

Критерием чистоты посуды может быть отсутствие запаха загрязняющих веществ и отсутствие капель воды на стенках посуды после ее ополаскивания: вода должна образовывать равномерную пленку на стенках посуды.

При мытье посуды следует соблюдать соответствующие меры безопасности, обусловленные работой с горючими растворителями, сильными окислителями, вредными загрязняющими веществами.

После мытья посуда может быть использована без последующего высушивания, если предстоящая работа связана с водными растворами.

**Сушка посуды.** В тех случаях, когда небольшие количества воды, остающиеся после мытья посуды, мешают осуществлению реакции или проведению той или иной операции, вымытая посуда должна быть хорошо высушена. С целью ускорения высушивания проводят в сушильном шкафу при температуре около 100°C или применяют струю сжатого воздуха, желательного подогретого. С этой целью резиновый шланг, на конце которого находится стеклянная трубка длиной до 20 см, подсоединяют к магистрали сжатого воздуха. Конец стеклянной трубки вставляют в высушиваемую посуду и через трубку пропускают воздух.

Быстро высушить посуду можно и другим способом, промывая ее низки кипящим растворителем, хорошо растворяющим воду, например ацетоном. После этого через посуду следует пропустить струю воздуха до полного удаления паров растворителя.

#### 4. Схемы приборов для выполнения синтезов и общие правила их сборки

Для проведения синтезов с целью разделения и очистки продуктов реакции существуют общепринятые или специфические приборы, схемы которых приведены на рис. 23–25, а также в ч. 2. Правильно и аккуратно собранная установка обеспечивает безопасное и успешное проведение эксперимента.

Отдельные части установки закрепляют на штативах. **Лабораторный штатив** состоит из массивной чугунной подставки прямоугольной формы и винченного в нее железного стержня. Штатив снабжен набором муфт, лапок, колец. **Муфта** имеет два взаимно перпендикулярных крепежных отверстия с прорезями. Через одно из них она с помощью винта крепится к штативу, причем надевается на штатив таким образом, чтобы открытая

часть отверстия для штатива была обращена к работающему, а открытая часть второго отверстия – вверх. В прорезь второго отверстия муфты вставляется лапка (или кольцо), которая закрепляется винтом. **Лапка** должна быть снабжена прокладкой (резиновой, кожаной и т. п.), чтобы избежать непосредственного контакта закрепляемой стеклянной посуды с металлом.

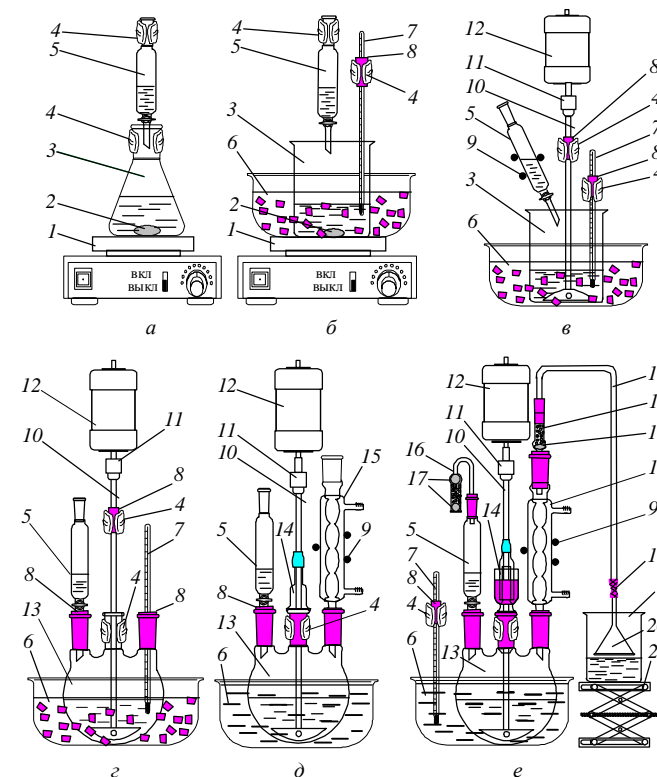


Рис. 23. Схемы приборов для осуществления реакций с перемешиванием:  
 1 – магнитная мешалка; 2 – железный стержень в полимерной капсуле;  
 3 – коническая колба или стакан; 4 – малая лапка с резиновыми прокладками;  
 5 – капельная воронка; 6 – баня для охлаждения или нагревания; 7 – термометр;  
 8 – резиновая пробка с отверстием; 9 – большая лапка; 10 – мешалка; 11 – муфта,  
 соединяющая вал моторчика с мешалкой; 12 – моторчик; 13 – трехгорлая колба;  
 14 – затвор для мешалки; 15 – обратный холодильник; 16 – хлоркальциевая трубка;  
 17 – ватный тампон; 18 – изогнутая трубка; 19 – шланг, соединяющий изогнутую  
 трубку и химическую воронку; 20 – химическая воронка; 21 – подставка

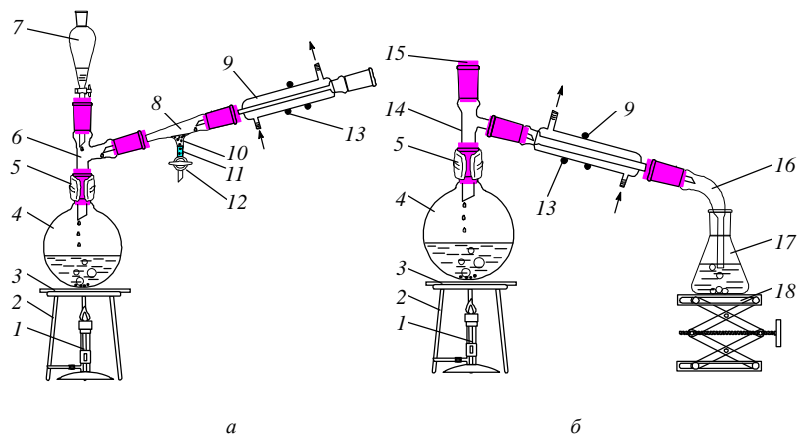


Рис. 24. Схемы приборов для осуществления обратимых реакций:

- 1 – газовая горелка; 2 – треножник; 3 – металлическая сетка;  
 4 – одnogорлая колба; 5 – малая лапка с резиновыми прокладками; 6 – двурогий форштосс; 7 – капельная воронка; 8 – ловушка для воды; 9 – холодильник Либиха;  
 10 – органическая фаза; 11 – водная фаза; 12 – кран; 13 – большая лапка;  
 14 – насадка Вюрца; 15 – резиновая пробка; 16 – алонж; 17 – коническая колба;  
 18 – подставка

Для соединения отдельных частей установок друг с другом используются **пробки** (резиновые, корковые, пластмассовые). Размер пробки подбирается по номеру, который соответствует внутреннему диаметру закрываемой горловины посуды. При выборе типа пробки необходимо учитывать устойчивость материала пробки к действию агрессивных сред. Так, например, резиновые пробки легко набухают в парах органических растворителей, подвергаются разрушению под действием нитрующей смеси. Корковые пробки устойчивы по отношению к органическим растворителям, но мало устойчивы к действию кислот и щелочей. В пробках с помощью специальных сверл вырезаются отверстия, отвечающие диаметру вставляемых в него термометра, стеклянных трубок и др.

Для гибкого соединения отдельных частей приборов, отвода и улавливания газообразных продуктов, подачи и отвода воды в холодильниках и других целей чаще всего используются резиновые **шланги** диаметром 5 или 7 мм с толщиной стенок 2 мм. В вакуумных установках

необходимо использовать специальные толстостенные (4–6 мм) резиновые шланги, что исключает слипание резины при создании пониженного давления.

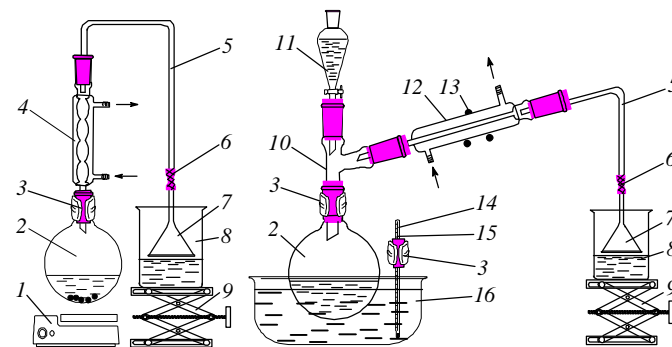


Рис. 25. Схемы приборов для осуществления реакций с улавливанием газообразных продуктов:

- 1 – электроплитка; 2 – круглодонная колба; 3 – малая лапка с резиновыми прокладками;  
 4 – обратный холодильник; 5 – изогнутая трубка; 6 – шланг, соединяющий изогнутую трубку и химическую воронку; 7 – химическая воронка; 8 – химический стакан;  
 9 – подставка; 10 – двурогий форштосс; 11 – капельная воронка; 12 – холодильник Либиха; 13 – большая лапка; 14 – термометр; 15 – резиновая пробка с отверстием;  
 16 – водяная баня; 17 – хлоркальциевая трубка; 18 – ватный тампон

При сборке приборов нужно руководствоваться следующими правилами:

– вначале следует подобрать всю необходимую посуду, убедиться в ее чистоте; подобрать пробки и другие соединительные элементы; установить муфты, лапки, кольца на штативах;

– для работы при пониженном давлении, с агрессивными веществами, а также при повышенных требованиях к чистоте синтезированных веществ необходимо подобрать посуду на шлифах;

– сборку установки начинать **снизу от уровня нагревательного прибора** либо сосуда с охлаждающей смесью;

– термометры, капельные воронки, дефлегматоры, мешалки, обратные холодильники укрепляют на штативах строго вертикально, а нисходящие холодильники – наклонно по одной линии с отводами колб Вюрца без перекосов или напряжения стеклянных частей прибора;

– отдельные части прибора следует соединять осторожно, чтобы избежать их поломки;

– при соединении частей установок с помощью резиновых пробок вначале отверстие пробки следует смазать глицерином (за исключением случаев, когда в реакции используется нитрующая смесь); надевать и вынимать пробку следует осторожно, медленно ее вращая, при этом необходимо держать руки возможно ближе к месту соединения;

– при надевании резинового шланга на стеклянные части приборов внутреннее отверстие шланга следует смочить водой или глицерином;

– необходимо помнить, что при нагревании стекло расширяется, поэтому не следует зажимать лапки слишком сильно;

– закончив сборку **установки, работающей при атмосферном давлении**, необходимо убедиться, что **прибор имеет сообщение с атмосферой**; в противном случае выделение газов в процессе реакции или последующее нагревание приведет к повышению давления в приборе, в результате чего может произойти взрыв;

– по окончании сборки прибора следует: а) приготовить необходимые для синтеза реагенты; б) осуществить загрузку веществ в соответствии с проведенными расчетами и только после этого можно **с разрешения преподавателя включать нагревательные приборы**.

Особенности и порядок сборки приборов, применяемых при осуществлении конкретных операций и приемов, рассмотрены в соответствующих разделах гл. 8.

## Глава 10. СИНТЕЗЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕАКЦИЙ ЭЛЕКТРОФИЛЬНОГО ЗАМЕЩЕНИЯ В АРОМАТИЧЕСКОМ РЯДУ

### 1. Реакция нитрования

#### *Контрольные теоретические вопросы к беседе по синтезу*

1. Назовите субстрат, используемый в синтезе. Оцените его реакционную способность в реакции нитрования и склонность к окислению. Поясните природу активирующего (или дезактивирующего) влияния заместителя в субстрате исходя из особенностей строения и стабильности интермедиата, возникающего в лимитирующей стадии процесса.

2. Какой нитрующий агент используется в синтезе? Каким образом из него генерируется активный электрофил? Сопоставьте активность всех известных Вам нитрующих агентов. Сопоставьте условия нитрования бензола и нитруемого соединения (концентрацию кислот, молярное соотношение кислот, продолжительность реакции). Поясните роль серной кислоты (если она используется) в реакции нитрования ароматических соединений. Мешает ли вода протеканию реакции?

3. Используется ли растворитель в синтезе? Если да, то какова его роль?

4. При какой температуре проводится реакция? Сравните с бензолом. К каким нежелательным последствиям приведет нарушение указанного температурного режима? Каким образом поддерживается необходимая температура в синтезе?

5. Какие побочные превращения протекают наряду с основной реакцией? Какие условия проведения реакции им способствуют? Можно ли избежать протекания побочных реакций?

#### *Синтез № 1. Нитробензол*

##### *Реактивы*

##### *Посуда*

- |  |                                 |
|--|---------------------------------|
| 1. Бензол – 19,5 г                             | 1. Круглодонная колба           |
| 2. Азотная кислота ( $d = 1,4$ г/мл) – 25 мл   | 2. Термометр                    |
| 3. Серная кислота ( $d = 1,84$ г/мл) – 32,5 мл | 3. Воздушный холодильник        |
| 4. Натрий-гидроксид                            | 4. Делительная воронка          |
| 5. Кальций-хлорид                              | 5. Колба Вюрца с низким отводом |
|  | 6. Коническая колба – 4 шт.     |