в реакционную смесь добавляют кусочки льда и ледяную воду. Через 10 минут выпадает осадок *n*-нитроацетанилида.

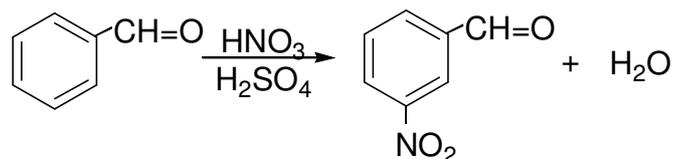
Выпавший осадок отфильтровывают на фильтре Шотта и промывают холодной водой и сушат на воздухе. Выход 0,5 г.

m-Нитроацетанилид перекристаллизовывают из этанола.

***m*-Нитроацетанилид** - кристаллическое вещество бледно-желтого цвета, трудно растворимое в воде, растворим в этаноле, диэтиловом эфире.

Т. пл. 206-207⁰С.

Лабораторная работа № 4. «Синтез *m*-нитробензальдегида»



Реактивы: бензальдегид – 1 мл; концентрированная серная кислота ($d=1,84$) – 0,65 мл; дымящая азотная кислота (1,49) – 0,85 мл;

Посуда и оборудование: широкая плоскодонная пробирка (диаметр – 30 мм, высота – 80 мм) или стакан на 50 мл; фильтр Шотта, водоструйный насос, стакан (50мл).

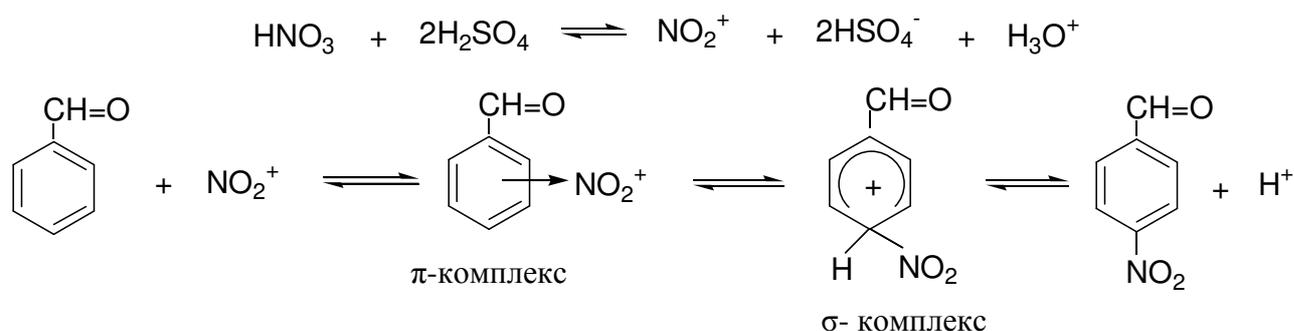
В стакан на 50 мл, снабженный термометром и помещенный в охлаждающую смесь, добавляют 0,65 мл концентрированной серной кислоты и 0,85 мл концентрированной азотной кислоты. Температура смеси должна быть не выше 10⁰С. Поддерживая температуру смеси 5-10⁰С, добавляют в течение 30 минут при энергичном перемешивании 1 мл бензальдегида. К концу прибавления баню со льдом удаляют и смесь оставляют на 12 часов при комнатной температуре.

После этого в смесь при осторожном перемешивании добавляют около 2 г мелко раздробленного льда. Образующийся желтый осадок отфильтровывают на фильтре Шотта, промывают холодной водой и как можно суше отжимают. Высушенный *m*-нитробензальдегид достаточно чистый.

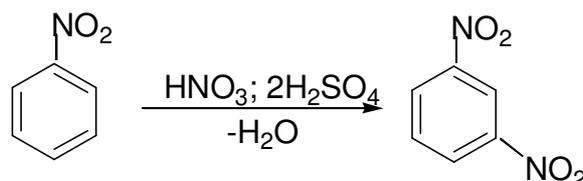
Выход 75-85 %. Т. пл. 58⁰С.

Механизм реакции:

Реакция нитрования протекает по механизму электрофильного замещения S_E2



Лабораторная работа № 5. «Синтез м-динитробензола»



Синтез проводить в вытяжном шкафу!

Реактивы: нитробензол – 0,9 мл; азотная кислота – 2 мл ($\rho = 1,4 \text{ г/см}^3$); серная кислота – 4мл ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$); этиловый спирт – 10 мл.

Посуда и оборудование: широкая плоскодонная пробирка (диаметр – 30 мм, высота – 80 мм) или термостойкий стакан; фильтр Шотта, водоструйный насос, стакан (50мл).

В пробирке осторожно смешивают 4 мл серной кислоты и 2 мл азотной кислоты, затем осторожно по каплям добавляют 0,9 мл нитробензола. Пробирку нагревают на кипящей водяной бане, энергично перемешивая палочкой в течение 30 минут. После реакцию смесь охлаждают водой со льдом и выливают в стакан с 15-20 мл холодной воды. После охлаждения кислый раствор декантируют с осадка. К осадку добавляют 10 мл воды и нагревают до кипения, при этом осадок (м-динитробензол) плавится. Смесь охлаждают, воду сливают и повторяют ту же операцию ещё раз.

м-Динитробензол перекристаллизовывают из спирта.

Выход 1,25 г Т. пл. = 89,5°C

м-Динитробензол – бесцветное кристаллическое вещество. Растворяется в бензоле, эфире, спирте.

Спектр ЯМР (в диметилацетамиде): 7,75 м.д. 8,66 м.д., 8,83 м.д.

Хроматография: пластинки «Силуфол»; система ацетон - петралейный эфир – бензол – метанол - водный раствор аммиака (конц.) (100:200:50:5:2) Вещество вводится в ацетоне, $R_f = 0,67$.

Контрольные вопросы по теме: «Нитросоединения»

1. Номенклатура и изомерия алифатических и ароматических нитросоединений. Напишите структурные формулы: $C_5H_{11}NO_2$, $C_8H_9NO_2$. Укажите первичные, вторичные, третичные нитросоединения. Назовите их. Строение нитрогруппы.

2. Приведите основные способы получения алифатических нитросоединений: нитрование по Коновалову и парафазное нитрование; из галогеналкилов. Приведите условия проведения нитрования и механизм радикального нитрования пропана.

Получите 1-нитропропан из иодистого пропана, рассмотрите механизм реакции и объясните, почему наряду с нитросоединениями получается пропилнитрит. С помощью каких реакций можно отличить следующие изомерные соединения 1-нитропропан и пропилнитрит?

3. Какими способами можно получить нитрометилбензол из толуола. Какие нитросоединения получаются из этилбензола.

4. Получите из бензола и из толуола соответственно 1,3,5-тринитробензол и 2,4,6-тринитротолуол. Какие нитрующие смеси для этого используются, и при каких условиях идет нитрование?

5. Напишите механизм нитрования толуола. Как пройдет нитрование п-трет-бутилтолуола?

6. Как влияют электроноакцепторные и электронодонорные заместители в бензоле на скорость нитрования. Что легче нитруется: бензол или хлорбензол; толуол или нитробензол; фенол или хлорбензол? Объяснить с точки зрения эффектов: индукционного, мезомерного и сверхсопряжения, а также стабильности σ -комплекса.

7. Химические свойства нитросоединений жирного и жирноароматического ряда с нитрогруппой в боковой цепи: реакции восстановления, изомеризации (образование аци-нитро-формы), взаимодействие с азотистой кислотой, с альдегидами; образование кетонов и альдегидов, кислот и гидросиламина (механизм образования гидросиламина).

8. Какие нижестоящие нитросоединения подвергаются изомеризации (образуют аци-форму). Как влияет на изомеризацию щелочь, что при этом образуется? Подействуйте на продукт щелочной обработки нитросоединения серной кислотой. Что происходит? Почему первичные и вторичные нитросоединения называются псевдокислотами?

Нитросоединения: 1-нитропропан, 2-метил-2-нитропропан, 2-метил-3-нитробутан, нитрометилбензол, нитробензол. Для каких нитросоединений аци-форма более устойчива?

9. Из пропилена получите 2-нитропропан и напишите для последнего реакцию с азотистой кислотой.

10. Напишите реакцию восстановления соединения, полученного в результате конденсации 2-нитропропана с уксусным альдегидом.

11. Проведите реакцию дегидратации соединения, полученного конденсацией 2-нитропропана с бутанолом.

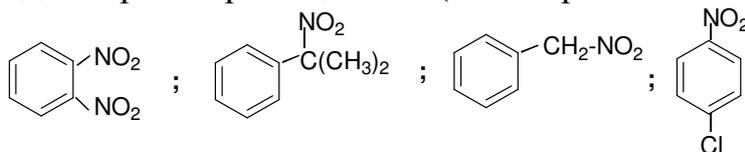
12. С помощью каких реакций можно осуществить следующие превращения: 1-нитробутана в бутаналь; 3-нитропентана в 3-пентанон; 1-нитропропан в пропановую кислоту. Какие из этих реакций используются в промышленности для получения гидросиламина?

13. Для 2-нитробутана напишите реакции со следующими веществами: этаналем; водородом; азотистой кислотой; разбавленным раствором щелочи. Для продукта конденсации 2-нитробутана и этанала напишите реакцию этерификации с азотной кислотой.

14. Химические свойства ароматических нитросоединений с нитрогруппой в ядре: реакции восстановления в щелочной, кислой и в нейтральной средах (какие промежуточные продукты получают при этом?); реакции электрофильного и нуклеофильного замещения (как влияет нитрогруппа и алкилнитрогруппа на реакции электрофильного и нуклеофильного замещения); реакции конденсации нитротолуола с ароматическими альдегидами; образование комплексов с «переносом заряда»

15. Напишите механизм нитрования п-ацетанилида.

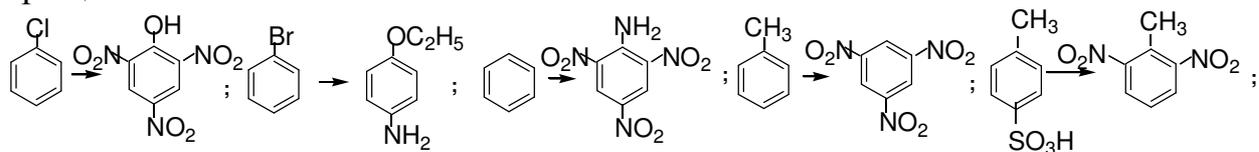
16. Какие из приведенных ниже соединений будут вступать в реакцию с водным раствором щелочи (без нагревания и катализатора):



Какие реакции этих соединений будут протекать с щелочью, если повысить температуру и применять катализатор?

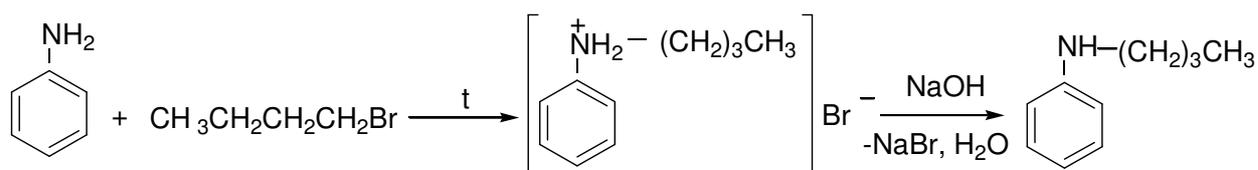
18. С помощью каких реакций можно различить п-нитроэтилбензол и 1-нитро-1-фенилэтан?

19. С помощью каких реакций можно осуществить следующие превращения:



20. Напишите формулу строения нитросоединения состава $C_8H_8ClNO_2$, которое при взаимодействии с водным раствором щелочи образует соль состава $C_8H_8ONNO_2Na$, восстанавливается в вещество состава $C_8H_{11}NH_2$, окисляющееся в терефталевую кислоту.

Лабораторная работа № 6. «Синтез N-бутиланилина»



бромистый бутилфениламмоний N-бутиланилин

Реактивы: анилин свежеперегнанный 1,0 г (0,98 мл); бромистый бутил ($\rho = 1,299$; $n_D^{20} = 1,4398$) – 1,13 мл; гидроксид натрия - 0,67 г.

Посуда и оборудование: колба круглодонная на 100 мл; холодильник водяной; холодильник воздушный; делительная воронка, колба Вюрца; термометр.

Установки для синтеза N-бутиланилина

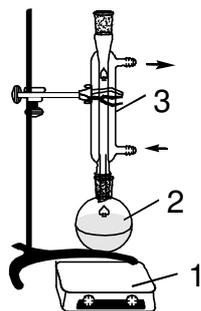


Рис. 18. Установка для синтеза:

1-плитка; 2-колба;
3-обратный холодильник

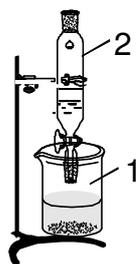


Рис. 19. Установка для разделения продукта и воды:

1- стакан; 2 – делительная воронка.

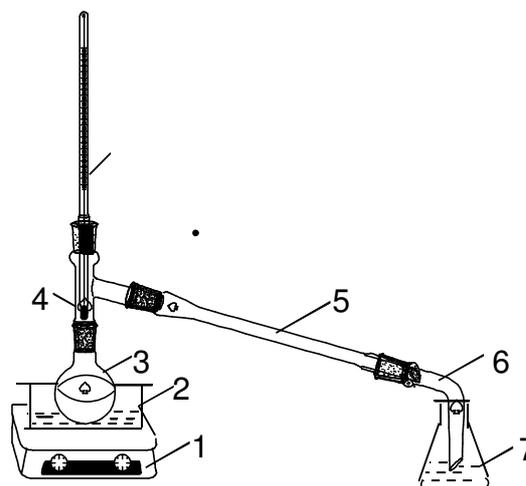


Рис. 20. Установка для перегонки продукта:

1- плитка; 2 – песчаная баня;
3 – колба; 4-насадка Вюрца;
5 – воздушный холодильник;
6 – алонж; 7 – приемник.

В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником, помещают 0,98 мл свежеперегнанного анилина и 1,13 мл бромистого бутила. Смесь в течение 20-30 мин нагревают на плитке с сеткой до тех пор, пока реакционная масса не затвердеет. Потом к охлажденной массе, содержащей бромистый бутилфениламмоний, небольшими порциями при перемешивании приливают раствор 0,67 г гидроксида натрия в 2 мл воды. Образовавшийся N-бутиланилин отделяют в делительной воронке от вод-

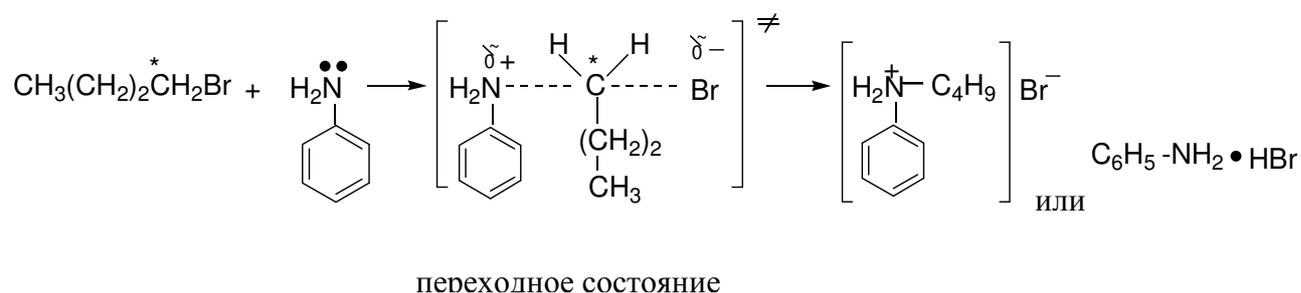
ного раствора, высушивают твердым гидроксидом натрия. Продукт декантацией освобождается от гидроксида натрия и перегоняется из колбы Вюрца на воздушном холодильнике. Собирают фракцию 240-242⁰С. Выход 1,04 г.

N-бутиланилин – бесцветная жидкость; $T_{\text{кип}} = 240,9^{\circ}\text{C}$. $T_{\text{пл.}} = 14,4^{\circ}\text{C}$, $n_D^{20} = 1,5320$, $d_4^{25} = 0,932$.

Растворимость в воде – трудно растворим; легко растворим в этаноле, в эфире.

Механизм реакции:

Реакция протекает по механизму S_N2 :



Контрольные вопросы по теме: «Амины»

1. Классификация, номенклатура, изомерия алифатических и ароматических аминов. Напишите все возможные структурные формулы и названия всех изомеров аминов состава C_3H_9N и $C_4H_{11}N$, $C_8H_{11}N$. Укажите первичные, вторичные и третичные амины.

2. Получите бутиламин из спирта, из галогенопроизводного, из нитрила, из амида кислот. Получите триметиламин, используя в качестве исходных веществ: а) метиловый спирт; б) формальдегид.

3. С помощью каких реакций можно осуществить следующее превращение: $CH_3CH_2CH_2CH=CH_2 \rightarrow CH_3-CH(NHCH_3)CH_2CH_2CH_3$.

4. Чем обусловлены основные свойства алифатических и ароматических аминов? Как влияют электронные эффекты радикалов и стерические факторы на основность аминов. Расположите в ряд по уменьшению основности следующие соединения: метиламин, трет-бутиламин, триметиламин, анилин, дифениламин, N,N-диметиланилин. Ответ объясните.

5. Химические свойства алифатических и ароматических аминов: алкилирование, ацилирование, реакции с азотистой кислотой, образование аммонийных солей, окисление.

6. С помощью каких реакций можно различить первичные, вторичные, третичные алифатические и ароматические амины.

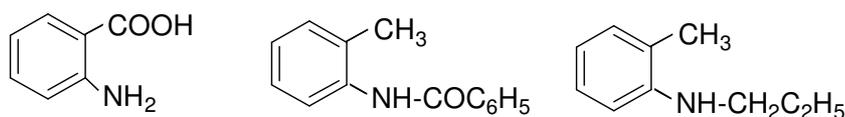
7. Как производится галогенирование и нитрование анилина. Почему в сильно кислых средах получают м-замещенный анилин?

8. С помощью каких реакций можно осуществить следующие превращения: 1-нитропропан в 1-пропанол; 1-бутанамин в бутаналь; бутанона в 2-метилбутиламин?

9. Используйте ацетон для получения изопропиламина. Напишите для изопропиламина реакции с хлористым ацетилом и азотистой кислотой.

10. При действии азотистой кислоты на амин состава $C_6H_{15}N$ выделяется азот, и образуются спирт C_3H_9O и алкен, озонлизом последнего получают ацетальдегид и метилэтилкетон. Установите строение амина.

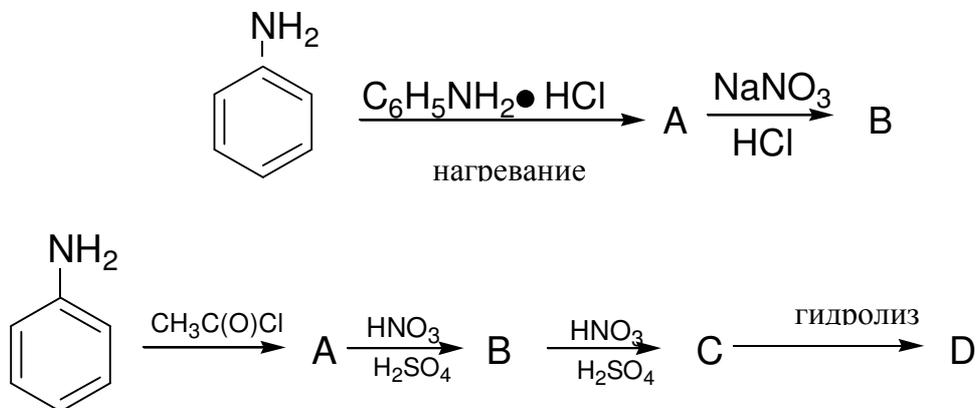
2. Предложите схемы превращения о-толуидина в следующие вещества:



12. Из хлорбензола получите п-хлоранилин. Напишите реакции п-хлоранилина с HCl , $NaNO_3$ (в среде HCl), CH_3COCl .

13. Предложите реакции, с помощью которых можно разделить смеси следующих веществ: а) анилин и бензол; б) п-толуидин и п-нитротолуол.

14. Напишите формулы промежуточных и конечных продуктов в следующих схемах:



15. Предложите схемы реакций, позволяющих перейти от адипиновой кислоты к тетраметилендиамину; от толуола к 2,4-диаминотолуолу; от бензола к п-броманилину.

16. Почему при получении N-метил-p-нитрофениламина предварительно защищают аминогруппу в исходном N-метиланилине? Напишите схемы реакций.

17. Для определения числа гидроксильных групп в спиртах используют метод ацилирования их уксусным ангидридом. Можно ли применять этот

метод, если известно, что в спиртах имеется примесь алкиламинов? Напишите сземы реакций, подтверждающих сделанный вывод.

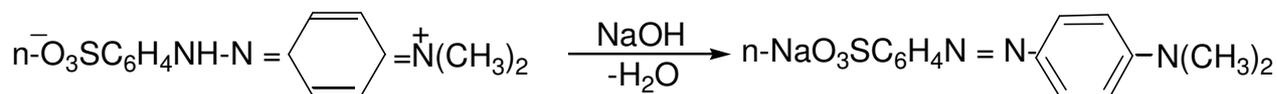
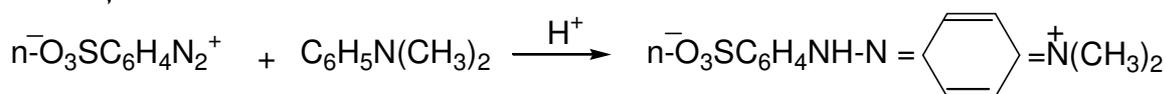
Лабораторная работа № 7. «Синтез метилоранжа (гелиантина)»



Реакция диазотирования:



Реакция азосочетания:



красный гелиантин

желтый гелиантин

Реактивы: сульфаниловая кислота – 0,5 г; едкий натр (2Н)-2,5 мл; нитрат натрия- 0,2 г; диметиланилин – 0,3 г., соляная кислота – 3,0 мл.

Посуда: стакан 50 мл; стеклянная мешалка; термометр; баня со льдом.

0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 1,5 мл. 2Н раствора едкого натрия и добавляют раствор 0,2 г. нитрита натрия в 2,6 мл воды. Пробирку помещают в лед и приливают в нее 1,5 мл. 2Н раствора соляной кислоты.

Получается раствор соли диазония.

3,0 мл диметиланилина растворяют в 1,25 мл. 2Н раствора HCl и 1,25 мл воды. К охлажденному до 0 °С раствору соли диазония добавляют полученный раствор диметиланилина.

Получается красный гелиантин.

Реакционную массу при хорошем перемешивании подщелачивают раствором едкого натра. При этом сразу же начинается выпадение красителя (желтый гелиантин). Через несколько минут его отфильтровывают и растворяют при нагревании в возможно меньшем количестве воды. При охлаждении из раствора быстро выкристаллизовывается метилоранж, который отфильтровывают и высушивают на воздухе. Выход продукта 0,5 г.

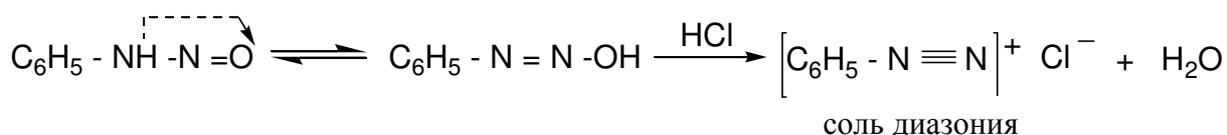
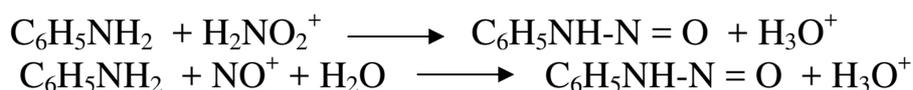
Метилоранж [гелиантин, 1-(*n*-диметиламинофенилазо-4-бензолсульфонокислый натрий) – кристаллическое вещество оранжевого цвета, хорошо растворимое в воде, не растворим в спирте. $M = 327,34$.

Гелиантин является кислотно-основным индикатором. В щелочной среде имеет желтую окраску, в нейтральной среде – оранжевую окраску, а в кислой среде – красную. В кислой среде гелиантин имеет хиноидную группировку.

Примечание 1. **Отличительная реакция:** при прибавлении к разбавленному раствору красителя хлороводородной кислоты раствор становится розовым, а потом выпадает красно-коричневый кристаллический осадок.

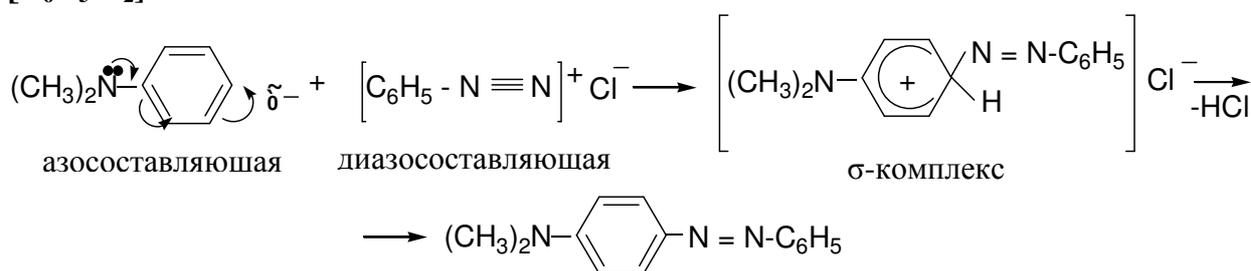
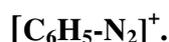
Примечание 2. Для ополаскивания стакана после реакции лучше пользоваться насыщенным раствором хлорида натрия. Отмывать руки следует подкисленным серной кислотой раствором перманганата калия, пока они не окрасятся диоксидом марганца, а затем нужно удалить окраску теплым разбавленным раствором гидросульфита натрия.

Механизм диазотирования:



Механизм азосочетания:

Реакция азосочетания является реакцией электрофильного замещения в ароматическом ядре. Электрофильной частицей является диазокатион -



Азосочетание является бимолекулярной реакцией, скорость которой зависит от концентрации как азосоставляющей, так и катиона диазония.

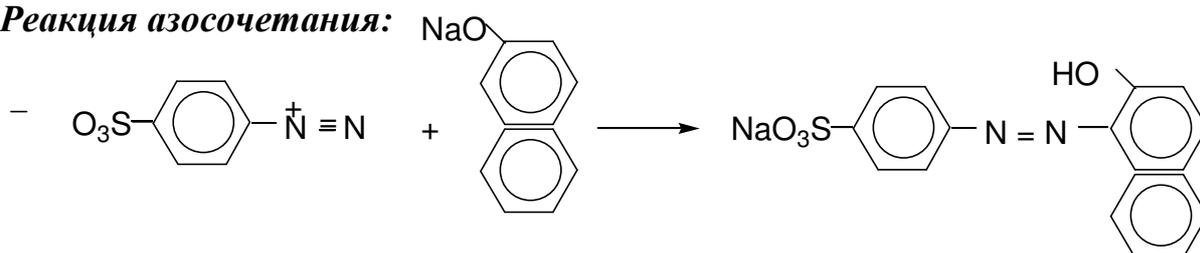
Лабораторная работа № 8. «Синтез β – нафтолоранжа»



Реакция диазотирования:



Реакция азосочетания:



Реактивы: сульфаниловая кислота – 1,25 г; едкий натр (2Н); нитрат натрия- 0,5 г; β-нафтол–1,0 г., соляная кислота 4н, хлорид натрия- 6 г.

Посуда и оборудование: стакан 50 мл; мешалка, термометр, баня со льдом, колба Бунзена, воронка Бюхнера.

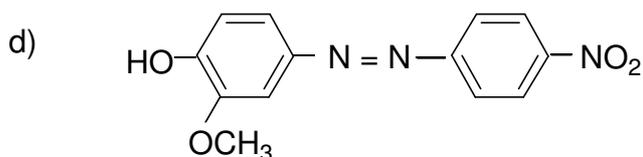
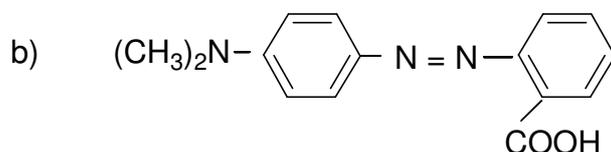
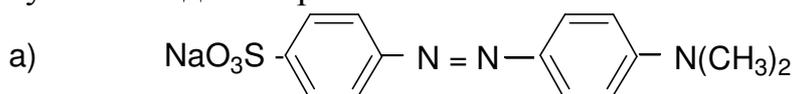
В стакане растворяют 1,25 г сульфаниловой кислоты в 33 мл 2н. раствора гидроксида натрия, и к полученному раствору соли прибавляют раствор 0,5 г нитрата натрия в 6 мл воды. Затем реакцию смесь охлаждают до 5-10⁰С и при перемешивании постепенно вносят в стакан 4н. раствор соляной кислоты до прекращения образования осадка. Полученную смесь п – диазобензолсульфкислоты при комнатной температуре быстро, при перемешивании, приливают щелочному раствору β-нафтола (1 г β-нафтола в 13 мл 2 н.гидроксида натрия). Перемешивание продолжают 30 мин. Затем прибавляют 6 г хлорида натрия для уменьшения растворимости красителя. Смесь охлаждают, выпавший оранжево-желтый осадок фильтруют. Продукт на фильтре промывают холодной водой.

Выход 2 г (79 %).

β-Нафтолоранж (кислотный оранжевый, оранже II) – кристаллическое вещество, ярко-оранжевого цвета, хорошо растворимое в воде. М = 350,34.

Контрольные вопросы по теме: «Азо- и диазосоединения»

1. Номенклатура диазо-, азосоединений. Получение диазосоединений, реакция диазотирования, механизм реакции диазотирования. Равновесия между различными формами диазосоединений.
2. На примере *p*-метилбензолдиазоний хлорида покажите, какие изменения в строении этой соли происходят при переходе от кислой к нейтральной и щелочной средам.
3. Реакции диазосоединений, протекающие с выделением и без выделения азота.
4. Для диазотирования сульфаниловой кислоты ее сначала растворяют в щелочи, затем смешивают с раствором нитрита натрия и полученный раствор приливают к разбавленной хлороводородной кислоте со льдом. Почему необходимо соблюдать такую последовательность введения реактивов в реакцию? Можно ли сульфаниловую кислоту смешивать непосредственно с нитритом натрия? Напишите схемы протекающих реакций.
5. Напишите схему реакции разложения бензолдиазонийхлорида при нагревании его водного раствора.
6. Реакция азосочетания и ее механизм. Влияние pH среды и строения диазо- и азосоставляющих на скорость реакции азосочетания.
7. Используя реакцию азосочетания, предложите способ получения *p*-метоксиазобензола.
8. Используя реакции солей диазония с выделением азота, напишите схемы реакций получения *m*-иодофенола и *m*-нитрофенола из *m*-нитроанилина.
9. Предложите схемы синтезов приведенных азокрасителей, исходя из бензола и используя необходимые реагенты:



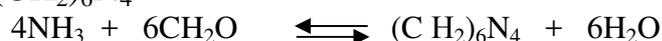
10. Почему наблюдается обесцвечивание раствора 4-диметиламиноазобензола при добавлении кусочка металлического цинка и концентрированной хлороводородной кислоты?

11. Теория цветности органических соединений. Связь цветности со строением.

12. Азокрасители. Понятие о ледяном крашении.

Лабораторная работа № 9 «Получение и гидролиз уротропина»

В пробирку помещают 1 каплю 10 %-ного спиртового раствора фенолфталеина и 2 капли 2Н гидроксида аммония NH_4OH . Жидкость окрашивается в ярко-розовый цвет. К ней прибавляют 1 каплю 40 %-ного формалина, через несколько секунд жидкость обесцвечивается, так как аммиак энергично вступает в реакцию с формальдегидом, образуя уротропин-гексаметиленetetрамин $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$

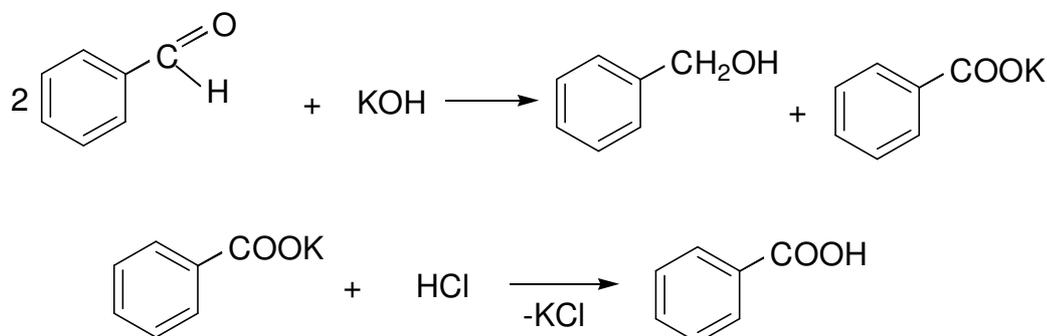


Добавляют по каплям раствор аммиака до получения исчезающего розового окрашивания, свидетельствующего о том, что весь формальдегид связан аммиаком. Часть полученного розового раствора помещают на предметное стекло и осторожно выпаривают над пламенем горелки до появления кристаллов уротропина. К оставшемуся в пробирке раствору уротропина добавляют 1 каплю 2Н HCl и кипятят, встряхивая пробирку, при этом обращают внимание на появление запаха формальдегида.

Реакция получения уротропина обратима, гидролиз уротропина ускоряется соляной кислотой, которая связывает образующийся аммиак и сдвигает реакцию влево.

Уротропин используется в производстве лекарственных препаратов (кальцекс; при лечении почечных заболеваний), а также взрывчатых веществ (гексогена).

Лабораторная работа № 10 «Синтез бензилового спирта и бензойной кислоты по реакции Канницаро»



Реактивы: бензальдегид свежеперегнаный – 2 г ; гидроксид калия – 1,8 г ; диэтиловый эфир – 5 мл; гидросульфит натрия, 40 %-ный раствор, – 1 мл; карбонат натрия; сульфат натрия безводный, соляная кислота (1:1).

Посуда и оборудование: круглодонная и плоскодонная колбы (100 мл), насадка Вюрца; воронка делительная; воздушный холодильник; холодильник Либиха; алонж; термометр; колбы конические плоскодонные (50 мл)-2 шт; колба Бунзена; воронка Бюхнера; стакан (50 мл).

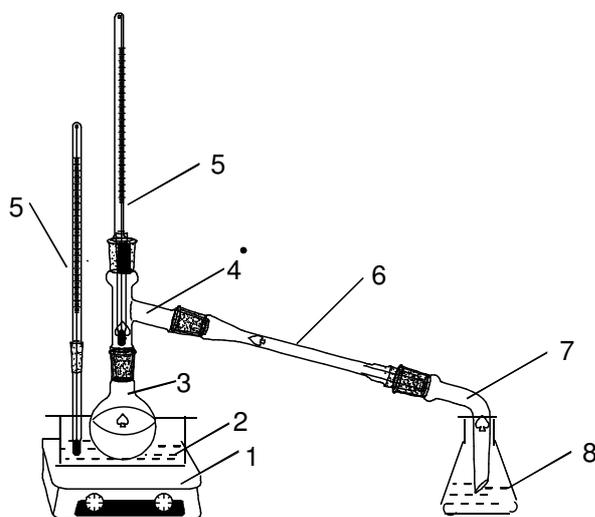


Рис.21. Установка для отгонки бензойной кислоты:

1 – плитка; 2 - песчаная баня; 3 - колба;
4- насадка Вюрца; 5 – термометр;
6 – воздушный холодильник;
7 – алонж; 8 – приемник.

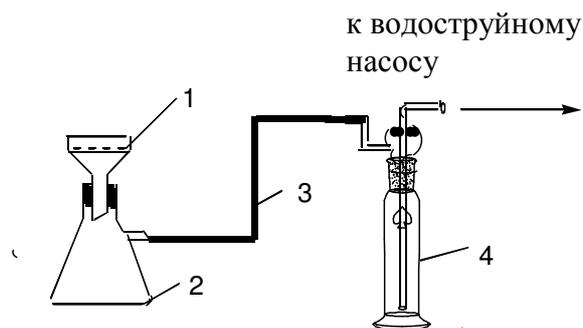
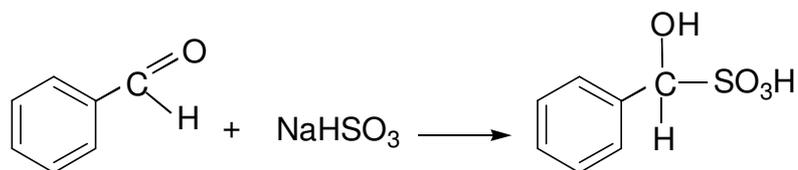


Рис.22. Установка для выделения бензилового спирта:

1 – воронка Бюхнера; 2 - склянка Бунзена; 3 – шланг; 4 – склянка Дрекслея.

В плоскодонную колбу помещают 2 г свежеперегнанного бензальдегида и при охлаждении вносят холодный раствор 1,8 г КОН в 1,2 мл воды. Закрывают колбу резиновой пробкой с этиленовой прокладкой и энергично встряхивают до тех пор, пока не образуется стойкая эмульсия. Смесь оставляют стоять в течение 10-12 ч. Затем к образовавшейся смеси бензилового спирта и кристаллической массы бензоата калия прибавляют небольшое количество воды, необходимое для растворения выделившихся кристаллов, и переливают раствор в делительную воронку. Следует избегать большого количества воды, так как бензиловый спирт частично растворяется в воде (4 г в 100 г воды при 17⁰С). Из раствора в делительной воронке извлекают бензиловый спирт диэтиловым эфиром, делая 2 эфирные вытяжки по 2,5 мл каждая. Эфирные вытяжки соединяют и встряхивают, добавляя дважды по 0,5 мл 40 % -го раствора гидросульфита натрия, для удаления непрореагированного бензальдегида, который образует бисульфитное производное, не растворяющееся в эфире:



Затем эфирный слой промывают концентрированным раствором карбоната натрия для освобождения от сернистой кислоты, которая может быть в растворе гидросульфита натрия. Перелив органический слой из делительной воронки в колбу, сушат его безводным сульфатом натрия или безводным карбонатом калия. Высушенный эфирный раствор переливают в круглодонную колбу с насадкой Вюрца и нисходящим холодильником Либиха, тщательно отгоняют эфир на водяной бане, а затем перегоняют бензиловый спирт с воздушным холодильником, собирая фракцию, кипящую в пределах 204-206⁰С.

Выход бензинового спирта 0,8 г.

Бензиловый спирт (фенилкарбинол) – бесцветная жидкость со слабым приятным запахом, плохо растворим в воде, хорошо растворяется в этаноле, хлороформе, диэтиловом эфире. Т. кип. 205,8⁰С или 93⁰С при 1,3•10⁻³ МПа; т. пл. -15,3⁰С; ρ = 1045,5 кг/м³; n_D²⁰ = 1,5396.

Хроматография: пластинки «Силуфол». Система: метанол - бензол - ледяная уксусная кислота (8:45:4); R_f = 0,72.

Применяется как растворитель лаков, а также в парфюмерной промышленности.

Водощелочной раствор, слитый из делительной воронки после экстрагирования диэтиловым эфиром, подкисляют соляной кислотой (1:1). Выпавшие кристаллы бензойной кислоты отсасывают на воронке Бюхнера и перекристаллизовывают из горячей воды и сушат. Выход бензойной кислоты 0,9 г. Бензойная кислота – бесцветные блестящие листочки - плохо растворяется в холодной воде, лучше в горячей (в 100 мл воды растворяется 0,2 г при 17⁰С и 2,2 г при 75⁰С), хорошо растворяется в хлороформе, ацетоне, тетрахлорметане, бензоле, метаноле. Т. кип. 249⁰С; т. пл. 121,5⁰С; ρ₄¹⁵ = 1265,9 кг/м³.

Хроматография: пластинки «Силуфол». Система: петролейный эфир-этилацетат - ледяная уксусная кислота (17:2:1); R_f = 0,20.

Спектр ЯМР (в CDCl₃): мультиплет – 7,90 м.д., 7,44 м.д., 7,37 м.д., синглет - 13,2 м.д.

Бензойная кислота и её производные широко применяются в синтезе красителей, фармацевтических препаратов, в пищевой промышленности.

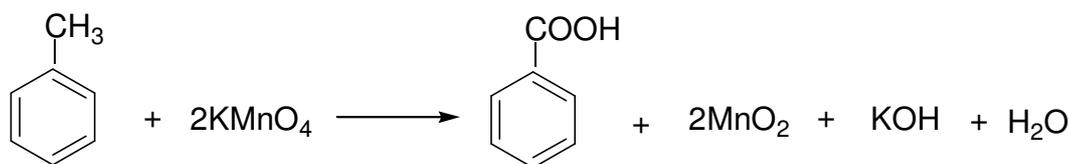
Отличительная реакция бензинового спирта. К 2 мл разбавленной азотной кислоты прибавляют каплю бензинового спирта и погружают

пробирку в кипящую воду – образуется желтая эмульсия и появляется сильный запах бензальдегида.

Отличительная реакция бензойной кислоты. К 2 мл раствора бензойной кислоты прибавляют по одной капле 0,3 % раствора пероксида водорода и раствора хлорного железа. Пробирку с этой смесью погружают в кипящую воду. Вследствие образования салициловой кислоты появляется красно-фиолетовая окраска.



Лабораторная работа № 11. «Синтез бензойной кислоты окислением толуола»



Реактивы: толуол – 5 г (5,75 мл); перманганат калия – 17 г; соляная кислота ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$).

Посуда и оборудование: колба круглодонная (500 мл); холодильник шариковый; баня песчаная; стакан (750 мл); колба коническая (250 мл).

В круглодонной колбе, снабженной шариковым холодильником, кипятят на песчаной бане в течение 4 ч смесь 5,75 мл толуола, 350 мл воды, 17 г мелко растертого перманганата калия. Для равномерного кипения в колбу бросают несколько «кипелок». После завершения реакции раствор над осадком диоксида марганца должен быть бесцветным. Если реакционная смесь остается окрашенной, обесцвечивания достигают прибавлением 1 мл этилового спирта или 0,5 г щавелевой кислоты при нагревании.

Горячий раствор фильтруют через складчатый фильтр, осадок диоксида марганца промывают небольшим количеством горячей воды. Фильтрат упаривают в стакане до объема 50-100 мл и отфильтровывают от вновь выпавшего оксида марганца (IV). Промыв осадок 5 мл горячей воды, объединенный фильтрат подкисляют концентрированной соляной кисло-

той до кислой реакции по индикаторной бумаге. При этом осаждаются бензойная кислота, которую отфильтровывают, промывают небольшим количеством холодной воды и сушат.

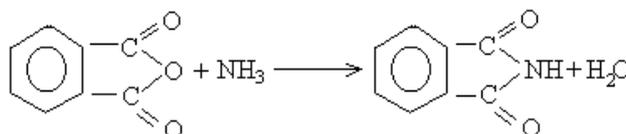
Выход 5 г (75 % от теоретического)

Бензойная кислота – белое кристаллическое вещество в виде пластинок, плохо растворяется в холодной воде, лучше - в горячей (0,27 г в 100 мл при 18⁰С и 5,9 г в 100 мл при 100⁰С). Хорошо растворяется в хлороформе, ацетоне, бензоле. Легко возгоняется. Т. пл. 121,5⁰С. ρ = 1,2659

Хроматография: пластинки «Силуфол». Система: петролейный эфир - :этилацетат - ледяная уксусная кислота (17:2:1); R_f = 0,20.

Спектр ЯМР (в CDCl₃): мультиплет – 7,90 м.д., 7,44 м.д., 7,37 м.д.; синглет - 13,2 м.д.

Лабораторная кислота № 12. «Синтез фталимида»



Реактивы: фталевый ангидрид – 0,5 г; аммиак – 28%-ный водный раствор – 4,4 мл.

Посуда и оборудование: фарфоровый стакан на 50 мл, воронка, песчаная баня, фильтровальная бумага, иголка.

Работу проводят под тягой!

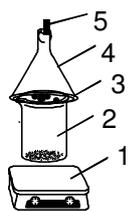


Рис. 23. Установка для получения фталимида:

1-плитка; 2 – стакан с фталевым ангидридом и аммиаком; 3 – фильтровальная бумага с отверстиями; 4 – воронка; 5-вата.

Синтез проводят в высоком фарфоровом стакане. В стакане смешивают 0,5 г фталевого ангидрида и 4, 4 мл водного раствора аммиака.

Стакан накрывают воронкой через фильтровальную бумагу с мелкими отверстиями, сделанными иглой. Смесь медленно нагревают на песчаной бане до тех пор, пока не образуется однородный плавл. Сублимат, собирающийся на фильтровальной бумаге, с помощью стеклянной палочки сбрасывают обратно в стакан.

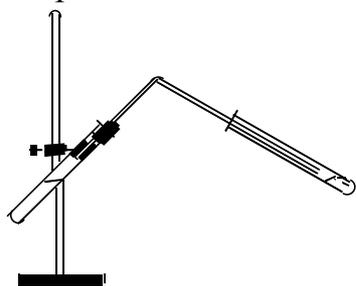
После образования однородного плава, реакционную смесь охлаждают и перекристаллизовывают из воды. В 100 мл воды растворяется 0,4 г фталимида.

Выход: 0,44 г (88% от теоретического). Т. пл. = 232-235°C.

Лабораторная работа № 13. «Гетероциклические соединения и их свойства»

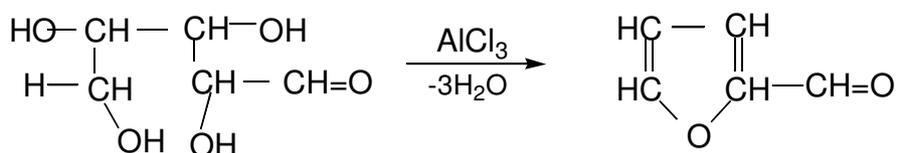
Опыт № 1. Образование фурфурола из пентозанов

Материалы: отруби; концентрированная соляная кислота; раствор хлорного железа.

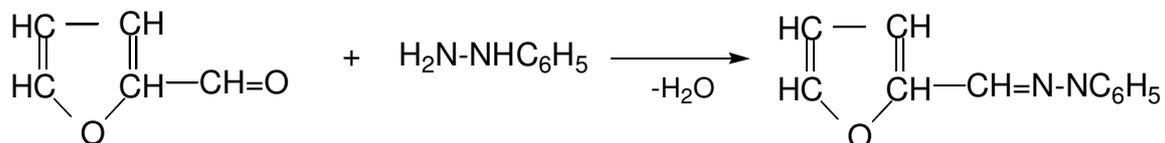


Около 1 г отрубей или древесных опилок смешивают в пробирке при встряхивании с 2-3 мл концентрированной соляной кислоты, с 4-5 мл воды и несколькими каплями раствора хлорного железа. Смесь нагревают 15 минут в кипящей водяной бане, после чего присоединяют отводную трубку и, осторожно нагревая пробирку над плиткой, отгоняют в другую пробирку 1-2 мл жидкости. Отгон имеет запах фурфурола.

Рис. 24. Установка для получения фурфурола



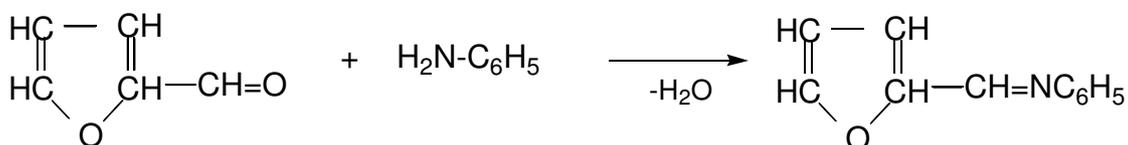
Опыт № 2. Реакция фурфурола с фенилгидразином



Материалы: фурфурол свежеперегнанный; фенилгидразин (или 2,4-динитрофенилгидразин); уксусная кислота концентрированная.

В пробирке растворяют 0,5 мл фенолгидразина в 10 мл уксусной кислоты, и к раствору прибавляют при взбалтывании фурфурол. Выпадает осадок фенолгидразонфурфуrolа.

Опыт № 3. Реакция фурфурола с анилином



Материалы: фурфурол свежеперегнанный, анилин свежеперегнанный, соляная кислота концентрированная; этиловый спирт.

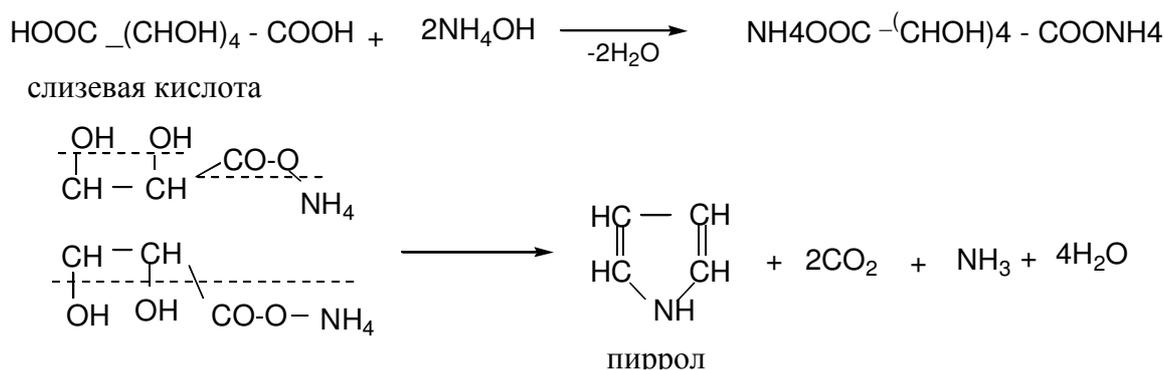
В колбу на 50 мл наливают 1 мл анилина, 0,5 мл соляной кислоты и раствор 0,5 мл фурфуrolа в 10 мл этилового спирта. Реакционную смесь нагревают на водяной бане в течение 5 минут; при охлаждении выпадают кристаллы фиолетового цвета.

Опыт № 4. Реакция фурфуrolа с флороглюцином

Материалы: фурфурол свежеперегнанный, флороглюцин, соляная кислота (20 % раствор).

В пробирке растворяют 0,5 мл флороглюцина в 10 мл соляной кислоты, затем прибавляют 0,7 мл фурфуrolа, реакционную смесь доводят до кипения; появляется вишнево-красное окрашивание.

Опыт № 5. Образование пиррола



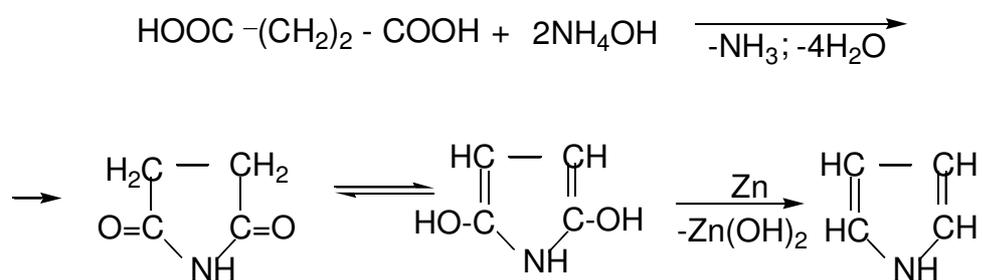
Опыт проводить в вытяжном шкафу!

Материалы: слизевая кислота, глицерин.

В пробирку помещают 0,5 г слизевой кислоты, 1 мм концентрированного раствора аммиака. Смесь тщательно перемешивают

стеклянной палочкой. Затем добавляют 0,5-1 мл глицерина. Смесь перемешивают, укрепляют пробирку почти горизонтально в держателе штатива и начинают осторожно нагревать низ пробирки пламенем спиртовки. Сначала выделяются пары воды, затем смесь вспучивается. Образующиеся летучие продукты имеют неприятный запах. Продолжая нагревание, вносят в пробирку сосновую лучинку, смоченную каплей соляной кислоты. Выделившиеся пары пиррола быстро окрашивают лучинку в ярко-красный цвет.

Пиррол можно получить из янтарной кислоты. Для этого вместо глицерина в смесь янтарной кислоты и аммиака добавляют немного цинковой или алюминиевой пыли. Смесь выпаривают досуха в чашечке, а потом нагревают сухой остаток в пробирке.



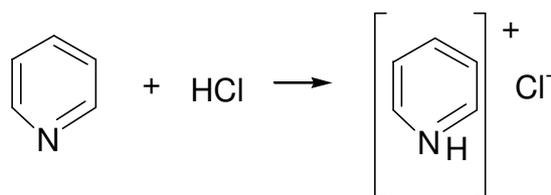
Пиррол – бесцветная жидкость с т.кип.130⁰С, при хранении окрашивается и осмоляется. В щелочной или нейтральной среде пиррол устойчив; в среде кислот легко осмоляется, окрашиваясь сначала в красный цвет.

Опыт № 6. Реакции пиридина

Материалы: пиридин, пикриновая кислота (насыщенный водный раствор), раствор хлорного железа.

Смешивают 1 мл пиридина и 5 мл воды; водный раствор применяют для следующих опытов:

1. Помещают 1 каплю раствора пиридина на красную лакмусовую бумажку. Затем в пробирку приливают 0,5 мл этого же раствора к 1 мл раствора хлорного железа. Наблюдается выделение гидроксида железа. Пиридин смешивается с водой в любых соотношениях. Его водный раствор имеет очень слабую щелочную реакцию ($K_{\text{осн}} = 4 \times 10^{-10}$). Пиридин образует с кислотами соли, которые растворяются в воде. При добавлении к водному раствору пиридина раствор хлорного железа происходит гидролиз хлорного железа с образованием гидроксида железа Fe(OH)_3 и хлороводородной кислоты, которая соединяется с пиридином с образованием соли – хлористого пиридиния.



2. Смешивают равные объемы по 0,5 мл растворов пиридина, марганцевокислого калия и соды. Перманганат калия не обесцвечивается ни в холоде, ни при нагревании смеси до кипения. Это свидетельствует о том, что пиридин устойчив к окислителям.

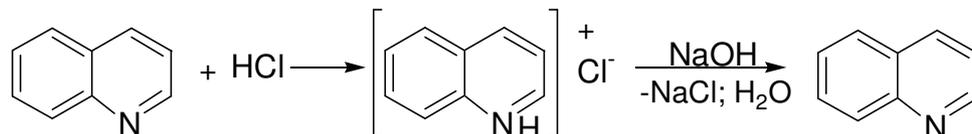
3. К 2-3 мл раствора пикриновой кислоты добавляют 0,3-0,5 мл раствора пиридина. Постепенно выделяются красивые игольчатые кристаллы пикрата пиридина $\text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3\text{OH}$ (в течение 10-15 минут). При добавлении еще 1-1,5 мл раствора пиридина кристаллы пикрата растворяются. Пикриновая кислота используется для идентификации пиридина.

Опыт № 7. Реакции хинолина

Материалы: хинолин, пикриновая кислота (насыщенный водный раствор), раствор хлорного железа.

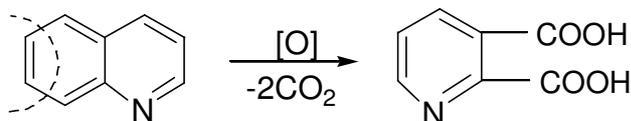
1. К 0,5 мл хинолина добавляют 2 мл воды и по каплям концентрированной соляной кислоты при встряхивании до полного растворения хинолина. К слегка разогретой гомогенной жидкости добавляют щелочь; выделяются капли свободного хинолина.

Хинолин так же, как пиридин проявляет слабые основные свойства и образует с кислотами соли:



2. Водный раствор хинолина при взаимодействии с хлоридом железа образует гидроксид железа и хлорид хинолиния.

3. Смешивают равные объемы по 0,5 мл растворов пиридина, марганцевокислого калия и соды. Наблюдается быстрое обесцвечивание раствора и выделение осадка диоксида марганца. При окислении хинолина в щелочной среде образуется хинолиновая кислота (2,3-пиридиндикарбоновая кислота)

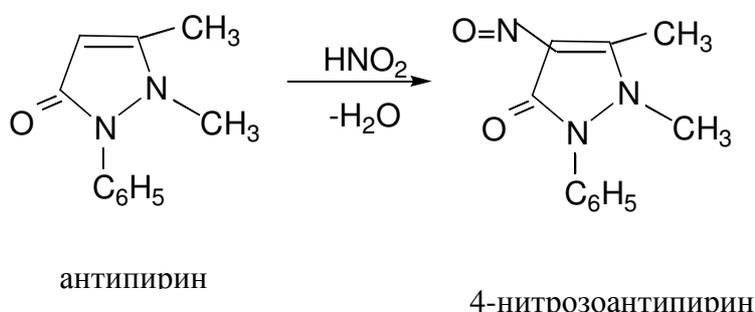


4. К 2-3 мл раствора пикриновой кислоты добавляют 0,3-0,5 мл раствора хинолина. Сразу образуется осадок пикрата хинолина.

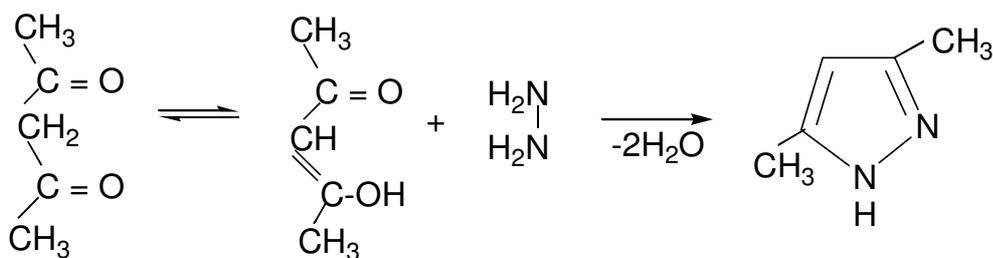
Опыт №8. Качественные реакции обнаружения антипирина

В две пробирки поместите несколько кристалликов антипирина и 2-3 мл воды. В первую пробирку добавьте 1 каплю хлорида железа(III), во вторую – 1 каплю 10 %- ного раствора серной кислоты и 1 каплю 5 %- ного раствора нитрита натрия. В пробирках наблюдается характерное окрашивание.

В первой пробирке появляется красное окрашивание вследствие образования комплексного соединения состава $3C_{11}H_{12}ON_2 \cdot 2FeCl_3$. Во второй пробирке появляется зеленое окрашивание вследствие образования нитроантипирина.



Лабораторная работа № 14. «Синтез 3,5-диметилпиразола»



Реактивы: ацетилацетон – 1 г ; гидразин (83 % водный раствор) – 0,4 мл; этиловый спирт – 6 мл; изопропиловый спирт – 5 мл.

Приборы и посуда: круглодонная колба на 100 мл; холодильник Либиха; алонж; приемник; колба Вюрца.

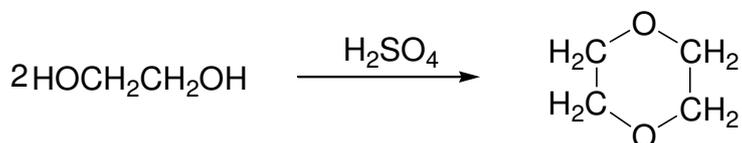
Работу проводят в резиновых перчатках и под тягой!

Гидразин ядовит!

В круглодонную колбу помещают 1 г ацетилацетона, 6 мл этилового спирта, 0,4 мл 83 % гидразина. Реакционную смесь кипятят один час,

колбу охлаждают. Потом собирают прибор для отгонки спирта: колбу Вюрца, водяной холодильник, алонж, приемник. Отгоняют этиловый спирт. Образующийся осадок отфильтровывают, перекристаллизовывают из изопропилового спирта. Выход 50-60 %.

Лабораторная работа №15. «Синтез 1,4-диоксана»



Реактивы: этиленгликоль – 12,5 г (11,3 мл); серная кислота ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) – 2 г (1,2 мл); карбонат калия (безводный); гидроксид калия; металлический натрий.

Посуда и оборудование: колба круглодонная на 100 мл; делительная воронка; термометр, дефлегматор с насадкой; холодильник Либиха; колба Вюрца; приемник.

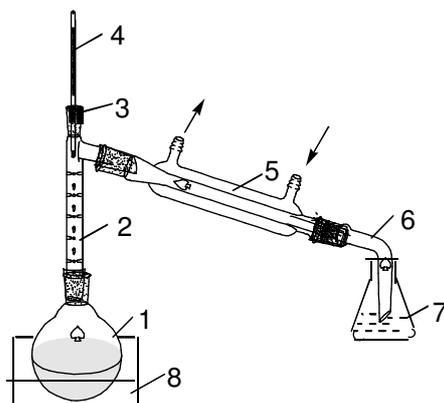


Рис. 25. Установка для синтеза 1,4-диоксана:

1 – реакционная колба; 2 – дефлегматор; 3 насадка Вюрца; 4 – термометр; 5 – холодильник Либиха; 6 – алонж; 7 – приемник; 8 – песчаная баня.

Работу проводить в вытяжном шкафу!

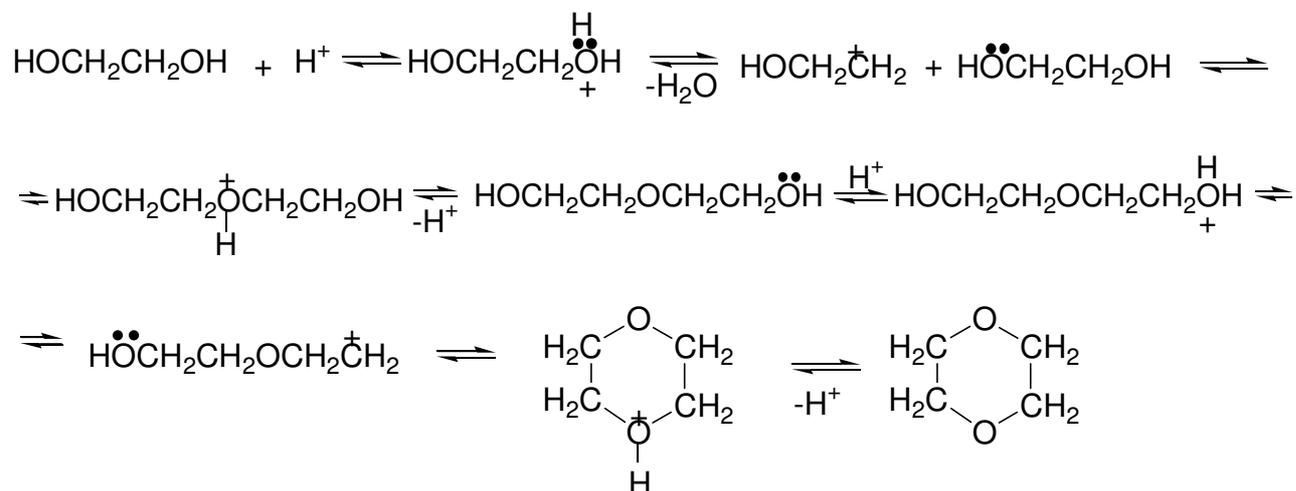
В круглодонную колбу, снабженную дефлегматором с насадкой и термометром и нисходящим холодильником, помещают 11,3 мл этиленгликоля и 1,2 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое **осторожно** нагревают до кипения на песчаной бане. Через некоторое время начинается отгонка продукта реакции в интервале $84-102^\circ\text{C}$. Отгонку следует вести медленно. Нагревание заканчивается, как только реакционная масса начнет сильно чернеть и вспениваться при температуре 102°C . К дистилляту добавляют карбонат калия до образования двух слоев. Верхний слой (диоксан) отделяют в делительной воронке и сушат сначала прокаленным карбонатом калия, а затем гидроксидом калия для удаления образующегося в качестве побочного продукта уксусного альдегида. Высушенный продукт перегоняют из колбы Вюрца над маленьким кусочком металлического натрия, собирая фракцию с температурой кипения $100-103^\circ\text{C}$. Выход 5 г

1,4-Диоксан – бесцветная жидкость, смешивается с водой, этанолом, эфиром. Т.кип. 101,3⁰С, т. пл. 11,7⁰С. $\rho_4^{20} = 1,0337$; $n_D^{20} = 1,4224$.

Спектр ЯМР: синглет 3,56 м.д.

Хроматография: пластинки: «Силуфол». Система: петролейный эфир - этилацетат – ледяная уксусная кислота (17:2:1). $R_f = 0,4$.

Механизм реакции

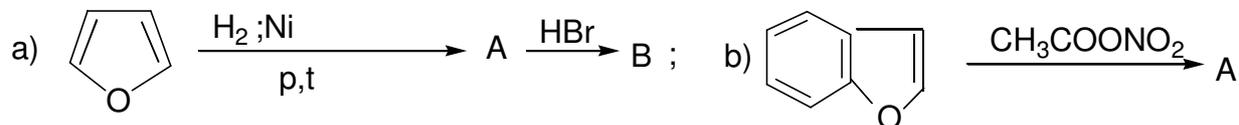


Контрольные вопросы по теме: «Гетероциклические соединения»

1. Охарактеризуйте электронное и пространственное строение пяти и шестичленных гетероциклов, их ароматический характер.
2. Охарактеризуйте природу гетероатомов "пиррольного" и "пиридинового" типов.
3. Какова реакционная способность пяти- и шестичленных гетероциклов? (Поясните ее на примерах реакций электрофильного и нуклеофильного замещения).
4. С помощью перегонки с водяным паром из продуктов кислотного гидролиза полисахаридов шелухи семян овса было выделено соединение А, имеющее состав $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_2$ и содержащее в спектре ПМР два сигнала: 7,38 и 6,30. Соединение А вступает в реакцию Канниццаро. Один из продуктов этой реакции подвергается декарбоксилированию в кислой среде при температуре 200-205⁰С с образованием прозрачной жидкости с т. кип. 31-32⁰С, напоминающей по запаху хлороформ. Установите строение соединения А и напишите схемы описанных превращений.
5. Л. Кнорр в 1883 году провел реакцию конденсации ацетоуксусного эфира с фенилгидразином при нагревании, продукт реакции обработал метилиодидом в щелочной среде и получил соединение с т. пл. 113⁰С, обладающее жаропонижающими свойствами. При взаимодействии с азотистой кислотой оно образует соединение изумрудно-зеленого цвета. Какое соединение синтезировал Л.Кнорр? Напишите схему проведенного синтеза.

6. Опишите механизм сульфирования пиррола специфическими реагентами – пиридинсульфотриоксидом и диоксандисульфотриоксидом. Почему пиррол нельзя сульфировать серной кислотой?

7. Приведите строение промежуточных и конечных продуктов в следующих схемах превращений:



8. Охарактеризуйте основные и нуклеофильные свойства пиридина.

9. При нитровании пиридина смесью нитрата натрия и серной кислоты при температуре 300°C получается 3-нитропиридин с выходом 4,55%. При нитровании 2,6-диметилпиридина той же смесью реагентов при температуре 100°C выход моонитропроизводного составляет 81%. Почему нитрование 2,6-диметилпиридина протекает в более мягких условиях и приводит к большему выходу моонитропроизводного? Напишите схему реакций.

10. Предложите пути получения 2-амино- и 3-аминопиридинов, исходя из пиридина. Какое из этих аминопроизводных синтезируются по реакции Чичибабина?

11. Напишите схему реакции пиперидина с *m*-бромонитробензолом. Какие свойства проявляет пиперидин в этой реакции? Какими факторами объясняется уменьшение скорости реакции (в 35 раз), если в качестве субстрата использовать 4-бром-3,5-диметилнитробензол?

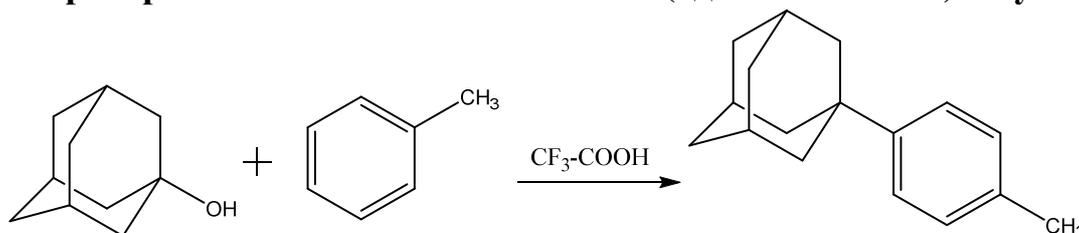
12. Перечислите способы получения и охарактеризуйте свойства хинолина и изохинолина.

13. Как происходит восстановление (гидрирование) пиридина?

14. Охарактеризуйте строение и свойства индола. Рассмотрите синтез индиго.

15. Рассмотрите синтез индиго. Что такое синее и белое индиго; кубовое крашение?

Лабораторная кислота № 16. «Синтез 4-(адамантан-1-ил)толуола»



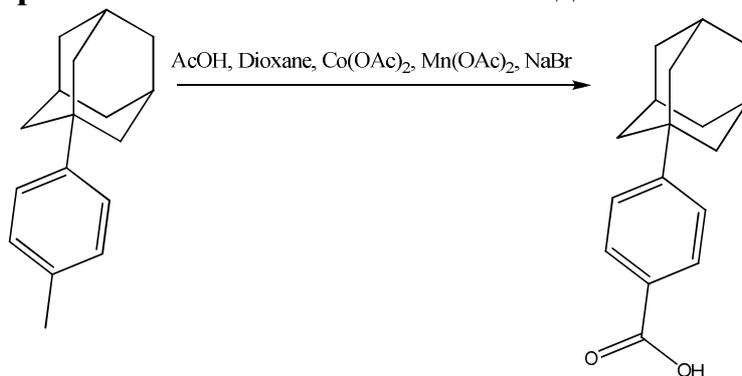
Реактивы: Адамантанол – 0,9 г; толуол – 0,62 мл; трифторуксусная кислота – 1,88 мл; этанол – 20 мл.

Посуда и оборудование: плоскодонная коническая колба на 25 мл; круглодонная колба на 50 мл; насадка Вюрца; холодильник Либиха; аллонж; магнитная мешалка.

Смесь 0,9 г 1-адамантанола, 0,54 г (0,62 мл) толуола и 1,88 мл (2,89 г) трифторуксусной кислоты выдерживают в закрытой колбе 12 ч при комнатной температуре. Выпавший осадок фильтруют и перекристаллизовывают из этанола. Выход 1,17 г (90%); т. пл. 98-99 °С. Работу следует проводить в вытяжном шкафу.

Структуру синтезированного соединения исследуют на хромато-масс спектрометре «Маэстро» (Agilent GC 7820A / MS 5975).

Лабораторная кислота № 17. «Синтез 4-адамантилбензойной кислоты»



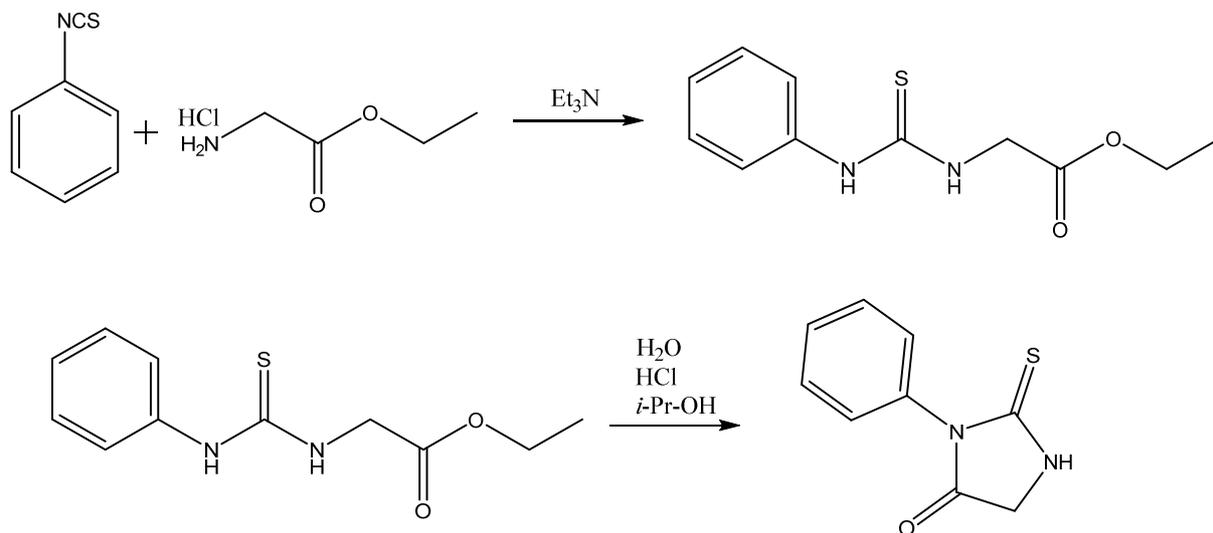
Реактивы: 4-(адамантан-1-ил)толуол – 1 г; ацетат кобальта – 0,05 г; ацетат марганца – 0,01 г; бромид натрия – 0,03 г; уксусная кислота 95% - 20 мл; диоксан – 2 мл; вода дистиллированная.

Посуда и оборудование: реактор трехгорлый на 100 мл; барботер; термометр; магнитная мешалка; насадка Вюрца; холодильник Либиха; аллонж; компрессор для подачи воздуха в барботер.

В трехгорлый реактор объемом 100 мл, снабженный магнитной мешалкой, термометром (после загрузки всех реагентов термометр должен касаться реакционной массы) и барботером, вносят 0,05 г Co(OAc)₂ (ацетата кобальта), 0,01 г Mn(OAc)₂ (ацетата марганца), 0,03 г NaBr, 1 г Ad-Ph-CH₃ (4-(адамантан-1-ил)толуол, адамантилтолуола, толиладамантана), 20 мл 95% уксусной кислоты и 2 мл 1,4-диоксана. Реакционную смесь нагревают до 90°C и в течение 5 часов пропускают воздух через барботер (при

помощи компрессора). По истечении 5 часов реакционную смесь охлаждают, отгоняют 15 мл растворителя и добавляют 10 мл холодной дистиллированной воды. Выпавшие кристаллы 4-адамантилбензойной кислоты отфильтровывают и промывают холодной водой.

Лабораторная кислота № 18. «Синтез 3-фенил-2-тиогидантоина»



Реактивы: фенилизотиоцианат – 1 г; гидрохлорид этилового эфира глицина – 1,05 г; триэтиламин – 1,5 г; диэтиловый эфир – 30 мл; изопрропиловый спирт - 15 мл; кислота соляная конц. – 10 мл; вода дистиллированная – 10 мл.

Посуда и оборудование: колба круглодонная на 100 мл; магнитная мешалка; насадка Вюрца; холодильник Либиха; аллонж, плитка электрическая.

Занятие 1 (4 акад. часа). В колбу объемом 100 мл, установленную на магнитной мешалке вносят фенилизотиоцианат, гидрохлорид этилового эфира глицина, триэтиламин и диэтиловый эфир. Смесь перемешивают при комнатной температуре до окончания занятия и оставляют в вытяжном шкафу.

Занятие 1 (4 акад. часа). Отгоняют эфир, после чего в колбу добавляют изопрропиловый спирт, соляную кислоту и воду. Колбу переносят на песчаную баню и кипятят реакционную массу в течение 2 часов. После охлаждения выпавшие кристаллы 3-фенил-2-тиогидантоина отфильтровывают. Выход 80%.

Список рекомендуемой литературы

11. Реутов О.А. и др. Органическая химия в 4-х частях. Часть 1. – М: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2017. - 568 с.
2. Реутов О.А. и др. Органическая химия в 4-х частях. Часть 2. – М: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2017. - 624 с.
3. Реутов О.А. и др. Органическая химия в 4-х частях. Часть 3. – М: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2017. - 544 с.
4. Реутов О.А. и др. Органическая химия в 4-х частях. Часть 4. – М: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2017. - 726 с.
5. Пресс И.А. Основы органической химии для самостоятельного изучения. – СПб: Лань, 2016. – 432 с.
6. Карлов С. И др. Задачи по общему курсу органической химии с решениями для бакалавров. – М; БИНОМ. Лаборатория знаний, 2016. – 496 с.
7. Петров А.А. и др. Органическая химия. – М: Альянс, 2015.- 624 с.
8. Грандберг И. и др. Практические работы и семинарские занятия по органической химии. – М.: Юрайт, 2017. – 349 с.
9. Сайкс П. Механизмы реакций в органической химии. Пер. с англ. Под ред. Я.М.Варшавского. – М.: Книга по требованию, 2012. – 318.
10. Курц А. Задачи по органической химии с решениями. - М: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2014. - 352 с.

Приложение 1
Плотность растворов некоторых кислот и щелочей при 20°C

Плотность г/мл	HCl		H ₂ SO ₄		HNO ₃		NaOH	
	массовая доля, %	концентрация, моль/л	массовая доля, %	концентрация, моль/л	массовая доля, %	концентрация, моль/л	массовая доля, %	концентрация, моль/л
1,01	2,3	0,65	1,7	0,18	2,16	0,35	1,0	0,24
1,02	4,4	1,23	3,2	0,34	3,98	0,64	1,9	0,49
1,04	8,5	2,42	6,2	0,66	7,53	1,24	3,7	0,97
1,06	12,5	3,64	9,1	0,99	10,97	1,85	5,6	1,47
1,08	16,5	4,88	12,0	1,32	14,31	2,45	7,4	1,99
1,14	28,2	8,81	20,0	2,33	23,94	4,33	12,8	3,65
1,18	36,2	11,73	25,2	3,03	30,00	5,62	16,4	4,85
1,20			27,7	3,39	32,94	6,27	18,2	5,48
1,24			32,6	4,12	39,02	7,68	21,9	6,79
1,28			37,4	4,88	45,27	9,195	25,6	8,18
1,32			42,0	5,65	51,71	10,83	29,1	9,66
1,36			46,3	6,42	58,78	12,68	33,1	11,2
1,40			50,5	7,21	66,97	14,88	37,0	12,9
1,44			54,5	8,00	76,71	17,53	41,0	14,8
1,48			58,3	8,80	89,07	20,92	45,2	16,7
1,51			61,08	9,40	99,26	23,79	48,38	18,3
1,52			62,0	9,61			49,4	18,8
1,56			65,6	10,4				
1,60			69,1	11,3				
1,70			77,6	13,5				
1,80			87,7	16,1				
1,835			95,7	17,9				

Приложение 2

Плотность растворов KOH

Плотность, г/мл	массовая доля, %	концентрация, моль/л	Плотность, г/мл	массовая доля, %	концентрация, моль/л	Плотность, г/мл	массовая доля, %	концентрация, моль/л
1,00	0,197	0,035	1,18	19,35	4,07	1,35	35,82	8,62
1,05	5,66	1,06	1,22	23,87	5,08	1,40	40,37	10,07
1,08	8,89	1,71	1,25	26,83	5,87	1,45	44,79	11,58
1,12	13,14	2,62	1,30	31,15	7,22	1,50	49,10	13,13
1,15	16,26	3,33	1,32	33,03	7,77	1,53	51,74	14,08

Физические константы органических соединений

Приложение 3

№	Соединение	Формула	Мол. масса	d	Т. пл.	Т. кип.	n _D ²⁰	Растворимость	
								в воде	в органических растворителях
1	Акролеин	CH ₂ =CH-CHO	56,06	0,841	-87,7	52,5	1,3998	40	сп.,э.
2	изо-Амиловый спирт	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH	88,15	0,812	-117,2	132	1,4058	2,6	сп. э. бз
3	Анилин	C ₆ H ₅ NH ₂	93,13	1,022	-6,2	184,4	1,5863	3,6 ¹⁸	сп. э. бз
4	Диметиланилин	C ₆ H ₅ N(CH ₃) ₂	121,18	0,956	2,5	192,5-193,5	1,5582	тр.р.	сп. э. бз
5	Антипирин (1-фенил-2,3-диметилпиразолон-5)	C ₁₁ H ₁₂ ON ₂	188,23	1,088 ¹¹³	113	319 (232мб)		р	сп. хл.
6	Ацетальдегид	CH ₃ CHO	44,05	0,783 ¹⁸	-123,5	20,8	1,3316	∞	сп. э. бз
7	Ацетанилид (антифебрин)	C ₆ H ₅ NHCOCH ₃	135,17	1,21 ⁴	114	305	-	0,56 ²⁵	сп. э. хл. мет.
8	Ацетилацетон	CH ₃ COCH ₂ COCH ₃	160,12	0,972 ²⁵	-23	139 (994мб)	1,4541 ¹⁷	17,6 ³⁰	сп. э. хл.
9	Ацетон	(CH ₃) ₂ CO	58,08	0,792	-94,6	56,5	1,3591	∞	сп. э. хл.
10	Бензальдегид	C ₆ H ₅ CHO	106,13	1,049	-26	179	1,5456	0,33	сп. э.
11	Бензиловый спирт	C ₆ H ₅ CH ₂ OH	108,14	1,045	-15,5	205-206	1,5396	4	сп. э. ац.
12	Бензойная кислота	C ₆ H ₅ COOH	122,12	1,266 ¹⁵	122,5	249,2		0,30 ; 5,9 ¹⁰⁰	сп. э. хл. мет. бз ац.
13	Бензол	C ₆ H ₆	78,11	0,879	5,5	80,1	1,5017	0,8	сп. э. ац. и др.
14	N-бутиланилин	C ₆ H ₅ NHC ₄ H ₉	149,24	0,932	14,4	240,9 (227)	1,5320		

15	Бутилацетат	$\text{CH}_3\text{COOC}_4\text{H}_9$	116,16	0,882	-76,8	124-126	1,3941	$0,5^{25}$	сп-∞ э- ∞
16	<i>n</i> -Бутиловый спирт	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$	74,12	0,810	-80	117,7	1,3991	9^{15}	сп. э.
17	<i>n</i> -Бутил бромистый	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{Br}$	137,03	1,299	-112,4	101,6	1,4398	$0,061/100^{30}$	сп. э. ац.
18	<i>n</i> -Гексан	C_6H_{14}	86,18	0,660	-95,3	68,7	1,3754	$0,014^{15,5}$	э.хл.сп.
19	Глицерин	$\text{CHOH}(\text{CH}_2\text{OH})_2$	92,10	1,260	17,9	290 разл.	1,4729	∞	сп. ∞
20	Диоксан	$(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_2$	88,1	1,0337	11,7	100,8		∞	∞э, ∞сп.
21	Малоновая кислота	$\text{HOOCCH}_2\text{COOH}$	104,06	$1,631^{15}$	135,6	разл.		138^{16}	сп. э. мет.
22	D-Маннит	$(\text{CH}_2\text{OH})_2(\text{CHOH})_4$	182,18	1,489	166,1	$295^{2,5}$		$15,6^{18}$	сп-0,06 ¹⁴ э- н.р.
23	Молочная кислота (dl)	$\text{CH}_3\text{CHOHCOOH}$	90,08	$1,249^{15}$	16,8	122 (18,7мб)	1,4414	∞	сп ∞
24	Муравьиная кислота	HCOOH	46,03	1,220	8,6	100,8	1,3714	∞	сп. э.
25	β-Нафтол	$\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}$	144,17	$1,217^4$	123	286	-	$0,074^{25}$	сп. э. бз. хл.
26	<i>n</i> - Нитро- ацетанилид	$\text{C}_6\text{H}_4(\text{NO}_2)\text{NHCOCH}_3$	180,0		207-208			тр.р.	сп.э
27	<i>m</i> -Нитро- бензальдегид	$\text{m}-(\text{NO}_2)\text{C}_6\text{H}_4\text{CHO}$	151,0		58				
28	Нитробензол	$\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$	123,11	1,203	5,7	210,9	1,5524	0,19	сп. э. бз
29	<i>m</i> -Динитробензол	$(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_4$	168,12	1,575	89,8	301		$0,047^{15}$	бз.э.сп.хл.тол
30	2,4-Динитро- фенилгидразин	$(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{NH-NH}_2$	109,15	-	194-198 разл.	взр.	-	н.р.	тр.р.сп,н.р в э. р.этац.
31	изо-Пропиловый спирт	$(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$	60,10	0,789	-88,5	82,2	1,3776	∞	сп. э. бз
32	Пикриновая кислота	$(\text{NO}_2)_3\text{C}_6\text{H}_2\text{OH}$	229,11	1,763	121,8	>300 взр.		$1,4$ $6,8^{100}$	4,91сп, 1,43э р.бз
33	Пиридин	$\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$	79,10	0,982	-42	115,6	1,5092		сп. э. бз
34	Пиррол	$\text{C}_4\text{H}_5\text{N}$	67,00	0,967		130-131	1,5035	н	сп. э. бз. хл

35	Сульфаниловая кислота	$\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$	173,19	-	288разл			1,09,6,67 ¹⁰⁰	тр.р.-
36	Толуол	$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$	92,14	0,867	-95	110,6	1,4969	0,047 ¹⁶	сп. э. бз. хл.
37	Уксусная кислота	CH_3COOH	60,05	1,049	16,7	118,1	1,3698 ²⁵	∞	сп. э. и др.
38	Уксусный ангидрид	$(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$	102,09	1,082	-78,3	140,0	1,3901	разл.	э. бз
39	Уротропин (гексаметилен-тетрамин)	$(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$	140,19	-	возг.	разл.		150	сп.
40	Фенилгидразин	$\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH}_2$	108,14	1,098	23	241разл	1,6081	12,6	сп. э. бз. хл
41	Фенол	$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$	94,11	1,071 ²⁵	43	181,2	1,5403 ⁴⁵	8,2 ¹⁵	сп. э.. хл
42	Формальдегид	HCHO	30,03	0,815 ²⁰ ж	-92	-21		х.р.	э.
43	Фталевый ангидрид	$\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO})_2\text{O}$	148,12	1,527 ⁴	131,6	285 возг.		тр.р	сп.
44	Фталимид	$\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO})_2\text{NH}$	147,13		238	возг.		0,06 ²⁵	гор.укс.к.
45	Фуран	$\text{C}_4\text{H}_4\text{O}$	68,08	0,940		32	1,4216	н	сп. э..
46	Фурфурол	$\text{C}_4\text{H}_3\text{O}-\text{CHO}$	96,09	1,159	-38,7	161,7	1,5261	9,1 ¹³	сп. э..
47	Хинолин	$\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$	129,16	1,095	-15	237,7	1,6268	6	сп. э..ац.
48	Хлороформ	CHCl_3	119,38	1,489	-63,5	61,2	1,4464 ¹⁸	1,0 ¹⁵	сп. э. бз. ац.
49	Щавелевая кислота	$\text{HOOC}-\text{COOH}$	90,04	1,900	189,5	возг>100		8,6	сп. э..
50	Этилацетат	$\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$	88,11	9,901	-82,4	77,15	1,3722	8,6	сп.э.
51	Этилен	$\text{CH}_2=\text{CH}_2$	28,05	1,260 кг/м ³	-169,2	-103,7		25 ⁰ см ³	сп. э..
52	Этиленгликоль	$\text{CH}_2\text{OH}-\text{CH}_2\text{OH}$	62,07	1,114	-13,2	197,2	1,4319	∞	сп. мет...ац.укс.к
53	Этиловый спирт	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	46,07	0,789	-114	78,3	1,3614	∞	разн.
54	Диэтиловый эфир	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2-\text{CH}_3$	74,12	0,714	-116,3	34,6	1,3542 ¹⁷	7,5	сп. хл. бз.
55	Янтарная кислота	$\text{HOOC}(\text{CH}_2)_2\text{CO}-\text{OH}$	118,09	1,564 ¹⁶	99-100	140разл.	-	х.р.	сп. э..

Обозначения: ац.-ацетон; бз.-бензол; мет.-метанол; сп.-этиловый спирт; тол.-толуол; хл.- хлороформ; укс.- уксусная кислота; этац.- этилацетат; э- диэтиловый эфир; Растворимость веществ дана при 20⁰С ; если показано– 1,0¹⁵- это значит : при 15⁰С растворяется 1 г вещества в 100 г растворителя; тр. р.-трудно растворимо; х.р.-хорошо растворимо; р.-растворимо. Давление в бар или мбар.

Физические константы неорганических соединений

Приложение 4

№	Формула	Название	Мол. масса	d	Т. пл.	Т. кип.	Растворимость		
							в воде		в органических растворителях
							20 ⁰ С	100 ⁰ С	
1	AgCl	Хлорид серебра	143,32	5,56	455	1550	1,5•10 ⁻⁴	0,0022	-
2	AgNO ₃	Нитрат серебра	169,87	4,35	210	разл.	218	1024	э.гл.сп.мет.
3	AlCl ₃	Хлорид алюминия	133,34	2/44	190	возг.	46	разл.	э.аб.сп.хл.
4	Ba(OH) ₂ •8H ₂ O	Гидроксид бария, гидрат	315,48	2,2	обезв.		5,64	94,74 ⁸⁰	тр.р.сп.
5	Br ₂	Бром	159,82	3,102 ²⁵	-7,3	57,9; 58,8	хол.3,58 ²⁰	гор.-реак	в.р.сп;хл.э.СS ₂
6	CaC ₂	Карбид кальция	64,10	2,22	1900		разл.		
7	CO ₂	Оксид углерода (IV)	44,01	1,977 кг/м ³	-56	возг.	88,0см ³	44 ⁵⁰ см ³	э..сп
8	CaCO ₃	Карбонат кальция	100,09	2,7	разл.		тр.р.	тр.р.	-
9	CaCl ₂	Хлорид кальция	110,99	2,51	772	1600	74,5	159	ац. сп. укс.к.
10	CuSO ₄	Сульфат меди (2+)	159,60	3,6	200	разл.	20,7	75,4	мет.
11	CuSO ₄ •5H ₂ O	Сульфат меди (2+), гидрат	249,68	2,29	обезв.	-	31,6 ⁰	203,3	мет.
12	H ₃ BO ₃	Ортоборатная кислота	61,83	1,44	разл.		5	40,3	гл.э.сп.

13	HBr	Бромоводород	80,92	3,5 г/м ³	-88	-67	210 г (10 ⁰)	171 г ⁵⁰	сп.
14	HCl	Хлороводород	36,46	1,64 г/м ³	-112	-84	72,1	56,1 г ⁶⁰	сп. э. бз.
15	HNO ₃	Нитратная (азотная) кислота	63,01	1,51	-41	разл.	∞	∞	э.
16	H ₂ SO ₄	Сульфатная(серная) кислота	98,08	1,84	10,45	разл.	∞	∞	бз. сп.
17	KBr	Бромид калия	119,01	2,75	728	1376	65,8	105	сп. гл.
18	K ₂ Cr ₂ O ₇	Бихромат калия	294,19	2,69	398	разл.	13	102	-
19	KHSO ₄	Гидросульфат калия	136,17	2,2	210	разл.	51,4	121,6	-
20	KMnO ₄	Перманганат калия	158,04	2,7	разл.	-	6,4	25 ⁶⁵	мет. ац.
21	KOH	Гидроксид калия	56,11	2,04	360	1324	112	178	сп. э. мет.
22	NH ₂ -NH ₂	Гидразин	32,05	1,01	1,4	113,5	х.р.	х.р.	сп.
23	NH ₂ -NH ₂ •H ₂ O	Гидразин гидрат	50,06	1,03	-52	118			сп.
24	NH ₃	Аммиак	17,03	0,771 г/м ³	-77,?	-33,35	51,1 г	23 г ⁵⁰	сп. э. мет.
25	Na	Натрий	22,99	0,9725 ⁰	97,5	877; 900	реаг.	реаг.	реаг. сп.; н.р э.
26	NaNO ₂	Азотистокислый натрий	69,00	2,17	271	разл.	84,5		э.мет.ац.сп.
27	NaCl	Хлорид натрия	58,44	2,16	800	1440	36	39,1	гл.
28	Na ₂ Cr ₂ O ₇ •2H ₂ O	Бихромат натрия, гидрат	298,00	2,5	-	-	238 ⁰	508 ⁸⁰	-
29	NaHSO ₃	Гидросульфит натрия	104,06	1,48	разл.	-	х.р.	х.р.	-
30	Na ₂ SO ₄	Сернокислый натрий	142,04	2,7	885	разл.	19,4		

31	NaOH	Гидроксид натрия	40,00	2,13	318	1388	109	347	сп.гл.
32	CuSO ₄	Сернокислая медь	159,60	3,6	200	разд.	20,7		

Электронное учебное издание

Владимир Владимирович **Бурмистров**

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ХИМИИ ЦИКЛИЧЕСКИХ И
ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ**

Учебное пособие

Электронное издание сетевого распространения

Редактор Матвеева Н.И.

Темплан 2019 г. Поз. № 51.

Подписано к использованию 16.10.2019. Формат 60x84 1/16.

Гарнитура Times. Усл. печ. л. 3,5.

Волгоградский государственный технический университет.

400005, г. Волгоград, пр. Ленина, 28, корп. 1.

ВПИ (филиал) ВолгГТУ.

404121, г. Волжский, ул. Энгельса, 42а.