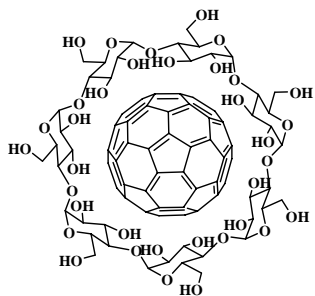


Биологи, медики



ПРОГРАММА ПРАКТИКУМА ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Цель практикума – научить студента основным навыкам экспериментальной работы и разнообразным приемам, применяемым в органической химии, познакомить с типовым лабораторным оборудованием и химической посудой, показать взаимосвязь и различия между теорией и практикой.

На первом занятии студенты знакомятся с основами техники безопасности и правилами работы в лаборатории синтетического профиля. Необходимо знать, как безопасно обращаться с концентрированными кислотами и щелочами, с щелочными и щелочно-земельными металлами. Особое внимание следует уделить правилам безопасной работы с горючими и легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ), мерам первой медицинской помощи при поражении кислотами и щелочами или при термических ожогах. Следует всё знать о наличии в лаборатории противопожарных средств и о способах (случаях) их применения. Студентов знакомят с мерами предупреждения несчастных случаев и порядком действия в критических ситуациях. Рассматриваются приемы оказания первой помощи при порезах, при отравлениях органическими и неорганическими веществами. На этом же занятии происходит знакомство с типами реакционных установок, на которых будут выполняться основные синтезы. Рассматриваются принципы правильного комплектования и сборки установок, объясняются меры безопасности при работе с пониженным давлением (перегонка веществ в вакууме), доводятся основные принципы проведения очистки веществ перекристаллизацией или перегонкой. Каждый студент после прохождения инструктажа по технике безопасности обязан расписаться в соответствующем журнале о том, что он прошел

первичный инструктаж на рабочем месте и готов к работе. Без персональной росписи студент к работе в лаборатории не допускается! Грубое нарушение правил техники безопасности влечет за собой отстранение от практикума или проведение внеочередного инструктажа. ***Помните, что от точного и аккуратного соблюдения требований ТБ и правильной работы на установке зависит не только успешное выполнение синтеза, но и ваше здоровье!***

В практикуме каждый студент должен выполнить 2-3 учебных синтеза по рекомендуемым методикам, после чего можно приступать к выполнению эксперимента по курсовой работы, который включает трёх- или двухстадийный синтез. Все синтезы (учебные и курсовые), которые студенту необходимо выполнить в практикуме, указывает преподаватель, общее их количество зависит от степени сложности. Каждый синтез студент проводит самостоятельно. Это касается подготовки (монтажа) реакционной установки, собственно проведения реакции, выделения продуктов превращения и определения их физико-химических констант. Не допускается коллективное выполнение синтеза. Принципиальные вопросы, возникающие по ходу синтеза, решаются непосредственно с преподавателем.

Каждый синтез, предложенный студенту, включает прохождение трех основных этапов: 1) собственно, сам синтез (подготовка реакционной установки и необходимых реагентов; проведение реакции в точном соответствии с методикой); 2) обработка реакционной смеси, выделение и очистка полученных продуктов; 3) идентификация продуктов (температура плавления или кипения, показатель преломления, хроматографические методы включая хроматомасс-спектрометрию) или установление их строения с помощью УФ-, ИК- и ЯМР-спектроскопии.

Прежде чем начать выполнение синтеза, следует ознакомиться с тем теоретическим разделом органической химии, который посвящен проводимому вами превращению. Во-первых, это необходимо для того, что иметь точные представления относительно механизма реакции, происходящей в вашем синтезе, и общих закономерностях протекания реакций подобного типа. Во-вторых, при сдаче синтеза преподавателю вам будут заданы контрольные вопросы, касающиеся возможных промежуточных и

побочных продуктов реакции, выбора оптимальных условий её проведения для предотвращения побочных процессов и т. п.

Далее следует внимательно ознакомиться с предложенной методикой проведения синтеза. В частности, необходимо точно рассчитать мольные соотношения реагентов и проверить, насколько эти соотношения соответствуют теоретическим представлениям о химическом превращении, которое вы планируете провести. Лучше считать, что в загрузках реагентов, приведенных в методике, возможны ошибки, а вы их пытаетесь выявить. До начала каждого синтеза студент дополнительно должен знать, на какой установке и как он будет проводить выделение и очистку полученного вещества. Необходимую информацию вы можете найти в пособии «Практикум по органической химии. Лабораторные работы» (авторы: Чибириев А.М., Резников В.А., изд-во НГУ, 2005).

Выполнению каждой синтетической работы предшествует беседа преподавателя со студентом о методе синтеза и свойствах целевого вещества, о возможных побочных продуктах и методе очистки, о правильности сборки реакционной установки, о мерах предосторожности при выполнении синтеза, о начальном количестве реагентов. Только после этого можно приступать к выполнению синтеза.

ПРИМЕРНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ УЧЕБНЫХ СИНТЕЗОВ

Целевое соединение	Литературный источник	Метод очистки
Адипиновая кислота	Чибириев, Резников, с.54	Кристаллизация
п-Бромацетанилид	Гинзбург, с.80; Методики НГУ, с.10.	Кристаллизация
Бутилтриэтиламмоний бромид	Чибириев, Резников, с.47	Кристаллизация
Гиппуровая кислота	Чибириев, Резников, с.89	Кристаллизация
<i>мезо</i> -2,3-Дибромянтарная кислота	Чибириев, Резников, с.41	Кристаллизация

Метилловый эфир <i>m</i> -нитробензойной кислоты	Чибирияев, Резников, с.35	Кристаллизация
6-Метилурацил	Чибирияев, Резников, с.117	Кристаллизация
<i>n</i> -Нитрозо- <i>N,N</i> -диметиланилин	Чибирияев, Резников, с.37	Кристаллизация
1-(Фенилазо)-нафтол-2	Чибирияев, Резников, с.64	Кристаллизация
Ацетоуксусный эфир	Чибирияев, Резников, с.99	Перегонка в вакууме
Ацетофенон	Чибирияев, Резников, с.31	Перегонка в вакууме
Бензальацетон	Голодников, Мандельштам, с.211	Перегонка в вакууме
Бутилфениловый эфир	Чибирияев, Резников, с.48	Перегонка в вакууме
Диэтиладипинат	Чибирияев, Резников, с.91	Перегонка в вакууме
Этилбензоат	Чибирияев, Резников, с.97	Перегонка в вакууме
1-Бромбутан	Чибирияев, Резников, с.45	Простая перегонка
Циклогексен	Чибирияев, Резников, с.53	Простая перегонка
Бутилацетат	Голодников, с.211	Простая перегонка
Бромистый этил	Гинзбург, с.73	Простая перегонка

ОФОРМЛЕНИЕ СИНТЕЗА В РАБОЧЕМ ЖУРНАЛЕ

Следующий этап – оформление работы. Студент, выполняющий учебные синтезы, обязан вести лабораторный журнал, который заполняется непосредственно по ходу синтеза с подробной записью всех операций.

Образец записи в рабочем журнале

Дата:

Название синтеза:

Литературный источник:

Основная реакция:

Побочные реакции:

Свойства и расчет количеств исходных веществ:

Название вещества	Молекулярная масса	Константы		Количество			Соотношение молей
		Т. кип. и (или) т. пл.	Плотность	Моль	Грамм	Миллилитр	

Теоретический выход продукта реакции: ...моль, г.

Выход вещества по методике: ...г (... %).

Характеристики продуктов реакции:

Название вещества	Литературные данные			Установлено в работе		
	М. в.	Т. кип. и (или) т. пл.	ρ^t (для жидких)	М. в.	Т. кип. и (или) т. пл.	ρ^t (для жидких)

Этапы синтеза (кратко, в виде плана).

Техника безопасности (на что следует обратить особое внимание).

Для заполнения табличных данных (молекулярная масса, температуры плавления или кипения, плотность, показатель

преломления) могут пригодиться приложения 4 и 5 вышеупомянутого пособия «Практикум по органической химии. Лабораторные работы».

После заполнения этих пунктов в рабочем журнале и беседы с преподавателем студенту даётся письменное разрешение на получение реактивов у лаборанта и начало работы.

Описание хода синтеза

Эта часть является одной из самых важных и составляется как можно подробнее, так, чтобы по ней другой человек мог бы воспроизвести ваш результат, ваш выход продукта, даже если этот продукт – не тот, который должен был получиться в данном синтезе. Описание выполненного синтеза должно быть более развернутым и точным, чем предложенная методика. Описываются отдельные операции и приемы, все наблюдаемые изменения, происходящие с реакционной смесью (продолжительность каждой стадии, разогрев, изменение окраски, образование осадка, расслоение, объём использованного промывочного раствора и т. д.), выделение и очистка продукта (количество экстракций и объём экстрагента, объём промывочных растворов, примерное количество осушителя, вес навески продукта и объём растворителя для перекристаллизации). Для перегонки указываются температурные интервалы нагрева бани и температура отбора фракций, давление в перегонной колбе (при перегонки в вакууме). При проведении тонкослойной хроматографии с образцом сравнения (с так называемым «свидетелем») приводится рисунок хроматограммы. Описывается выделенное соединение, что включает характеристику внешнего вида, температуру кипения и n_D^{20} (показатель преломления) для жидкостей или температуру плавления для твердых веществ, выход в граммах и в процентах до и после очистки.

Если студент имеет спектральные данные своего продукта, то их следует привести в таком виде: ИК-спектр (CCl_4), ν/cm^{-1} : 3310 ($\equiv\text{C}-\text{H}$); 1722 ($\text{C}=\text{O}$) и т.д. УФ-спектр (EtOH), $\lambda_{\text{max}}/\text{nm}$ ($\lg \epsilon$): 239 (3.83), 305 (3.08) и т.д. ПМР-спектр (CDCl_3 , δ , м.д., $J/\text{Гц}$): 1.00 (с, 3 H, CH_3); 4.77 (дд, 1 H, $J = 7.5$ и 3.5 , H^4) и т.д. или представить данные ПМР-спектра в виде отдельной таблицы с обязательным указанием химического сдвига сигнала (в м.д.), вид сигнала

(мультиплетность с указанием величины констант спин-спинового взаимодействия в Гц), интенсивность сигнала (в мм или количество протонов) и отнесение (какому атому соответствует данный сигнал).

После завершения синтеза и его оформления студент сдает работу преподавателю, предъявив полученное вещество в аккуратно подписанной склянке (для кристаллических веществ рекомендуется использовать бюксы или чашки Петри; для жидкостей – плоскодонные колбы со стеклянной или корковой пробкой) и описание хода синтеза в рабочем журнале со всеми необходимыми характеристиками, установленными для данного вещества. Синтезированное вещество затем сдается лаборанту или используется студентом в следующем синтезе. Преподаватель уточняет детали выполненного синтеза, задает контрольные вопросы, касающиеся механизма превращения и возможных побочных продуктов реакции, после чего выставляет баллы. Оценка работы (баллы) может быть снижена, если: а) конечный выход продукта отличается от выхода по методике более чем на 10%; б) физико-химические характеристики продукта значительно отличаются от табличных значений; в) в ходе выполнения синтеза студент не следовал точной прописи методики или нарушил требования правил техники безопасности. Если по конкретному синтезу студент набрал менее 50% баллов от максимально возможных, синтез не засчитывается и полностью переделывается.

ВЫПОЛНЕНИЕ КУРСОВОЙ РАБОТЫ

Курсовая работа имеет целью закрепление у студентов опыта самостоятельного выполнения органического синтеза, освоение физико-химических и спектральных методов установления строения неизвестного соединения, совершенствование навыков работы с учебной, научной и справочной литературой, отработка приемов представления материала в общепринятой форме научного отчета.

Курсовая работа включает выполнение двух больших блоков – составление обзора литературных данных по одной из тематик органической химии и синтетическая работа. Тему реферата (литературного обзора) и 2-3х-стадийный курсовой синтез студент

получает от преподавателя после выполнения и сдачи учебных синтезов.

Выполнение курсовой работы включает несколько этапов:

1-ый этап – выполнение 2-3х-стадийного органического синтеза по предложенной методике, выделение, очистку и идентификацию полученного вещества. По завершению этого этапа студент обязан сдать преподавателю полученное целевое вещество, индивидуальность и строение которого по возможности исчерпывающе подтверждены физико-химическими и хроматографическими методами, данными ИК-, УФ- и ПМР-спектроскопии.

2-й этап – самостоятельный поиск специализированной литературы (научной и учебной) по заданной теме, критическое рассмотрение и обобщение найденной информации и составление на её основе реферата. В реферате может быть рассмотрен тип и особенности данных реакций (или одной из тех, которые характеризуют одну из стадий экспериментальной работы), методы синтеза конкретного класса органических соединений, химические, биологические и другие свойства целевого вещества, области его практического применения. В исключительных случаях соответствующая литература может быть рекомендована преподавателем.

3-й этап – оформление курсовой работы в виде отчета по общепринятой форме: титульный лист, оглавление, введение, реферат (литературный обзор на заданную тему), обсуждение полученных результатов, экспериментальная часть (описание хода синтеза, выделения и очистки целевых продуктов, их физико-химические и спектральные характеристики), выводы и список литературы. Готовый отчет (курсовая работа) сдаётся преподавателю в установленный срок.

4-й (завершающий) этап – защита курсовой работы. На специальном занятии студент докладывает в течение 10-15 минут о полученных результатах, четко излагая суть работы и иллюстрируя свой доклад схемами и таблицами, затем отвечает на вопросы, касающиеся содержания его работы. Устное выступление и иллюстративный материал следует хорошо продумать и подготовить заранее. По усмотрению преподавателя в доклад может быть частично включен материал литературного обзора.

ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА ПО КУРСОВОЙ РАБОТЕ

Отчет по курсовой работе должен быть представлен в машинописном (предпочтительно) или рукописном виде на отдельных пронумерованных листах формата А4 объемом не менее 15 страниц. Сокращения слов в отчете, кроме общепринятых (например, *г*, *мл*, *ммоль*), не допустимы. Все соединения в работе необходимо называть по единым правилам в соответствии с требованиями номенклатуры ИЮПАК.

Отчет должен начинаться с титульного листа, оформленного по установленной форме, за которым следует оглавление отчета. К обязательным разделам отчета относятся:

Введение, в котором в краткой форме (не более 1 страницы) может сообщаться о некоторых полезных или выдающихся свойствах синтезируемого вещества и всего класса органических соединений, к которому оно относится, или может быть подчеркнуто значение данного типа реакций, обуславливающих проявляемый интерес к такого рода синтезам и целевым продуктам. Здесь же формулируется цель данной работы.

Реферат (литературный обзор) объемом не менее 5-6 страниц. При подборе литературы можно использовать монографии, обзорные и научные статьи, учебники. Следует обратить внимание на то, что литературный обзор не должен быть формальным перечислением найденной информации, сводкой просмотренной литературы. Литературные данные необходимо критически проанализировать и на их основе сформулировать заключение, которое отражает сравнительную оценку рассмотренных методов синтеза, типов реакций и т.п. Реферат может не быть исчерпывающим по данной теме, но он должен раскрывать суть поставленной проблемы, давать некоторые цельные (а не фрагментарные) представления по выбранной теме. Литературный обзор должен быть проиллюстрирован примерами и схемами соответствующих реакций, на которые в тексте должны быть ссылки. Все соединения и схемы должны иметь сквозную нумерацию.

Общая часть (обсуждение полученных результатов) должна содержать краткую постановку работы, сравнительный анализ

имеющихся в литературе методов синтеза (если этого не было сделано в реферате), обоснование выбора использованного в работе способа получения целевого соединения и/или исходных реагентов. Следует указать все схемы реакций и предполагаемый механизм превращения. Далее обсуждается все наиболее существенные сведения о выполненных экспериментах, запланированные изменения в прописи методики, замеченные отклонения от предполагаемого хода реакции (неконтролируемый рост температуры, сильное осмоление реакционной смеси, непредвиденное выпадение осадка и т.п.). Следует отдельно остановиться на идентификации и установлении строения полученного продукта, при необходимости провести сравнение физико-химических и/или спектральных характеристик вещества с литературными данными. Обсуждаются моменты в ходе синтеза, которые требовали особого внимания и контроля и несоблюдение которых могло привести (или привело) к снижению конечного выхода. По возможности общая часть тоже должна быть проиллюстрирована схемами соответствующих реакций, а все соединения и схемы, упомянутые в ней, должны иметь сквозную нумерацию, продолжающую нумерацию литературного обзора.

Экспериментальная часть должна начинаться с описания реакционной установки и других приборов, использованных в работе. Обязательно приведение в виде таблицы физико-химических характеристик исходных реагентов и способа их предреакционной подготовки (дополнительная очистка перекристаллизацией или перегонкой, измельчение, приготовление растворов определенной концентрации и т.п.). Затем приводится подробное описание хода синтеза целевых продуктов, полученных студентом, методика их выделения и очистки (обязательно указывая выход неочищенного продукта), а также физико-химические и спектральные характеристики. Оформление проводится по аналогии с «описанием синтеза в рабочем журнале». Если у студента имеются хроматограммы целевого соединения или промежуточных продуктов, либо их ИК-, УФ- и ПМР-спектры, распечатанные на отдельных листах, то эти листы оформляются в виде отдельного приложения и вкладываются в самый конец отчета по курсовой работе.

В *Выводах*, следующих за экспериментальной частью, в сжатом виде формулируются основные результаты выполненной работы, могут быть отмечены примененные студентом нововведения, которые упрощают начальную методику и приводят к увеличению выхода целевого продукта (изменение метода выделения или очистки, сокращение времени реакции, использование другого исходного реагента и т.п.).

Библиографии (списку цитируемой литературы), использованной при выполнении курсовой работы, является последним разделом и ему следует уделить особое внимание. Ниже приведены некоторые примеры оформления и написания литературных ссылок:

1. Колотыгина, И.О., Макарова, Н.В., Семенов, В.А., Каталитический синтез душистых веществ. // Росс. Хим. Ж. – 2002. – XLVIII. - № 6. - С. 39-50 (*статья из научного журнала*).

2. Erman, W.E., Chemistry of the Monoterpenes. An Encyclopedic Handbook. - Marcel Dekker. - New York. - 1985. - 592 p. (*монография*).

3. Карякин, Ю.В., Ангелов, И.И., Чистые химические вещества. - Москва. - «Химия». – 1974. - 325 с. (*книга*).

4. Органикум. Практикум по органической химии. - Москва. - «Мир». - 1979. - Т.1. - 350 с. (*многотомное издание*).

5. Лабораторные работы по органической химии./ под.ред. Гинзбурга О.Н., Петрова А.А. - Москва. - «Высшая школа». -1970. – 198 с. (*книга*).

6. Beilstein, - E II, - Bd. 14. - S. 203. (*справочное многотомное издание*).

Отчет сдается преподавателю не позднее, чем за три дня до назначенного срока защиты курсовой работы. Зачет не будет выставлен до момента сдачи оформленного отчета по курсовой работе, даже если студент защитил свою работу в устной форме.

После прохождения практикума студент может получить 160 баллов (максимально), из них 100 за курсовую работу и 60 баллов за учебные синтезы. При выполнении практикума ниже, чем на 50% от

максимального количества баллов, он не засчитывается, что автоматически влечёт за собой невыставление зачета по предмету «органическая химия» и недопуск к экзамену.

ЛИТЕРАТУРА К ПРАКТИКУМУ

1. Чибиряев А.М., Резников В.А. Практикум по органической химии. Лабораторные работы. / Новосибирск: изд-во НГУ, 2005.
2. Лабораторные работы по органической химии (методики). / Под ред. Мануйлова А.В., Новосибирск: изд-во НГУ, 1993.
3. Программа и некоторые методики к общему практикуму по органической химии. / Новосибирск: изд-во НГУ, 1974.
4. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С. Лабораторные работы в органическом практикуме. М.: Химия, 1974.
5. Лабораторные работы по органической химии. / Под ред. О.Ф. Гинзбурга. М.: Высш. шк., 1970.
6. Юрьев Ю.К. Практические работы по органической химии. / М.: Изд-во МГУ, 1957. Вып.2.
7. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия. / М.: Мир, 1999. 704 с.
8. Органикум. Практикум по органической химии. / М.: Мир, 1979. Т. 1, 2.
9. Голодников Г.В., Мандельштам Т.В. Практикум по органическому синтезу. / Л.: Изд-во ЛГУ, 1976.
10. Шарп Дж., Госни И., Роули А. Практикум по органической химии. / М.: Мир, 1993. 240 с.
11. Вейганд К., Хильгетаг Г. Методы эксперимента в органической химии. / М.: Химия, 1968. 994 с.
12. Грандберг И.И. Органическая химия. Практические работы и семинарские занятия. / М.: Дрофа, 2001.
13. Прянишников Н.Д. Практикум по органической химии. / М.: Госхимиздат, 1956.
14. Гаттерман Л., Виланд Г. Практические работы по органической химии. / М.: Госхимиздат, 1948. 5-е изд.
15. Губен И. Методы органической химии. / М.: ОНТИ, 1935. Т. 1-3.