

В. Ф. Травень, А. Е. Щекотихин

ПРАКТИКУМ ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

3-е издание, электронное

Допущено

Учебно-методическим объединением
по классическому образованию в качестве учебного
пособия для студентов высших учебных заведений,
обучающихся по специальности 020201 —
фундаментальная и прикладная химия



Москва
Лаборатория знаний
2021

УДК 547 (075.8)
ББК 24.2я73
Т65

А

Серия основана в 2009 г.

Травень В. Ф.

Т65 Практикум по органической химии : учебное пособие / В. Ф. Травень, А. Е. Щекотихин. — 3-е изд., электрон. — М. : Лаборатория знаний, 2021. — 595 с. — (Учебник для высшей школы). — Систем. требования: Adobe Reader XI ; экран 10". — Загл. с титул. экрана. — Текст : электронный.

ISBN 978-5-00101-083-8

Практикум включает прописи синтезов более 300 органических соединений всех классов веществ. Даны ссылки на литературные источники, из которых заимствована пропись соответствующего органического соединения, а также источники с информацией о других методах его синтеза. Приведены сведения об утилизации растворителей и побочных продуктов. Особый акцент сделан на новейших методиках синтеза органических соединений, в том числе тех, которые разработаны в соответствии с принципами «зеленой» химии.

Данное учебное пособие подготовлено в комплекте с учебником (В. Ф. Травень «Органическая химия») и задачником (В. Ф. Травень, А. Ю. Сухоруков, Н. А. Пожарская «Задачи по органической химии») с учетом требований, предъявляемых к содержанию учебных изданий двухуровневой системы высшего образования.

Для студентов, аспирантов и преподавателей химических факультетов университетов и химико-технологических вузов.

**УДК 547 (075.8)
ББК 24.2я73**

Деривативное издание на основе печатного аналога: Практикум по органической химии : учебное пособие / В. Ф. Травень, А. Е. Щекотихин. — 3-е изд. — М. : Лаборатория знаний, 2021. — 592 с. : ил. — (Учебник для высшей школы). — ISBN 978-5-00101-378-5.

В соответствии со ст. 1299 и 1301 ГК РФ при устранении ограничений, установленных техническими средствами защиты авторских прав, правообладатель вправе требовать от нарушителя возмещения убытков или выплаты компенсации

ISBN 978-5-00101-083-8

© Лаборатория знаний, 2015

А

Содержание

ПРЕДИСЛОВИЕ	9
ЧАСТЬ I. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА И МЕТОДЫ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ	
<i>Раздел 1. БЕЗОПАСНАЯ РАБОТА В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ</i> ...	12
1.1. Общие правила работы в лаборатории	13
1.2. Меры предосторожности при работе с едкими и ядовитыми веществами.	14
1.3. Меры предосторожности при работе со стеклом	14
1.4. Меры предосторожности при работе с бромом.	16
1.5. Меры предосторожности при работе с натрием	16
1.6. Меры предосторожности при работе со ртутью	17
1.7. Меры предосторожности при работе с легковоспламеняющимися веществами и горючими жидкостями	18
1.8. Тушение местного возгорания	19
1.9. Доврачебная помощь при ожогах.	19
<i>Раздел 2. ЛАБОРАТОРНАЯ ПОСУДА И ПРИБОРЫ</i>	21
2.1. Посуда, наиболее часто применяемая в лаборатории органической химии.	21
2.2. Типовые приборы для проведения реакций.	24
<i>Раздел 3. ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ.</i> ПРИНЦИПЫ «ЗЕЛЕННОЙ ХИМИИ».	30
3.1. Перемешивание.	31
3.2. Нагревание.	34
3.3. Охлаждение.	37
3.4. Методы сушки веществ.	39
3.4.1. Высушивание жидкостей.	39
3.4.2. Сушка твердых веществ.	42
3.4.3. Получение и осушка газов.	43
3.5. Экстракция	46
3.6. Перегонка.	48
3.6.1. Перегонка при атмосферном давлении	49
3.6.2. Перегонка с водяным паром	53
3.6.3. Фракционная перегонка	57
3.6.4. Ректификация.	59
3.6.5. Перегонка в вакууме.	61
3.7. Перекристаллизация.	64
3.7.1. Выбор растворителя для перекристаллизации	65
3.7.2. Порядок работы при проведении перекристаллизации	67
3.8. Возгонка.	71
3.9. Отгонка растворителей	73

3.9.1. Отгонка диэтилового эфира и других легколетучих растворителей	75
3.9.2. Отгонка растворителей в вакууме	77
3.9.3. Упаривание водных растворов	78
3.10. Хроматография	78
3.10.1. Тонкослойная хроматография	81
3.10.2. Газожидкостная хроматография	89
3.10.3. Высокоэффективная жидкостная хроматография	94
3.10.4. Препаративная колоночная хроматография	98
3.11. Химические методы разделения смесей веществ и их очистки	106
3.12. Принципы «зеленой химии»	111
Раздел 4. МЕТОДЫ ИДЕНТИФИКАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И КОНТРОЛЯ ПРОТЕКАНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ	114
4.1. Определение температуры плавления	114
4.2. Определение температуры кипения	117
4.3. Определение показателя преломления	118
4.4. Поляриметрия	120
4.5. Идентификация новых органических соединений	123
4.6. Методы контроля протекания органических реакций	123
Раздел 5. ДЛЯ УГЛУБЛЕННОГО ИЗУЧЕНИЯ	125
5.1. Методы проведения реакций в безводной и инертной среде	125
5.1.1. Сушка лабораторной посуды и сборка установки для проведения синтеза	126
5.1.2. Приборы для проведения реакций в инертной атмосфере	127
5.1.3. Методы работы с реагентами, чувствительными к влаге и кислороду воздуха	130
5.2. Техника полумикрометодов органического синтеза	135
ЧАСТЬ II. ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА И КОНТРОЛЬ РАБОТ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ	
Раздел 1. ПРАВИЛА ВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА	142
Раздел 2. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ МЕТОДАМ ВЫДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И ИДЕНТИФИКАЦИИ ВЕЩЕСТВ	149
Раздел 3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ И КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ПО ОБЩИМ МЕТОДАМ ВЫДЕЛЕНИЯ, ОЧИСТКИ И ИДЕНТИФИКАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ	153
Работа 1. Качественный анализ смеси веществ методом тонкослойной хроматографии	153
Работа 2. Перегонка и определение температуры кипения неизвестного вещества	155
Работа 3. Перекристаллизация неизвестного вещества	157
ЧАСТЬ III. СИНТЕТИЧЕСКИЕ РАБОТЫ	
Раздел 1. АЛКАНЫ	160
Работа 4. Пентан	160
Раздел 2. АЛКЕНЫ	164

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

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

Раздел 18. АМИНОКИСЛОТЫ	390
Работа 75. <i>L</i> -N-трет-Бутоксикарбонилфенилаланин	390
Раздел 19. УГЛЕВОДЫ	394
Работа 76. 1,2,3,4,6-Пента-О-ацетил- α -D-глюкопираноза	394
Работа 77. 1,2:5,6-Ди-О-изопропилиден- α -D-глюкофураноза	397

ЧАСТЬ IV. «ЗЕЛЕННЫЕ» СИНТЕЗЫ

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

ЧАСТЬ V. СИНТЕЗЫ ДЛЯ УГЛУБЛЕННОГО ИЗУЧЕНИЯ

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

Работа 96. Этилбензол. Вариант 2 (реакция Вюрца–Фиттига)	482
<i>Раздел 6. ЭЛЕМЕНТООРГАНИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	485
Работа 97. Фенилборная кислота	485
Работа 98. Тиофен-2-карбоновая кислота	491
Работа 99. Этил(трифенилфосфораниден)ацетат	495
Работа 100. Диэтилбензилфосфонат (реакция Арбузова)	498
<i>Раздел 7. ПРОСТЫЕ ЭФИРЫ</i>	501
Работа 101. Фенетол (синтез Вильямсона)	501
<i>Раздел 8. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	506
Работа 102. Этиловый эфир коричной кислоты (реакция Виттига)	506
<i>Раздел 9. ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ</i>	509
Работа 103. Ацетоуксусный эфир (конденсация Кляйзена)	509
Работа 104. Бензоилацетон	512
<i>Раздел 10. СУЛЬФОКИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ</i>	516
Работа 105. N-(<i>трет</i> -Бутил)-2-гидрокси-2-фенилэтансульфамид	516
<i>Раздел 11. НИТРОСОЕДИНЕНИЯ</i>	522
Работа 106. 4-Нитрохлорбензол	522
Работа 107. 1-(4-Диметиламинофенил)-2-нитроэтилен (реакция Анри)	524
<i>Раздел 12. ДИАЗОСОЕДИНЕНИЯ</i>	528
Работа 108. Фторбензол (реакция Шимана)	528
Работа 109. Фенилгидразин	533
<i>Раздел 13. ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ</i>	538
Работа 110. 1,2,3,4-Тетрагидрокарбазол (реакция Фишера)	538
Работа 111. Изатин (метод Зандмейера)	541
Работа 112. 2,6-Диметил-3,5-диэтоксикарбонил-1,4-дигидропиридин (реакция Ганча)	546
Работа 113. Хинолин (реакция Скраупа)	549
<i>Раздел 14. АМИНОКИСЛОТЫ И ПЕПТИДЫ</i>	553
Работа 114. D,L-N-ацетилфенилаланин	553
Работа 115. Этиловый эфир глицина (гидрохлорид)	556
Работа 116. Этиловый эфир N- <i>трет</i> -бутоксикарбонилфенил- аланилглицина	560
<i>Приложение 1. ФИЗИОЛОГИЧЕСКОЕ ДЕЙСТВИЕ НЕКОТОРЫХ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ</i>	567
<i>Приложение 2. ХАРАКТЕРИСТИКИ РАСТВОРОВ НЕОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И ОСНОВАНИЙ</i>	570
<i>Приложение 3. КРАТКИЙ СПРАВОЧНИК ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ КОНСТАНТ ОРГАНИЧЕСКИХ И НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ, ИСПОЛЪЗУЕМЫХ В ПРАКТИКУМЕ</i>	574
<i>Приложение 4. СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ ДЛЯ ОБОЗНАЧЕНИЯ ЯМР-СИГНАЛОВ</i>	586
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	587
УКАЗАТЕЛЬ ПРОДУКТОВ	589