




МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП Химия


(подпись) А.А. Капустина
«26» июня 2015г. (Ф.И.О. рук. ОП)

«УТВЕРЖДАЮ»
Заведующая кафедрой
общей, неорганической и
элементоорганической химии

А.А. Капустина
(подпись) (Ф.И.О. зав. каф.)
«26» июня 2015г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ
Практикум по органической химии

Направление подготовки 04.03.01 Химия. Фундаментальная химия.

Программа подготовки: академический бакалавриат

Форма обучения очная

курс 4 семестр 8
лекции ___ час.
практические занятия _____ час.
лабораторные работы 77 час.
в том числе с использованием МАО лек. ___ /пр. ___ /лаб. ___ час.
в том числе в электронной форме лек. 0 /пр. 0/лаб.0 час.
всего часов аудиторной нагрузки 77 час.
в том числе с использованием МАО 0 час.
самостоятельная работа 67 час.
в том числе на подготовку к экзамену 45 час.
курсовая работа / курсовой проект ___ не предусмотрены ___ семестр
зачет _____ семестр
экзамен 8 семестр

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта высшего образования, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 12.03.2015 № 210

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры органической химии, протокол № 696 (13/15) от « 28 » мая 2015г.

Заведующий(ая) кафедрой органической химии д.х.н., профессор Акимова Т.И.
Составитель (ли): д.х.н., профессор, зав.кафедрой органической химии Акимова Т.И.

Оборотная сторона титульного листа РПУД

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 200 г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись)

Акимова Т.И.

(И.О. Фамилия)

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 200 г. № _____

Заведующий кафедрой _____

(подпись)

Акимова Т.И.

(И.О. Фамилия)

Аннотация к рабочей программе учебной дисциплины «Практикум по органической химии»

Дисциплина «Практикум по органической химии» разработан для студентов направления 04.03.01- Химия, профиль «Фундаментальная химия» в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта высшего образования, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 12.03.2015 № 210.

Дисциплина входит в вариативную часть учебного плана, дисциплины по выбору: Б1.В.ДВ.4.3. Трудоемкость дисциплины 4 зачетных единиц (144 часов). Дисциплина включает 77 часов лабораторных занятий и 67 часа самостоятельной работы, из которых 22 часа отводится на экзамен. Реализуется в 8 семестре.

Дисциплина «Практикум по органической химии» базируется на знаниях студентов по дисциплинам "Органическая химия", "Механизмы реакций и стереохимия", "Органический синтез", «Физико-химические методы исследования органических соединений».

В состав практикума входят лабораторные работы, построенные по принципу исследовательских работ. Содержание дисциплины охватывает следующий круг вопросов: поиск литературных сведений о синтезе и свойствах веществ (в том числе по электронной базе Reaxys) в соответствии с заданной темой исследования; синтез исходных веществ по известным методикам; проведение исследовательских экспериментальных работ по заданной тематике; получение новых веществ, установление их строения и стереохимии физико-химическими методами; обсуждение полученных результатов.

Целью практикума является совершенствование навыков химического эксперимента, основных синтетических методов получения органических соединений и физико-химических методов их исследования.

Задачи практикума:

1. Совершенствование экспериментальных навыков синтеза и анализа химических веществ.
2. Обучение методам отбора и анализа материала для лабораторных работ.
3. Приобретение умения проводить обработку результатов химических экспериментов.
4. Получение экспериментального задела для выпускной квалификационной работы.

Для успешного освоения дисциплины «Практикум по органической химии» у обучающихся должны быть сформированы следующие предварительные компетенции:

– Умение планировать и выполнять эксперимент в соответствии с целями и задачами исследования;

- Обсуждать полученные результаты;
- Анализировать литературные источники;
- Делать выводы из эксперимента.

Планируемые результаты обучения по данной дисциплине (знания, умения, владения), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы, характеризуют этапы формирования следующих компетенций (общекультурные/ общепрофессиональные/ профессиональные компетенции (элементы компетенций)):

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-2 владением навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	Знает	-методы поиска литературных источников и -методы работы с научной литературой; -методы органического синтеза, -методы исследования химических веществ
	Умеет	-пользоваться источниками информации по каталогам и электронным базам данных; -синтезировать и исследовать органические соединения по известным методикам, -осуществлять эксперимент по выделению, очистке и установлению строения полученных соединений
	Владеет	- начальными навыками экспериментальной работы в химической лаборатории; -начальными навыками химических расчетов; -начальными навыками исследования веществ .
ОПК-6 Знание норм техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях	знает	-нормы техники безопасности и правила работы в химической лаборатории; -правила обращения с органическими веществами и ЛВЖ; -приемы оказания первой помощи и правила поведения в критических ситуациях.
	умеет	-Планировать безопасный эксперимент; -Осуществлять безопасный лабораторный эксперимент, соблюдая правила безопасности.
	владеет	-Навыками безопасной экспериментальной работы в химической лаборатории; -Навыками оказания первой помощи в критических ситуациях (пожар, взрыв и др.)
ПК-2 владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии	знает	-Теоретические и экспериментальные основы синтеза органических соединений; -Методику элементного анализа органических соединений; - Физико-химические методы установления строения органических соединений.

	умеет	- Проводить научное исследование в соответствии с поставленной целью и задачами; -осуществлять теоретические исследования в области химии органических соединений; -осуществлять практические работы в области синтеза и исследования органических соединений
	владеет	- навыками проведения теоретических исследований в области химии органических соединений ; -навыками практической работы в области синтеза и исследования органических соединений

Для формирования вышеуказанных компетенций в рамках дисциплины «Практикум по органической химии» применяются следующие методы активного/ интерактивного обучения: научно-исследовательский семинар; групповые дискуссии по результатам научно-исследовательской работы.

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Не предусмотрена учебным планом.

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Структура практикума(77 часов).

1. Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ (6 час.).

1. Техника безопасности.
2. Техника лабораторных работ.
3. Ведение лабораторного журнала.

Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов (12 час.)

1. Очистка растворителей.
2. Перекристаллизация твердых веществ.

Занятия №№ 4-8. Синтез исходных веществ для получения целевого соединения(30 час.)

1. Проведение синтезов по известным методикам.
2. Очистка полученных веществ

Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств нового соединения (24 часов).

1. Подбор условий синтеза.
2. Выделение и очистка полученных продуктов.
3. Установление строения физико-химическими методами.

Занятие № 13. Защита проекта (5 часов).

1. Коллективное обсуждение результатов проведенного исследования.

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Практикум по органической химии» представлено в Приложении 1 и включает в себя:

план-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине, в том числе примерные нормы времени на выполнение по каждому заданию;

характеристика заданий для самостоятельной работы обучающихся и методические рекомендации по их выполнению;

требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы;

критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

IV. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала. Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов. Занятия №№ 4-8. Синтез исходных веществ для получения целевого	ОПК-2	Знает	Проверка готовности к лабораторной работе №1. (ПР -6). Вопросы по очистке веществ №№1-4 Ведение лабораторного журнала	Экзаменационные вопросы №№1 – 8
			Умеет	Проверка отчета по лабораторной работе №1 (ПР -6). Вопросы по очистке веществ №№5-9	Экзаменационные вопросы №№9 – 13

	соединения Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств целевого соединения.		Владеет	Групповая дискуссия (УО-4).	Экзаменационные вопросы №№14 – 18
2.	Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала. Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов. Занятия №№ 4-8. Синтез исходных веществ для получения целевого соединения Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств целевого соединения..	знанием норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях (ОПК-6)	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №2-8. Проверка отчетов по лабораторным работам №№2-8 (ПР - б). Тестовый контроль. Вопросы по очистке веществ №№10-14	Экзаменационные вопросы №№19-23
			Умеет	Выполнение лабораторных работ № 2-8 и подготовка отчета по ним. (ПР -6). Собеседование (УО-1).	Экзаменационные вопросы №№19-25
			Владеет	Групповая дискуссия. (УО-4).	Экзаменационные вопросы №№26-28
3	Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала. Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов. Занятия №№ 4-8.	владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2)	Знает	Проверка готовности к лабораторной работе №9-12. Вопросы по очистке веществ №№15-20	Экзаменационные вопросы №№16-28
			Умеет	Проверка отчетов по лабораторным работам №9-12 (ПР-12, ПР -6). Вопросы по очистке веществ	Экзаменационные вопросы №№16 – 28.

Синтез исходных веществ для получения целевого соединения Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств целевого соединения. Занятие № 13. Защита проекта.		№№18-22	
	Владеет	Групповая дискуссия (УО-4).	Экзаменационные вопросы №№16 – 28

Типовые контрольные задания, методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений и навыков и (или) опыта деятельности, а также критерии и показатели, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы, представлены в Приложении 2.

V. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература

(электронные и печатные издания)

1. Смит, В. А. Основы современного органического синтеза / В.А. Смит, А.Д. Дильман. – М.: Бином, 2009. – 750 с.
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:266520&theme=FEFU>
2. 1,5-Дикарбонильные соединения в органическом синтезе / [В. И. Высоцкий, В. А. Каминский, Т. И. Акимова и др. ; науч. ред. : В. И. Высоцкий, В. Л. Новиков] ; ДВФУ, Школа естественных наук, Кафедра органической химии. – Владивосток: Изд-во Дальневосточного федерального ун-та, 2014. – 390 с.
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:796367&theme=FEFU>
3. Андин, А.Н. Вопросы и задачи по органическому синтезу / А.Н. Андин. – Владивосток: Изд-во Дальневост. ун-та, 2009. – 68 с.
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:281822&theme=FEFU>
4. Шабаров Ю. С. Органическая химия [Электронный ресурс] : учебник. — Электрон. дан. — СПб. : Лань, 2011. — 848 с. — Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=4037 — Загл. с экрана
5. Березин, Д.Б. Органическая химия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Д.Б. Березин, О.В. Шухто, С.А. Сырбу [и др.]. — Электрон. дан. — СПб. : Лань, 2014. — 238 с. — Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=44754 — Загл. с экрана.

6. Резников, В.А. Сборник задач и упражнений по органической химии [Электронный ресурс] : учебное пособие. — Электрон. дан. — СПб. : Лань, 2014. — 286 с. — Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=44763 Загл. с экрана.

Дополнительная литература:

1. Органикум: В 2-х томах, пер. с немец. // Москва: Мир, 2008. – Т. I – 504 с. Т. II – 488 с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:37338&theme=FEFU>

2. Каминский, В. А. Органическая химия: учебное пособие / В. А. Каминский. - Владивосток : Изд-во Дальневост. ун-та, 2004. - 594 с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:7298&theme=FEFU>

3. Органическая химия: учебник: в 4-х кн. / О.А. Реутов, А.Л. Курц, К.П. Бутин - М.: БИНОМ, Лаборатория знаний .-2007.-567с. – Кн.1-4. http://lib.dvfu.ru:8080/search/query?term_1=%D0%9E%D1%80%D0%B3%D0%B0%D0%BD%D0%B8%D1%87%D0%B5%D1%81%D0%BA%D0%B0%D1%8F+%D1%85%D0%B8%D0%BC%D0%B8%D1%8F:++%D0%9E.%D0%90. +%D0%A0%D0%B5%D1%83%D1%82%D0%BE%D0%B2&theme=FEFU

4. Сильверстейн, Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений // Р. Сильверстейн. М.: Бином. Лаборатория знаний, 2011. – 557с. <http://www.twirpx.com/file/287937/>

5. Либ, Г. Синтез органических препаратов из малых количеств веществ / Г. Либ.- СПб. : Госхимиздат, 2012.- 164 с., доступно по адресу <http://www.twirpx.com/file/75387/>

6. Тоукач Ф.В. Спектроскопия ЯМР в органической химии. Копии лекционных слайдов, методические материалы, задания для самопроверки. ИОХ им Н.Д. Зелинского РАН, Центр ЯМР Высший Химический Колледж РАН 1996. <http://nmr.ioc.ac.ru/Staff/ToukachPV/rus/nmrcours.htm>

7. Степин, Б.Д. Техника лабораторного эксперимента в химии // Б.Д. Степин. М.: Химия, 1999.- 600 с. books4study.org.ua/kniga1970.html

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. Reaxys [Электронный ресурс] / Разработчик : Elsevier.— Режим доступа: <https://www.elsevier.com/solutions/reaxys> . – Загл. с экрана.

2. Scopus [Электронный ресурс] / Разработчик : Elsevier.— Режим доступа: <https://www.scopus.com> . – Загл. с экрана.

3. Web of Science [Электронный ресурс] / Разработчик : Thomson Reuters.— Режим доступа: <http://login.webofknowledge.com/error/Error?PathInfo=%2F&Alias=WOK5&Domai>

n=.webofknowledge.com&Src=IP&Params=%26Error%3DClient.NullSessionID&RouterURL=http%3A%2F%2Fwww.webofknowledge.com%2F&Error=IPError

4. <http://e.lanbook.com/>
5. <http://www.studentlibrary.ru/>
6. <http://znanium.com/>
7. <http://www.nelbook.ru/>

VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Практикум строится по методу проектов. Каждый студент получает индивидуальное задание по получению и исследованию органического соединения. На последнем занятии проводится коллективное обсуждение полученных результатов, защита проекта. Оценивается уровень знаний студентов, уровень их специальной эрудиции, уровень владения материалом. Для выполнения задания студент должен:

1. Изучить литературу по теме исследования. Проанализировать её и отобрать необходимые для исследования источники.
2. Подготовить необходимые реактивы.
3. Синтезировать необходимые исходные вещества.
4. Синтезировать соединения в соответствии с темой исследования.
5. Провести химический и физико-химический анализ полученных соединений.
6. Обсудить полученные результаты.
7. Оформить работу в письменном виде.

Рекомендации по планированию и организации времени, отведенного на изучение дисциплины

Время, отведённое на самостоятельную работу, должно быть использовано обучающимся планомерно в течение семестра.

Планирование – важнейшая черта человеческой деятельности. Для организации учебной деятельности эффективным вариантом является использование средств, напоминающих о стоящих перед вами задачах, и их последовательности выполнения. В роли таких средств могут быть ИТ-технологии (смартфоны, планшеты, компьютеры и т.п.), имеющие приложения/программы по организации распорядка дня/месяца/года и сигнализирующих о важных событиях, например, о выполнении заданий по дисциплине «Практикум по органической химии».

Регулярность – первое условие поисков более эффективных способов работы. Рекомендуется выбрать день/дни недели для регулярной подготовки по дисциплине «Практикум по органической химии», это позволит морально настроиться на выполнение поставленных задач, подготовиться к ним и

выработать правила выполнения для них, например, сначала проработка материала лекций, чтение первоисточников, затем выделение и фиксирование основных идей. Рекомендуемое среднее время два часа на одно занятие.

Описание последовательности действий, обучающихся при изучении дисциплины

В соответствии с целями и задачами дисциплины студент изучает на занятиях и дома разделы лекционного курса, готовится к практическим занятиям, проходит контрольные точки текущей аттестации, включающие разные формы проверки усвоения материала (собеседование, тестирование и др.).

Освоение дисциплины включает несколько составных элементов учебной деятельности:

1. Внимательное чтение рабочей программы учебной дисциплины (помогает целостно увидеть структуру изучаемых вопросов). В ней содержится перечень контрольных испытаний для всех разделов и тем, включая экзамен; указаны сроки сдачи заданий, предусмотренных учебной программой курса дисциплины «Практикум по органической химии».

2. Неотъемлемой составной частью освоения курса является посещение лекций и их конспектирование. Глубокому освоению лекционного материала способствует предварительная подготовка, включающая чтение предыдущей лекции, работу с учебниками.

3. Регулярная подготовка к практическим занятиям и активная работа на них, включающая:

- повторение материала лекции по теме;
- знакомство с планом занятия и списком основной и дополнительной литературы, с рекомендациями по подготовке к занятию;
- изучение научных сведений по данной теме в разных учебных пособиях;
- чтение первоисточников и предлагаемой дополнительной литературы;
- посещение консультаций с целью выяснения возникших сложных вопросов при подготовке к практическим занятиям.

4. Подготовка к экзамену (в течение семестра), повторение материала всего курса дисциплины.

Рекомендации по работе с литературой

Изучение дисциплины следует начинать с проработки тематического плана лекций, уделяя особое внимание структуре и содержанию темы и основных понятий. Изучение «сложных» тем следует начинать с составления логической схемы основных понятий, категорий, связей между ними. Целесообразно прибегнуть к классификации материала, в частности при изучении тем, в которых присутствует большое количество незнакомых понятий, категорий,

теорий, концепций, либо насыщенных информацией типологического характера.

При работе с литературой обязательно выписывать все выходные данные по каждому источнику. Можно выписывать кратко основные идеи автора и иногда приводить наиболее яркие и показательные цитаты (с указанием страниц). Ищите аргументы «за» или «против» идеи автора.

Чтение научного текста является частью познавательной деятельности. Ее цель – извлечение из текста необходимой информации. От того на сколько осознанна читающим собственная внутренняя установка (найти нужные сведения, усвоить информацию полностью или частично, критически проанализировать материал и т.п.) во многом зависит эффективность осуществляемого действия.

Используйте основные установки при чтении научного текста:

1. информационно-поисковая (задача – найти, выделить искомую информацию);

2. усваивающая (усилия читателя направлены на то, чтобы как можно полнее осознать и запомнить как сами сведения излагаемые автором, так и всю логику его рассуждений);

3. аналитико-критическая (читатель стремится критически осмыслить материал, проанализировав его, определив свое отношение к нему);

4. творческая (создает у читателя готовность в том или ином виде – как отправной пункт для своих рассуждений, как образ для действия по аналогии и т.п. – использовать суждения автора, ход его мыслей, результат наблюдения, разработанную методику, дополнить их, подвергнуть новой проверке).

Для работы с научными текстами применяйте следующие виды чтения:

1. библиографическое – просматривание карточек каталога, рекомендательных списков, сводных списков журналов и статей за год и т.п.;

2. просмотрное – используется для поиска материалов, содержащих нужную информацию, обычно к нему прибегают сразу после работы со списками литературы и каталогами, в результате такого просмотра читатель устанавливает, какие из источников будут использованы в дальнейшей работе;

3. ознакомительное – подразумевает сплошное, достаточно подробное прочтение отобранных статей, глав, отдельных страниц, цель – познакомиться с характером информации, узнать, какие вопросы вынесены автором на рассмотрение, провести сортировку материала;

4. изучающее – предполагает доскональное освоение материала; в ходе такого чтения проявляется доверие читателя к автору, готовность принять изложенную информацию, реализуется установка на предельно полное понимание материала;

5. аналитико-критическое и творческое чтение – два вида чтения близкие между собой тем, что участвуют в решении исследовательских задач. Первый из них предполагает направленный критический анализ, как самой информации, так и способов ее получения и подачи автором; второе – поиск тех суждений, фактов, по которым или в связи с которыми, читатель считает нужным высказать собственные мысли.

Основным для студента является изучающее чтение – именно оно позволяет в работе с учебной литературой накапливать знания в профессиональной области.

При работе с литературой можно использовать основные виды систематизированной записи прочитанного:

1. Аннотирование – предельно краткое связное описание просмотренной или прочитанной книги (статьи), ее содержания, источников, характера и назначения.

2. Планирование – краткая логическая организация текста, раскрывающая содержание и структуру изучаемого материала.

3. Тезирование – лаконичное воспроизведение основных утверждений автора без привлечения фактического материала.

4. Цитирование – дословное выписывание из текста выдержек, извлечений, наиболее существенно отражающих ту или иную мысль автора.

5. Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

МАО учебным планом не предусмотрены

Подготовка к лабораторным занятиям.

Задание на дом к лабораторному занятию №1

Просмотреть материал лекций, учебника, монографии, посвященный способам синтеза исходных веществ,

--Обратить внимание на механизмы реакций, лежащих в основе синтезов.

-Подготовиться к получению допуска к лабораторным работам по всем пунктам, указанным в рекомендации (см. ниже).

Изучить методику синтеза и схему реакции одного из веществ по указанию преподавателя.

Задание на дом к лабораторным занятиям №2-3

Просмотреть материал учебных пособий по подготовке исходных веществ для синтезов: очистке растворителей, перегонке жидких и перекристаллизации твердых веществ. Повторить описания техники эксперимента (см. приведенную ниже ссылку на учебное пособие).

Задание на дом к лабораторным занятиям №4-8

Просмотреть материал методического пособия, изучить известные методики синтеза заданных веществ, способы их очистки. Подготовиться к выполнению лабораторной работы по синтезу одного из веществ по указанию преподавателя. Повторить описания техники эксперимента (см. приведенную ниже ссылку на учебное пособие).

Задание на дом к лабораторным занятиям № 9-12

Используя литературные данные, представить план синтеза нового соединения с указанием подбора условий реакции. Продумать все возможные направления синтеза, предложить наиболее рациональный и надежный. Подготовиться к выполнению экспериментальных работ по синтезу целевого вещества.

Занятие № 13. Защита проекта (5 часов).

1. Коллективное обсуждение результатов проведенного исследования.

Задание на дом к занятию №13

1. Решить вопрос о последовательности изложения темы.

2. Подготовить презентацию и ответы на вопросы по исследованной теме.

Учебное пособие к лабораторным работам находится в Приложении 3
Акимова, Т.И. Лабораторные работы по органической химии. Учебное пособие // Т.И. Акимова, Л.Н. Дончак, Н.П. Багрина.- Владивосток: Изд-во Дальневост. Ун-та, 2005. – 156 с.

Подготовка к экзамену

В процессе подготовки к экзамену, следует ликвидировать имеющиеся пробелы в знаниях, углубить, систематизировать и упорядочить знания. Особое внимание следует уделить организации подготовки к экзаменам. Для этого важны следующие моменты - соблюдение режима дня: сон не менее 8 часов в сутки; занятия заканчивать не позднее, чем за 2-3 часа до сна; прогулки на свежем воздухе, неутомительные занятия спортом во время перерывов между занятиями. Наличие полных собственных конспектов лекций является необходимым условием успешной сдачи экзамена. Если пропущена какая-либо лекция, необходимо ее восстановить, обдумать, устранить возникшие вопросы, чтобы запоминание материала было осознанным. Следует помнить, что при подготовке к экзаменам вначале надо просмотреть материал по всем вопросам сдаваемой дисциплины, далее отметить для себя наиболее трудные вопросы и обязательно в них разобраться. В заключение еще раз целесообразно повторить основные положения.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Лабораторные работы выполняются в типовой химической лаборатории органического синтеза, снабженной вытяжной системой, химической посудой, химическими реактивами, учебно-научным и научным оборудованием в соответствии с реализуемой учебной тематикой лаборатории.

Химическая лаборатория. Стандартный набор оборудования химических лабораторий: реактивы, стеклянная посуда, весы, плитки, рефрактометры, рН-метры, ротор-испаритель. Спектрометр ядерного магнитного резонанса высокого разрешения AVANCE 400МГц (Bruker); жидкостной хроматограф 1200 Agilent Technologies. США; жидкостной хроматограф 1100 Agilent Technologies. США; газовые хроматографы 6890 с детектором 5975N; газовый хроматограф 6890 с детектором 5973N, газовый хроматограф 6850 с пламенно –ионизационным детектором и детектором по теплопередачи; ИК-Фурье спектрофотометр Vertex 70 с приставкой комбинационного рассеивания RAM II и ИК- микроскопом Hyperion 1000 (Bruker); ИК-Фурье спектрометр Spectrum BX (PerkinElmer), двухлучевой сканирующий спектрофотометр УФ\видимого диапазона Cintra 5 (JVC Scientific equipment), анализатор углерода, водорода и азота(Thermo finnigan), микроволновая система Discoveri, а также иное научное оборудование в центрах коллективного пользования ДВФУ и ДВО РАН.

Приложение 1



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

**УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ
РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ**

**по дисциплине «Практикум по органической химии»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная**

Владивосток

2015

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине(67ч)

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля
1.	1-4 неделя (февраль)	Изучение материала лекций, рекомендованной литературы по вопросам, указанным в планах лабораторных работ №1-3.	6	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета с оценкой в соответствии с рейтинг-планом
2.	5-9 неделя (март-апрель)	Изучение материала лекций, рекомендованной литературы по вопросам, указанным в планах лабораторных работ № 4-8.	6	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета с оценкой в соответствии с рейтинг-планом
4.	10-13неделя (апрель-май)	Изучение материала лекций, рекомендованной литературы по вопросам, указанным в планах лабораторных работ № 9-12.	6	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета с оценкой в соответствии с рейтинг-планом
5.	14 неделя (июнь)	Подготовка к защите итогового отчета по работе	4	Принятие отчета с оценкой в соответствии с рейтинг-планом
6.	Экзамен	Подготовка кэкзамену	45	Сдача экзамена

Задание на дом: Проведение литературного поиска оптимальных методик синтеза и сведений о температурах кипения, плавления и прочих характеристиках соединений.

Для проведения литературного поиска используйте периодические научные издания, интернет-ресурсы:

1. Reaxys [Электронный ресурс] / Разработчик : Elsevier.— Режим доступа: <https://www.elsevier.com/solutions/reaxys> . –Загл. с экрана.

2. база данных о веществах и их свойствах <http://www.chemicalbook.com/> -

3. база данных о веществах и их свойствах <http://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>

4. поисковая система печатных материалов <http://www.scopus.com>

Задание на дом: Подготовить письменный отчет.

Теоретической базой для выполнения практикума являются знания по химии органических соединений.

Рекомендации по получению допуска к лабораторной работе

Студент допускается к выполнению лабораторной работы только после получения разрешения (допуска) преподавателя. Собеседование ведется по четырем пунктам.

1. Теоретическая часть. Студент должен знать, какой раздел теоретической части курса демонстрируется выполняемой лабораторной работой и какую практическую цель преследует данный синтез. При собеседовании требуется:

- написать схему реакции, лежащей в основе синтеза,
- схемы образования побочных продуктов,
- расписать механизм основной реакции,
- указать условия, способствующие максимальному выходу целевого продукта,
- знать признаки окончания реакции.

2. Нарисовать схему установки, на которой будет проводиться синтез, и рассказать о каждом элементе установки, правильно назвав его (реакционная одно-, дву-, трехгорлая колба, ее снаряжение – термометр, холодильник Либиха, механическая мешалка, капельная воронка, колба Эрленмейера в качестве приемника и др.), и грамотном использовании.

3. Подробно рассказать о ходе выполнения работы с пояснением всех стадий: последовательности загрузки реагентов, растворителя, катализатора, температурном режиме, интенсивности перемешивания, признаках завершения реакции, стадии выделения продукта, методе его очистки (перекристаллизация, перегонка и др.) и идентификации.

4. Ответить на вопросы по технике безопасной работы с используемыми веществами.

Выполнение лабораторной работы (ПР-6)

Рабочий журнал

Рекомендуется следующая форма записи:

- 1) дата,
- 2) наименование темы,
- 3) название опыта,
- 4) наблюдения, уравнения реакций, таблицы, графики,

5) выводы.

Работа выполняется под наблюдением преподавателя, к которому студент в любой момент может обратиться за советом и помощью.

Выполнение эксперимента сопровождается описанием всех стадий работы и обязательно наблюдений **в лабораторном журнале.**

Правила оформления лабораторного журнала (рабочей тетради).

Большая часть учебного материала должна быть проработана студентом самостоятельно, вне аудиторных занятий. Самостоятельная работа студентов является неотъемлемой составной частью процесса подготовки специалистов.

Под самостоятельной работой студента понимается часть учебной планируемой работы, которая выполняется по заданию и при методическом руководстве преподавателя, без его непосредственного участия. Самостоятельная работа направлена на усвоение системы научных и профессиональных знаний, формирование умений и навыков, приобретение опыта самостоятельной творческой деятельности.

Самостоятельная работа студентов включает в себя подготовку к лабораторным работам, описание проделанной экспериментальной работы с приведением расчетов, графиков, таблиц и выводов, подготовка к защите теории по работе, самоконтроль знаний по теме работы с помощью вопросов к каждой работе, подготовка к коллоквиумам, индивидуальное написание и защиту реферата.

Для качественного выполнения лабораторных работ каждый студент должен заранее подготовиться к очередной работе. Подготовка складывается из изучения цели, задач и содержания лабораторной работы, повторения теоретического материала, относящегося к работе, и теоретическом ознакомления со свойствами химических веществ до выполнения работы. Результаты подготовки отражаются студентами в рабочих тетрадях, куда записываются перечень необходимых измерительных приборов и аппаратура, план выполнения лабораторной работы, расчетные формулы и зарисовываются схемы установок, таблицы для записи опытных и расчетных данных. Все записи в рабочих тетрадях как при подготовке к работе, так и в процессе выполнения ее должны вестись аккуратно.

В начале занятия преподаватель путем опроса и ознакомления с записями в рабочих тетрадях проверяет подготовленность каждого студента. Неподготовленные студенты к выполнению лабораторной работы не допускаются.

Требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы

Подготовка к лабораторным работам оценивается в ходе устного опроса по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам составляются студентами индивидуально и защищаются устно, оцениваются по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам представляются в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord.

Отчет по работе должен быть обобщающим документом, включать всю информацию по выполнению заданий, в том числе, уравнения реакций, таблицы, методику проведения лабораторных опытов, список литературы, расчеты и т. д.

Структурно отчет по лабораторной работе, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

Титульный лист – обязательная компонента отчета, первая страница отчета, по принятой для лабораторных работ форме (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета).

Исходные данные к выполнению заданий – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание варианта, темы и т.д.).

Основная часть – материалы выполнения заданий, разбивается по рубрикам, соответствующих заданиям работы, с иерархической структурой: пункты – подпункты и т. д.

Рекомендуется в основной части отчета заголовки рубрик (подрубрик) давать исходя из формулировок заданий, в форме отглагольных существительных.

Выводы – обязательная компонента отчета, содержит обобщающие выводы по работе (какие задачи решены, оценка результатов, что освоено при выполнении работы).

Список литературы – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержит список источников, использованных при выполнении работы, включая электронные источники (список нумерованный, в соответствии с правилами описания библиографии).

Оформление плана-конспекта занятия и отчета по лабораторной работе. План-конспект занятия и отчет по лабораторной работе относится к категории «письменная работа», оформляется по правилам оформления письменных работ студентами ДВФУ.

Необходимо обратить внимание на следующие аспекты в оформлении отчетов работ:

- набор текста;

- структурирование работы;
- оформление заголовков всех видов (рубрик-подрубрик-пунктов-подпунктов, рисунков, таблиц, приложений);
- оформление перечислений (списков с нумерацией или маркировкой);
- оформление таблиц;
- оформление иллюстраций (графики, рисунки, фотографии, схемы);
- набор и оформление математических выражений (формул);
- оформление списков литературы (библиографических описаний) и ссылок на источники, цитирования.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
 - интервал межстрочный – полуторный;
 - шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
 - выравнивание текста – «по ширине»;
 - поля страницы - левое – 25-30 мм., правое – 10 мм., верхнее и нижнее – 20 мм.;
- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).
 - режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.

Список литературы и все приложения включаются в общую в сквозную нумерацию страниц работы.

Критерии оценки самостоятельной работы

Подготовка к лабораторным работам оценивается в ходе устного опроса по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам составляются студентами индивидуально и защищаются устно, оцениваются по пятибалльной системе.

По теме для самостоятельного изучения студенты опрашиваются устно на консультациях согласно графику, оцениваются по пятибалльной системе.

Оценка «Отлично»

- А) Задание выполнено полностью.
- Б) Отчет/ответ составлен грамотно.
- В) Ответы на вопросы полные и грамотные.
- Г) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Хорошо»

- А), Б) - те же, что и при оценке «Отлично».
- В) Неточности в ответах на вопросы, которые исправляются после уточняющих вопросов.
- Г) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Удовлетворительно»

- А), Б - те же, что и при оценке «Отлично».
- В) Неточности в ответах на вопросы, которые не всегда исправляются после уточняющих вопросов.
- Г) Материал понят, осознан, но усвоен не достаточно полно.

Оценка «Неудовлетворительно»

- А) Программа не выполнена полностью.
- Б) Устный отчет и ответы на вопросы не полные и не грамотные.
- В) Материал не понят, не осознан и не усвоен.

Методические рекомендации для подготовки к коллоквиуму

Коллоквиум является одной из составляющих учебной деятельности студента по овладению знаниями. Целью коллоквиума является определение качества усвоения лекционного материала и части дисциплины, предназначенной для самостоятельного изучения.

Задачи, стоящие перед студентом при подготовке и написании коллоквиума:

1. закрепление полученных ранее теоретических знаний;
2. выработка навыков самостоятельной работы;
3. выяснение подготовленности студента к будущей практической работе.

Коллоквиум проводится под наблюдением преподавателя. Тема коллоквиума известна и проводится она по сравнительно недавно

изученному материалу, в соответствии с перечнем тем и вопросов для подготовки.

Преподаватель готовит задания либо по вариантам, либо индивидуально для каждого студента. По содержанию работа может включать теоретический материал, задачи, тесты, расчеты и т.п. выполнению работы предшествует инструктаж преподавателя.

Ключевым требованием при подготовке к коллоквиуму выступает творческий подход, умение обрабатывать и анализировать информацию, делать самостоятельные выводы, обосновывать целесообразность и эффективность предлагаемых рекомендаций и решений проблем, чётко и логично излагать свои мысли. Подготовку к коллоквиуму следует начинать с повторения соответствующего раздела учебника, учебных пособий по данной теме и конспектов лекций.

Самостоятельная работа студентов по изучению отдельных тем дисциплины включает поиск учебных пособий по данному материалу, проработку и анализ теоретического материала, самоконтроль знаний по данной теме с помощью контрольных вопросов и заданий.

Пример оформления лабораторной работы

Лабораторная работа №1.

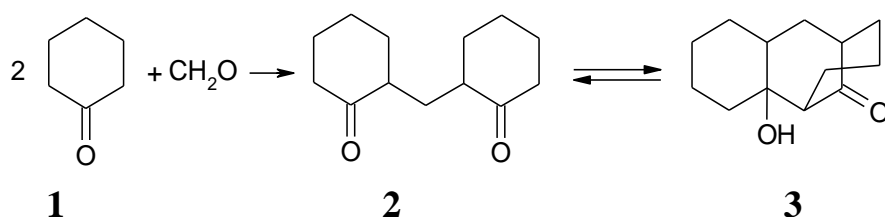
Получение 2-(2-оксоциклогексилметил)циклогексанона (2)

Цель. 1. Познакомиться с условиями синтеза 1,5-дикетонов методом дикетонной конденсации.

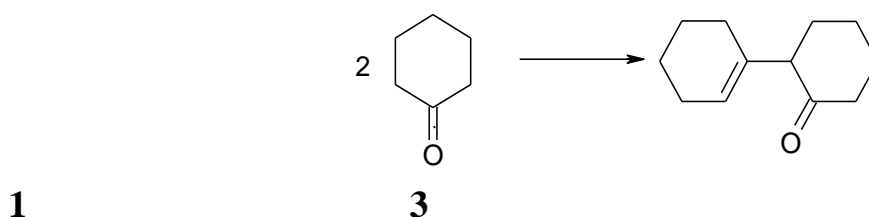
2. Познакомиться с техникой эксперимента, провести синтез, выделить и очистить дикетон 2.

Схема реакции.

Основная реакция:



Побочная реакция:



Реактивы.

Циклогексанон..... 98 г (1 моль),
37% водный раствор формальдегида ... 14 мл (0.2 моль)

20 мл 1 М спиртового раствора NaOH

Уксусная кислота

Методика эксперимента.

В колбу, снабженную механической мешалкой, термометром, обратным холодильником и капельной воронкой, помещают 98 г свежеперегнанного циклогексанона и нагревают на водяной бане до 65-70 °С, после чего добавляют 20 мл 1 М спиртового раствора NaOH и далее по каплям при энергичном перемешивании добавляют 14 мл 37% водного раствора формальдегида (формалина), поддерживая температуру смеси на уровне 75-80° С. По окончании прибавления формальдегида перемешивают смесь еще 15 минут, после чего дают ей охладиться до комнатной температуры и нейтрализуют соляной или уксусной кислотой до pH 4-5. Отделяют в делительной воронке воду, а из органического слоя отгоняют циклогексанон в вакууме водоструйного насоса при ~40-45° С/40 мм. Остаток перегоняют в вакууме при 2-3 мм и собирают фракцию 140-150° С. Выход около 20 г (60%). Полученный препарат представляет собой смесь рацемата и мезо-формы 2-(2-оксоциклогексилметил)циклогексанона (2) с примесью циклогексенилциклогексанона. Он пригоден для большинства последующих синтезов.

В случае необходимости получения чистого образца дикетона 2 5г дистиллата смешивают с 5 мл 1 М спиртового раствора едкого натра. При стоянии реакционная смесь почти нацело кристаллизуется с образованием трициклогексанолна (3). Кристаллы отделяют на пористом фильтре, промывают спиртом и водой до нейтральной реакции промывных вод. Кристаллы высушивают на воздухе, помещают в установку для перегонки в вакууме и нагревают перегонную колбу до расплавления кетона. Выдерживают расплав 10-15 минут, после чего перегоняют содержимое перегонной колбы в вакууме при 2 мм остаточного давления. Обычно дистиллат нацело кристаллизуется. Он представляет собой смесь двух стереоизомеров 2-(2-оксоциклогексилметил)циклогексанона (2). Кристаллизацией из легкокипящего петролейного эфира можно получить чистую рацемическую форму дикетона с т.пл 61° С. При ее хранении в стеклянной посуде в течение нескольких месяцев вновь получается смесь двух стереоизомеров. Мезо-форма дикетона может быть выделена хроматографированием маточников на силикагеле магния (флорисиле). Ее т.пл 51°С.

Хроматографически дикетон характеризуется в системе петролейный эфир-этилацетат, 8:1, на силуфоле. Пятна мезо- и рацемической форм образуют отчетливую восьмерку; верхнее пятно принадлежит рацемату.

Литература.

1,5-Дикарбонильные соединения в органическом синтезе / [В. И. Высоцкий, В. А. Каминский, Т. И. Акимова и др. ; науч. ред. : В. И. Высоцкий, В. Л. Новиков] ; ДВФУ, Школа естественных наук, Кафедра органической химии. – Владивосток: Изд-во Дальневосточного федерального ун-та, 2014. – 390 с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:796367&theme=FEFU>

Требования к оформлению итогового отчета:

Отчет должен содержать следующие разделы:

1. Оглавление.
2. Введение.
3. Литературный обзор.
4. Обсуждение результатов.
5. Экспериментальная часть.
6. Выводы.
7. Литература.
8. Приложение (ИК-, УФ-, ЯМР- спектры и др.)

Список литературы должен быть оформлен в соответствии с ГОСТ.

Вопросы и задания для самостоятельной работы студентов

Вопросы для самоподготовки:

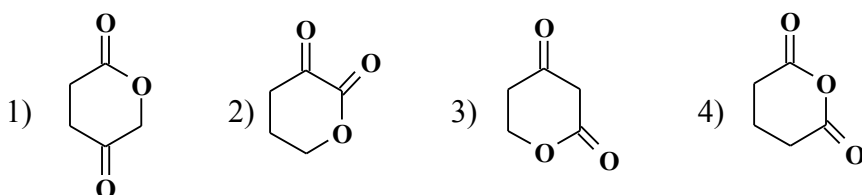
1. Состояние исследований по органическому синтезу.
2. Методы синтеза отдельных классов органических соединений.
3. Методы установления строения органических соединений.
4. Применение органических соединений.
5. Объекты изучения органической химии. Значение органических соединений в фундаментальном и прикладном плане. Классификация и номенклатура органических соединений.
6. Методы подготовки органических растворителей (способы очистки, осушения, перегонки).
7. Способы подготовки исходных соединений: перекристаллизация, вакуумная перегонка.
8. Применение спектральных методов для исследования структуры органических соединений.

9. Особенности строения метленактивных соединений.
10. Способы получения и свойства 1,3-дикарбонильных соединений.
11. Способы синтеза 1;4-дикарбонильных соединений.
12. Реакции 1;4-дикарбонильных соединений.
13. Способы синтеза 1;5-дикарбонильных соединений.
14. Реакции 1;5-дикарбонильных соединений.

15. Расположить следующие соединения в порядке снижения СН-кислотности:

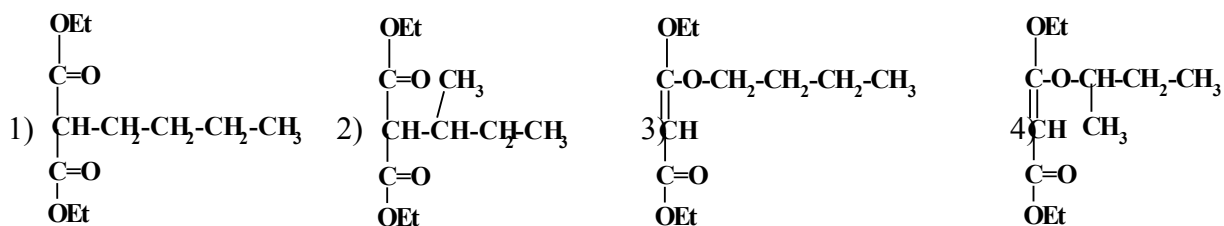
- 1) $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$ 2) $\text{H}_2\text{NCOCH}_2\text{CONH}_2$ 3) $\text{O}_2\text{NCH}_2\text{NO}_2$ 4) $\text{PhCH}_2\text{CONH}_2$

16. Расположить соединения в порядке увеличения СН-кислотных



свойств:

17. Какой продукт образуется при взаимодействии малонового эфира с 1-бромбутаном в присутствии этилата натрия? Написать схему реакции.



18. Какое соединение не имеет смысла использовать для алкилирования малонового эфира в присутствии этилата натрия? Привести объяснение.

- 1) 1-хлор-3-метилпентан 2) 2-бром-2-метилбутан 3) 2-иодпентан 4) 3-бромпентан

19. Расположить следующие соединения в порядке снижения СН-кислотности:

- 1) $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$ 2) $\text{H}_2\text{NCOCH}_2\text{CONH}_2$ 3) $\text{O}_2\text{NCH}_2\text{NO}_2$ 4) $\text{PhCH}_2\text{CONH}_2$

Примеры тестовых заданий

ОБВЕДИТЕ КРУЖКОМ НОМЕР ПРАВИЛЬНОГО ОТВЕТА:

1. 1,5-дикарбонильные соединения можно получить
 - 1) Реакцией Вюрца
 - 2) Реакцией Михаэля
 - 3) Реакцией Прилежаева
 - 4) Реакцией Вагнера
2. α -Метенактивные соединения можно получить
 - 1) Разложением оснований Манниха
 - 2) Разложением оснований Шиффа
 - 3) Разложением оснований Бренстеда
3. Для 1,5-дикетонов характерна циклизация
 - 1) Альдольно-кетонового типа
 - 2) Циклизация с образованием спироатома углерода
 - 3) Циклизация с образованием полного ацеталя
4. В процессе гетероциклизации 1,5-дикетонов могут образовываться
 - 1) Производные тиофена
 - 2) Производные пиррола
 - 3) Производные пиридина
5. К самоциклизации в щелочной среде склонны
 - 1) 1,3-дикетоны
 - 2) 1,4-дикетоны
 - 3) 1,2-дикетоны
 - 4) 1,5-дикетоны

Требования к представлению результатов самостоятельной работы

Самостоятельная работа включает в себя повторение теоретического и практического материала дисциплины, заслушиваемого и конспектируемого в ходе аудиторных занятий; изучение основной и дополнительной литературы, указанной в рабочей учебной программе дисциплины, самоконтроль ответов на основные вопросы по темам выполняемых синтезов органических веществ.

Критерии оценки выполнения самостоятельной работы

Результаты самостоятельной работы оцениваются по ответам при получении допуска к лабораторной работе, по ее выполнению и представлению результатов в виде отчета.

Критерии оценки лабораторной работы.

Работа зачитывается, если студент

-показал прочные глубокие знания теоретической части курса, по которому выполняется лабораторная работа,

-продемонстрировал грамотные экспериментальные знания и умения,

-четко описал эксперимент, все стадии синтеза, сделал требуемые расчеты,

-получил и представил целевое вещество в требуемом количестве и хорошей степени чистоты.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине «Практикум по органической химии»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

Владивосток

2015

**Паспорт фонда оценочных средств
по дисциплине «Практикум по органической химии»**

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-2 владением навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	Знает	-методы поиска литературных источников и методы работы с научной литературой; -методы органического синтеза и методы исследования химических веществ
	Умеет	-пользоваться источниками информации по каталогам и электронным базам данных; -синтезировать и исследовать органические соединения по известным методикам, -осуществлять эксперимент по выделению, очистке и установлению строения полученных соединений
	Владеет	- начальными навыками экспериментальной работы в химической лаборатории; -начальными навыками химических расчетов; -начальными навыками исследования веществ .
ОПК-6 Знание норм техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях	знает	-нормы техники безопасности и правила работы в химической лаборатории; -правила обращения с органическими веществами и ЛВЖ; -приемы оказания первой помощи и правила поведения в критических ситуациях.
	умеет	-Планировать безопасный эксперимент; -Осуществлять безопасный лабораторный эксперимент, соблюдая правила безопасности.
	владеет	-Навыками безопасной экспериментальной работы в химической лаборатории; -Навыками оказания первой помощи в критических ситуациях (пожар, взрыв и др.)
ПК-2 владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии	знает	-Теоретические и экспериментальные основы синтеза органических соединений; -Методику элементного анализа органических соединений; - Физико-химические методы установления строения органических соединений.
	умеет	- Проводить научное исследование в соответствии с поставленной целью и задачами; -осуществлять теоретические исследования в области химии органических соединений; -осуществлять практические работы в области синтеза и исследования органических соединений
	владеет	- навыками проведения теоретических исследований в области химии органических соединений ; -навыками практической работы в области синтеза и исследования органических соединений

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	<p>Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала.</p> <p>Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов.</p> <p>Занятия №№ 4-8. Синтез исходных веществ для получения целевого соединения</p> <p>Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств целевого соединения.</p>	ОПК-2	Знает	Проверка готовности к лабораторной работе №1. (ПР -6). Вопросы по очистке веществ №№1-4 Ведение лабораторного журнала (ПР-12)	Экзаменационные вопросы №№1 – 8
			Умеет	Проверка отчета по лабораторной работе №1,(ПР-12, ПР -6). Вопросы по очистке веществ №№5-9	Экзаменационные вопросы №№9 – 13
			Владеет	Групповая дискуссия (УО-4).	Экзаменационные вопросы №№14 – 18
2.	<p>Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала.</p> <p>Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов.</p> <p>Занятия №№ 4-8.</p>	ОПК-6	Знает	Проверка готовности к лабораторным работам №2-8. Проверка отчетов по лабораторным работам №№2-8 (ПР-12, ПР -6). Тестовый контроль (ПР-1). Вопросы по очистке веществ №№10-14	Экзаменационные вопросы №№19-23
			Умеет	Выполнение	Экзаменаци

	Синтез исходных веществ для получения целевого соединения Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств целевого соединения..			лабораторных работ № 2-8 и подготовка отчета по ним. (ПР-12, ПР -6). Собеседование (УО-1).	онные вопросы №№19-25
			Владеет	Групповая дискуссия. (УО-4).	Экзаменационные вопросы №№26-28
3	Занятие №1. Техника безопасности. Общие приемы работы по органическому синтезу. Техника лабораторных работ. Ведение лабораторного журнала. Занятия №№2 - 3. Подготовка растворителей и исходных веществ для синтезов. Занятия №№ 4-8. Синтез исходных веществ для получения целевого соединения Занятия №№ 9-12. Исследование способов синтеза и химических свойств целевого соединения. Занятие № 13. Защита проекта.	ПК-2	Знает	Проверка готовности к лабораторной работе №9-12. Вопросы по очистке веществ №№15-20	Экзаменационные вопросы №№16-28
			Умеет	Проверка отчетов по лабораторным работам №9-12 (ПР-12, ПР -6). Вопросы по очистке веществ №№18-22	Экзаменационные вопросы №№16 – 28.
			Владеет	Групповая дискуссия (УО-4).	Экзаменационные вопросы №№16 – 28

II. Шкала оценивания уровня сформированности компетенций по дисциплине «Практикум по органической химии»

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	критерии	показатели
--------------------------------	--------------------------------	----------	------------

<p>ОПК-2 владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций</p>	<p>знает (пороговый уровень)</p>	<p>-Методы поиска литературных источников и методы работы с научной литературой; -Методы органического синтеза и методы исследования химических веществ</p>	<p>Знание определений основных понятий в области органического синтеза</p> <p>знает источники информации по методам синтеза и подходам к проведению исследований органических веществ; знает основные понятия по методам исследования органических веществ; знает методы исследования органических веществ.</p>	<p>способность дать определения основных понятий в области исследования органических веществ; -способность перечислить источники информации по методам синтеза, свойствам и установлению строения исследуемых органических веществ. - способность перечислить и раскрыть суть методов синтеза и свойств органических соединений, которые изучил и освоил студент; -способность самостоятельно сформулировать цель и предмет исследования; - способность обосновать актуальность выполняемого исследования.</p>
	<p>умеет (продвинутый)</p>	<p>-пользоваться источниками информации по каталогам и электронным базам данных; -синтезировать и исследовать органические соединения по известным методикам, -осуществлять эксперимент по выделению, очистке и установлению строения полученных соединений</p>	<p>Умение работать с электронными базами данных и библиотечными каталогами; умение использовать известные методы синтеза органических веществ в научных исследованиях для получения новых соединений. -умение критически и целенаправленно использовать последние достижения в области органического синтеза для своего исследования</p>	<p>- умение работать с электронными базами данных, в том числе, с химической базой Reasys,; - умение найти сведения о способах синтеза и свойствах 1,5-дикарбонильных соединений; умение выполнить исследование по синтезу, выделению, очистке и установлению строения новых соединений.</p>

	владеет (высокий)	-Начальными навыками экспериментальной работы в химической лаборатории -Начальными навыками химических расчетов; -Начальными навыками исследования веществ .	-владение способностью сформулировать экспериментальное задание по способам синтеза и свойствам органических веществ;- чёткое понимание требований, предъявляемых к содержанию и последовательности исследования -	- способность сформулировать задание по научному исследованию взаимодействия 1,5-дикетонов с нуклеофилами; -способность проводить самостоятельные исследования реакции 1,5-дикетонов с аммиаком, пероксидом водорода и другими нуклеофилами; - способность представлять результаты исследования на обсуждение на семинарах, научных конференциях.
ОПК-6 Знание норм техники безопасности и умение реализовать их в лабораторных и технологических условиях	знает (пороговый уровень)	-Нормы техники безопасности и правила работы в химической лаборатории; -правила обращения с органическими веществами и ЛВЖ; -приемы оказания первой помощи и правила поведения в критических ситуациях.	Знание определений основных понятий в области техники безопасности работы в химических лабораториях Знание основных норм техники безопасности работы в лабораторных и технологических условиях; -знание методов обеспечения безопасной работы в лабораторных и технологических условиях	Способность дать определения основных понятий в области техники безопасности работы в химических лабораториях; -способность раскрыть суть методов хранения и использования химических веществ и ЛВЖ; -способность перечислить все средства обеспечения безопасной работы в лабораториях: огнетушители, песок, асбестовые одеяла, противогазы, маски и др. -- способность объяснить правила поведения в критических ситуациях (пожар, взрыв и др.).
	умеет (продвинутый)	-Планировать безопасный эксперимент; -Осуществлять безопасный лабораторный эксперимент, соблюдая правила безопасности.	-умение применять известные правила поведения и работы в химических лабораториях для обеспечения безопасной работы; -умение применять известные правила работы при выполнении экспериментальных работ.	- умение работать с указаниями и документацией по технике безопасности работы в лабораторных и технологических условиях ; -умение применять правила безопасной работы при сборке и работе на лабораторных установках для перегонки веществ, в том числе, при 3-5 мм рт. ст.; - умение безопасного использования летучих огнеопасных

				растворителей в процессах экстракции и перекристаллизации органических веществ.
	владеет (высокий)	-Навыками безопасной экспериментальной работы в химической лаборатории; -Навыками оказания первой помощи в критических ситуациях (пожар, взрыв и др.)	-Владеет способностью обеспечить и реализовать безопасную работу в лабораторных и технологических условиях; -владение способностью действовать в соответствии с нормами техники безопасности в критических ситуациях; -владение способностью оказать первую помощь в критических ситуациях.	- способность выполнять экспериментальные работы на лабораторных установках для перегонки веществ, в том числе, при 3-5 мм рт. ст.; - способность проводить самостоятельные исследования, соблюдая правила безопасной работы. -способность оказать первую помощь в критических ситуациях (пожар, взрыв и др.)
ПК-2 владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии	знает (пороговый уровень)	-Теоретические и экспериментальные основы синтеза органических соединений; -Методику элементного анализа органических соединений; - Физико-химические методы установления строения органических соединений.	Знание определений основных понятий в области органического синтеза -знание основных понятий и методов научных исследований в области органического синтеза; --знание химических и физико-химических методов установления строения органических соединений.	-способность дать определения основных понятий области синтеза органических соединений 4 -способность самостоятельно сформулировать предмет научного исследования; - способность обосновать актуальность выполняемого исследования; -способность перечислить источники информации по методам установления строения органических веществ.
	умеет (продвинутый)	- Проводить научное исследование в соответствии с поставленной целью и задачами; -Осуществлять теоретические исследования в области химии органических соединений Осуществлять практические	-Умение работать с электронными базами данных; - умение применять известные методы научных исследований по синтезу и установлению строения органических веществ; - умение представлять	Умение критически оценивать известные данные для формулировки цели исследования; - умение применять известные методы исследования для проведения новых реакций и получения новых веществ.

		работы в области синтеза и исследования органических соединений.	литературные сведения и собственные исследования в отчете и докладах.	
	владеет (высокий)	- навыками проведения теоретических исследований в области химии органических соединений; -навыками практической работы в области синтеза и исследования органических соединений -	-Владение терминологией в области синтеза и исследования органических соединений; - владение способностью сформулировать задание по научному исследованию; -владение навыками экспериментальной работы	- способность сформулировать задание по научному исследованию; - способность применить физико-химические методы для установления строения органических соединений. -способность проводить самостоятельные исследования и представлять их результаты в отчетах, научных конференциях.

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания результатов освоения дисциплины

I. Комплект оценочных средств для промежуточной аттестации (экзамен)

Студент допускается к экзамену только после выполнения лабораторных работ.

1. Устный опрос

1. Экзамен. Экзаменационные вопросы и примеры билетов.

Вопросы для подготовки к экзамену

Студент допускается к экзамену только после выполнения лабораторных работ.

1. Реакция AdN. От каких факторов зависит легкость протекания реакции (сила нуклеофила, электронный эффект заместителей, пространственный фактор)?

2. Сравнить по легкости к реакции Ad_N :

- этаналь и этандиаль,
- этандиаль и пропандиаль,
- этаналь и бензальдегид,
- бензальдегид и метилфенилкетон.

3. Объяснить влияние основного и кислотного катализа в реакции Ad_N .

Расписать механизм реакции циклогексанона с фенилгидразином:

- a. в присутствии кислотного катализатора,

б. в присутствии основного катализатора,

в. без катализатора.

4. Перечислить известные С-, О-, S-, N-, Р-, Г-нуклеофилы. Как меняется нуклеофильность в периоде? В группе?

5. Енамины. Синтез, строение, реакционная способность, использование в синтезе: реакции алкилирования, ацилирования, взаимодействия с α,β -непредельными соединениями.

6. Енамины. Синтез 1,2-, 1,3-, 1,4-, 1,5- дикетонов.

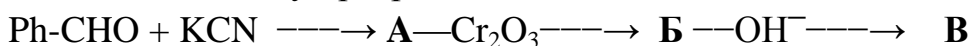
7. Альдольно-кетоновая конденсация на примере циклопентанона с бензальдегидом. Механизм в присутствии основного и кислотного катализатора.

8. Как протекает конденсация кетона со сложным эфиром карбоновой кислоты под действием сильного основания (этилата натрия)? . Способом получения какого типа соединений является эта конденсация? Привести пример, записать механизм реакции.

9. Записать продукты взаимодействия с аммиаком и аминами продукта конденсации циклогександиона-1,3 с 1,2-дипропионилэтиленом.

10. Реакции карбо- и гетероциклизации 1,2-дикетонов: взаимодействие с о-фенилендиамином и с дибензилкетонном.

11. Записать схему превращений:



12. Записать взаимодействие этандиоля (глиоксаля) а) с H_2O ,

б). с конц. NaOH .

13. Записать схемы реакций и условия превращения:

- метилпропилкетона в пентандион-2,3,

- бензальдегида в дифенилэтандион,

- этанала через дитиан в бутандион,

13. Записать схему реакции метилфенилкетона (ацетофенона) с этилацетатом под действием этилата натрия. Способом получения какого типа соединений является эта конденсация? Записать механизм реакции.

14. Записать схему получения 1,3-дикетона ацилированием бензоилхлоридом енолята циклогексанона. Записать механизм реакции.

15. Записать схемы реакций и условия превращения:

Циклогексанона в 2,2'-метиленидициклогексанон методом дикетонной конденсации. Какие две последовательные реакции лежат в основе синтеза? Записать механизм реакций.

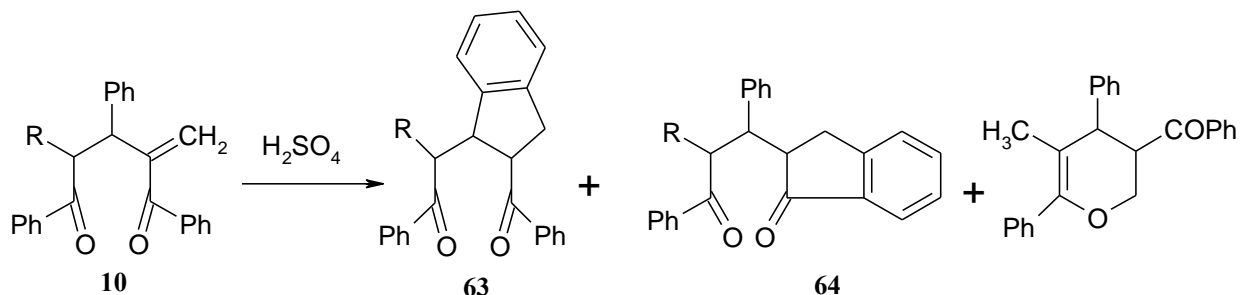
16. По методу Робинсона получить 2-(2-оксоциклопентил-метил)циклогексанон. Какие две последовательные реакции лежат в основе синтеза? Записать механизм реакций.

17. Записать реакцию Михаэля и ее механизм 2,6-добензаль-циклогексанона с циклопентанонем.

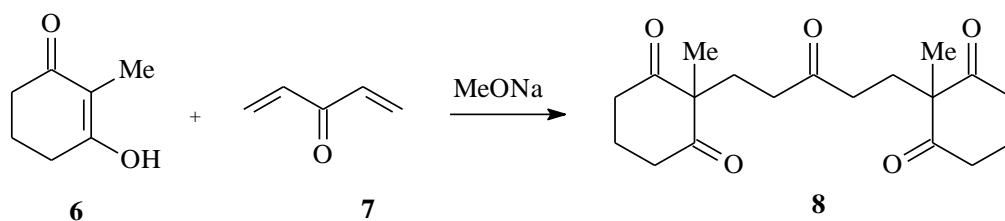
18. Используя ацетоуксусный эфир, записать схему синтеза 1-фенилпентандиона-1,4.

19. Для получения 2,2'-дициклогексила используйте реакции димеризации и окислительной димеризации.

20. Объясните образование продуктов реакции 63-65:



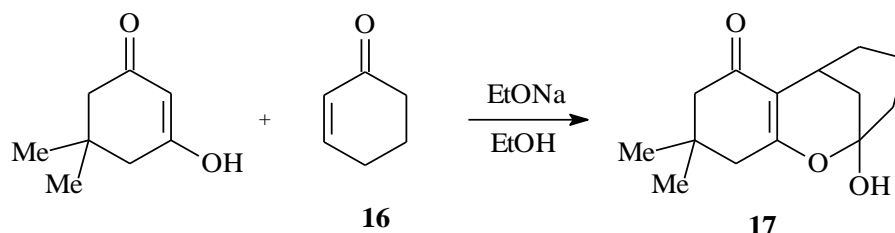
21. Запишите механизм образования пентакетона 8:



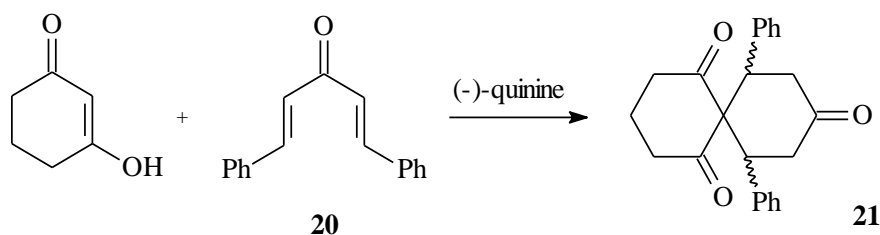
22. Предложите двухстадийный синтез 1,3-дифенил-3-(2-оксоциклогексил)-пропана-1, используя в качестве исходных веществ ацетофенон (метилфенилкетон), бензальдегид и циклогексанон.

Подсказка: вторая стадия – реакция Михаэля. «На бумаге» возможны две схемы синтеза; какую бы Вы предпочли и почему?

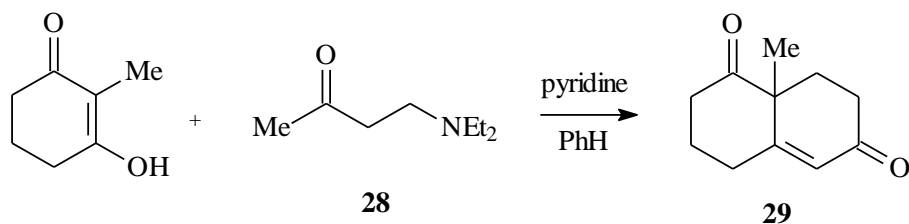
23. Объясните образование продукта реакции 17:



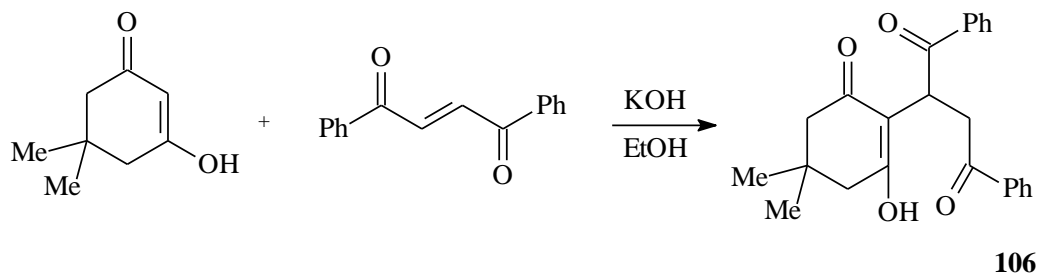
24. Объясните образование продукта реакции 21:



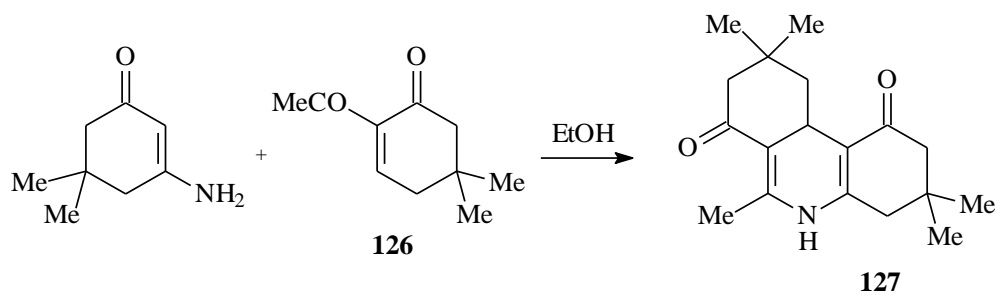
25. Объясните образование продукта реакции 29:



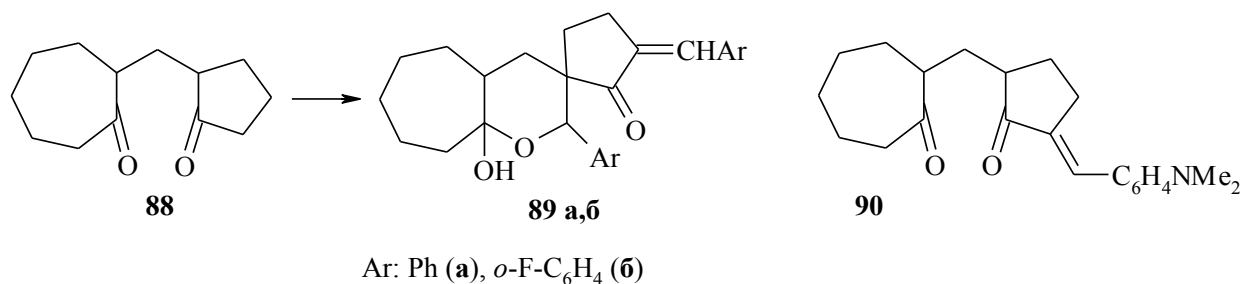
26. Объясните образование продукта реакции **106**:



27. Объясните образование продукта реакции **127**:



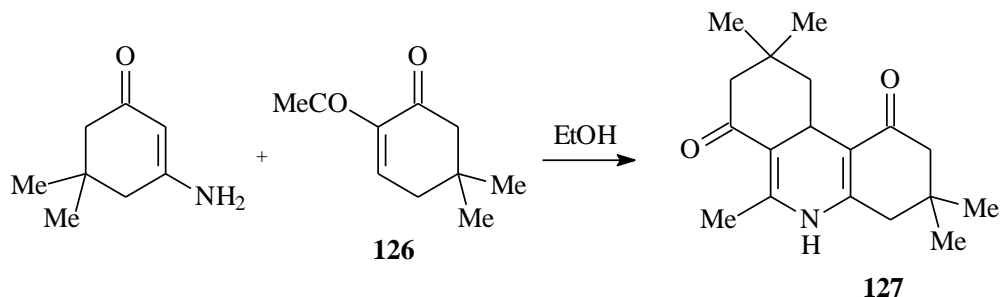
28. Объясните образование продукта реакции **89** при действии на дикетон **88** п-диметиламинобензальдегидом в щелочной среде:



Примеры билетов для экзамена

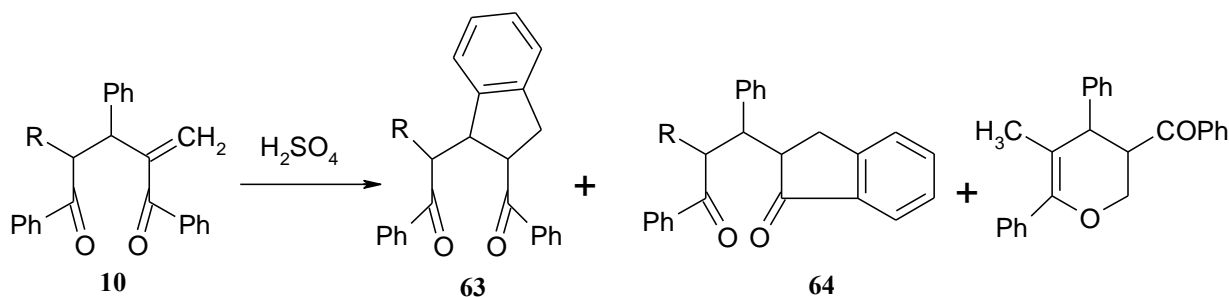
Билет 1

1. 1,2-Дикарбонильные соединения. Получение, свойства.
2. Предложите двухстадийный синтез 1,3-дифенил-3-(2-оксоциклогексил)-пропанона-1, используя в качестве исходных веществ ацетофенон (метилфенилкетон), бензальдегид и циклогексанон. Подсказка: вторая стадия – реакция Михаэля. «На бумаге» возможны две схемы синтеза; какую бы Вы предпочли и почему?
3. Объясните образование продукта реакции 127:



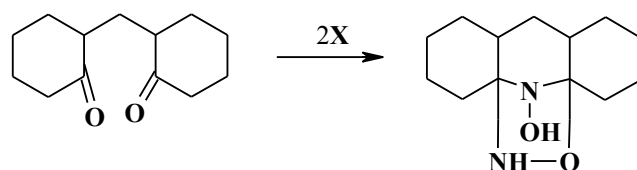
Билет 2

1. 1,3-Дикарбонильные соединения. Получение, свойства.
2. Какие реакции будут протекать, если подействовать щелочью на смесь циклогексанона, 2,2,6,6-тетраметилциклогексанона и бензальдегида?
3. Объясните образование продуктов реакции **63-65**:



Билет 3

1. 1,4-Дикарбонильные соединения. Получение, свойства.
2. Реакции алициклических 1,5-дикетонных с альдегидами.
3. Было проведено превращение:
Реагент X=? Попробуйте изобразить схему и механизм этого

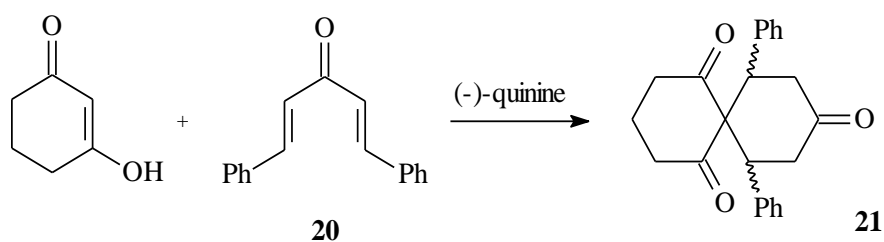


превращения.

Билет 4

1. 1,5-Дикарбонильные соединения. Реакции с N-нуклеофилами.
2. 3-Метилгександион-2,4 можно получить конденсацией двух соединений в присутствии сильного основания (например, алкоголята). Какие два варианта здесь возможны? Какой из них дает более однозначный результат?

3. Объясните образование продукта реакции **21**:



Билет 5

1. Внутримолекулярные циклизации 1,5- и 1,4-дикарбонильных соединений. Влияние структуры на направление циклизации 1,5-дикетонов.

2. ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ 3-ГИДРОКСИКЕТОНОВ ИСПОЛЬЗУЮТ

1) альдольную конденсацию 2) кротоновую конденсацию

1) бензоиновую конденсацию 4) конденсацию кетонов со сложными эфирами; (расписать все реакции)

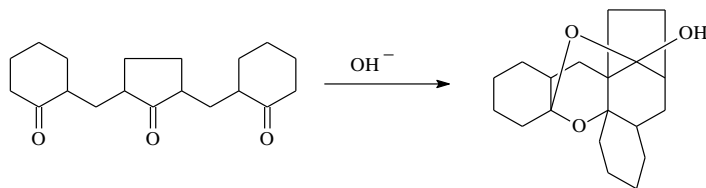
3. Енамины. Синтез 1,2-, 1,3-, 1,4-, 1,5- дикетонов.

Билет 6

1. Способы синтеза трикетонов, совмещающих 1,3- и 1,5-дикетонный фрагмент. Реакции с N-нуклеофилами.

2. Какая реакция будет происходить при действии щелочи на смесь дитрет-бутилкетона и бензальдегида?

3. Объяснить превращение:



Билет 7

1. По методу Робинсона получить 2-(2-оксоциклопентил-метил)циклогексанон. Какие две последовательные реакции лежат в основе синтеза? Записать механизм реакций.

2. Енамины. Синтез, строение, использование в синтезе: реакции алкилирования, ацилирования, взаимодействия с α,β -непредельными соединениями.

3. Реакции карбо- и гетероциклизации 1,3-дикетонов.

Составитель _____

Акимова Т.И.

(подпись)

« _____ » _____ 2015 г.

Критерии оценки знаний для промежуточной аттестации (экзамен)

Отметка "Отлично"

1. Дан полный и правильный ответ на основе изученных теорий.
2. Материал понят и изучен.
3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.
4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Хорошо"

- 1, 2, 3, 4 – аналогично отметке "Отлично".
5. Допущены 2-3 несущественные ошибки, исправленные по требованию учителя, наблюдалась "шероховатость" в изложении материала.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Учебный материал, в основном, изложен полно, но при этом допущены 1-2 существенные ошибки (например, неумение применять законы и теории к объяснению новых фактов).
2. Ответ неполный, хотя и соответствует требуемой глубине, построен несвязно.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Незнание или непонимание большей или наиболее существенной части учебного материала.
2. Допущены существенные ошибки, которые не исправляются после уточняющих вопросов, материал изложен несвязно.

II. Оценка письменных работ:

Критерии те же. Из оценок за каждый вопрос выводится средняя итоговая оценка за письменную работу.

II. Комплект оценочных средств для текущей аттестации

по дисциплине «Практикум по органической химии»

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. Собеседование (УО-1) (Средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя с обучающимся на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, и рассчитанное на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.) - Вопросы по темам/разделам дисциплины.

2. Групповая дискуссия (УО-4) (Групповая дискуссия – рассмотрение, анализ различных позиций, точек зрения ученых на содержание той или иной проблемы, концепции выбора путей практической реализации стоящих перед обучающимися задач.) - Тема, вопросы для обсуждения. Задания для подготовки.

Вопросы для собеседования и групповых обсуждений

Лабораторные работы

Вопросы по технике безопасности

При выполнении любой работы студент должен знать правила техники безопасности, которые он сдает на лабораторном занятии № 1 и расписывается в Журнале по технике безопасности, имеющемся в каждой лаборатории.

Вопросы задаются по приведенному ниже тексту.

Техника безопасности

1. Не разрешается работать в лаборатории в отсутствие лаборанта или преподавателя. Категорически запрещается работать в лаборатории одному.
2. Приступайте к каждой работе только с разрешения руководителя и после полного уяснения всех ее операций
3. Перед проведением каждой операции тщательно осмотрите аппаратуру и посуду, убедитесь, что установка или прибор собраны правильно и что взятые вещества соответствуют указанным в работе.
4. Все работы с ядовитыми и сильно пахнущими веществами должны проводиться в вытяжном шкафу. Шторка секции шкафа, где ведется работа, должна быть поднята лишь на одну треть высоты. Шторки у неиспользуемых секций шкафа должны быть опущены. Запрещается просовывать голову внутрь вытяжного шкафа, в котором проводятся работы.
5. Категорически запрещается оставлять действующую установку без присмотра.
6. Нельзя нагревать сосуды или аппараты, если они герметично закрыты, кроме тех, которые специально для этого предназначены.
7. Нельзя близко наклоняться к установке, в которой идет реакция или перемешивается какое-либо вещество.
8. Особое внимание уделяйте защите глаз! Не забудьте одеть очки при проведении вакуумной перегонки! Пользуйтесь защитными очками и масками!
9. Нагревание горючих и легковоспламеняющихся жидкостей (таких как серный эфир, спирт, ацетон, петролейный эфир, бензол и др.) следует проводить в колбах, снабженных обратными холодильниками, на водяной

или воздушной бане со скрытыми нагревательными элементами и вдали от открытого пламени.

10. Многие из органических растворителей при хранении образуют взрывоопасные перекиси, из наиболее часто встречающихся этим свойством обладают: диэтиловый эфир, тетрагидрофуран, диоксан, ацетон, ацетоуксусный эфир и др. Прежде чем перегонять такие растворители, надо сделать пробу на отсутствие перекисей.

11. Нельзя хранить легковоспламеняющиеся вещества в теплом месте, вблизи отопительной батареи, включенного термостата, бани и т.п.

12. Хранить летучие вещества следует только в толстостенных склянках и банках. Эфир (особенно абсолютный) необходимо хранить в темных склянках, закрытых корковой пробкой с хлоркальциевой трубкой.

13. Каждый работающий должен знать, где находятся в лаборатории средства противопожарной защиты и аптечка, содержащая все необходимое для оказания первой помощи.

14. Химические реактивы и полученные при опытах вещества следует хранить в соответствующей посуде с этикетками или ясными надписями.

После правильного ответа на все вопросы студент получает разрешение на выполнение лабораторной работы.

Вопросы

по методам очистки органических веществ для получения допуска к работам №2-3 (методы очистки).

1. Какие способы разделения основаны на различной растворимости веществ, какие - на различной летучести веществ?

2. Перекристаллизация. Значение метода, его преимущества и недостатки.

3. Требования к каждой из семи стадий перекристаллизации: выбор растворителя, фильтрование от механических примесей, выращивание кристаллов, фильтрование очищенного вещества, промывание свежим растворителем, сушка.

4. Устройство пистолета Фишера.

5. Когда применяется перекристаллизация из смешанного растворителя? В чем ее отличие от перекристаллизации из одного растворителя? Как готовится насыщенный раствор, три способа его приготовления?

6. Перекристаллизация полумикроколичеств вещества (20-100 мг). Техника работы.

7. Критерий чистоты вещества.

8. Дробное осаждение. Для разделения каких смесей используют дробное осаждение? Что такое «хороший» и «плохой» растворитель?
9. Какие стадии перекристаллизации сохраняются в дробном осаждении?
10. Экстракция. Определение метода, преимущества и недостатки, применение метода в производственных процессах: фармацевтическая промышленность, пищевая, нефтехимическая.
11. Методы периодической и непрерывной экстракции твердых смесей: мацерация, дигерирование, перколяция, перфорация.
12. Аппарат Сокслета. Его устройство и использование.
13. Методы периодической и непрерывной экстракции жидких смесей. Закон распределения Нернста.
14. Почему при периодическом методе выгоднее проводить экстрагирование путем многократного использования небольших порций растворителя, чем проводить одну экстракцию всем количеством растворителя?
15. Охарактеризовать методы, основанные на различной летучести веществ:
 16. А. Перегонка
 17. -простая,
 18. - ректификация,
 19. - вакуумная,
 20. - азеотропная,
 21. - перегонка с паром,
 22. Б. Возгонка.

Вопросы

по синтезу и свойствам органических веществ для получения допуска к лабораторным работам №4-12 на примере лабораторной работы №2 «Получение 2-(2-оксоциклогексилметил)циклогексанона (2) методом дикетонной конденсации

Теоретическая часть

1. Какие известны основные способы синтеза 1,5-дикарбонильных соединений?
2. Какие две последовательные реакции лежат в основе дикетонной конденсации? Расписать их механизм.
3. Как называется побочная реакция? Каков ее механизм?
4. Какие условия синтеза будут сводить побочную реакцию к минимуму?

5. Как очистить целевой продукт от продукта побочной реакции?

Схема установки для синтеза

6. Какими элементами снаряжается колба для синтеза?

7. На какую глубину опускается термометр, почему?

8. В какой последовательности закрепляются механическая мешалка, термометр, капельная воронка?

9. Как меняется снаряжение реакционной колбы на стадии отгонки избыточного циклогексанона?

10. Как выглядит установка для перегонки в вакууме водоструйного насоса?

11. Как выглядит установка для перегонки в глубоком вакууме на стадии выделения основного продукта реакции?

Ход выполнения работы

12. Почему добавление спиртового раствора NaOH ведут после предварительного нагрева циклогексанона? Как это влияет на образование побочного продукта?

13. С какой скоростью следует добавлять формалин?

14. Какова должна быть интенсивность перемешивания?

15. Сколько времени требуется для завершения синтеза?

16. По каким показателям судят об окончании реакции?

17. При какой температуре ведут нейтрализацию реакционной смеси?

18. pH какого слоя определяют- верхнего или нижнего? Что в каком слое находится?

19. Как складывается стадия выделения и очистки целевого дикетона?

Тестовые вопросы для устного опроса и совместного обсуждения
(УО-1, УО-4)

1. ПРИ ПОЛУЧЕНИИ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ 1,2-ДИОЛОВ ЧИСЛО АТОМОВ УГЛЕРОДА МОЖЕТ

1) только сохраняться 2) только увеличиваться 3) только уменьшаться

4) и сохраняться и уменьшаться 5) и увеличиваться и уменьшаться

2. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ НАИБОЛЕЕ ЛЕГКО ПОЛУЧАЮТСЯ ИЗ

1) гем-дифторидов 2) виц-дифторидов 3) гем-дибромидов 4) виц-дибромидов

3. КАРБОНИЛЬНАЯ ГРУППА ПРОЯВЛЯЕТ СВОЙСТВА

1) жесткой кислоты Льюиса и жесткого основания Льюиса

2) жесткой кислоты Льюиса и мягкого основания Льюиса

3) мягкой кислоты Льюиса и жесткого основания Льюиса

4) мягкой кислоты Льюиса и мягкого основания Льюиса

4. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ С НУКЛЕОФИЛАМИ УСКОРЯЕТСЯ ЗАМЕСТИТЕЛЯМИ, СВЯЗАННЫМИ С КАРБОНИЛЬНОЙ ГРУППОЙ

1) электронодонорными

2) электроноакцепторными

3) и электронодонорными и электроноакцепторными

5. ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ С НУКЛЕОФИЛАМИ СКОРОСТЬОПРЕДЕЛЯЮЩЕЙ СТАДИЕЙ ЯВЛЯЕТСЯ

1) всегда нуклеофильная атака

2) всегда электрофильная атака

3) в одних случаях нуклеофильная, в других – электрофильная атака.

6. ИЗ ПРИВЕДЕННЫХ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НАИБОЛЕЕ АКТИВНО В РЕАКЦИЯХ С НУКЛЕОФИЛАМИ

1) бутаналь 2) 2-метилбутаналь 3) бутанон-2

4) бензальдегид 5) дифенилкетон (бензофенон)

7. ТРЕБУЕТ КАТАЛИЗА ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

1) с литийорганическими соединениями 2) со спиртами

3) с гидроксиламином 4) с алкилиденфосфоранами

8. ОБРАЗОВАНИЕ СТЕРЕОИЗОМЕРНЫХ ПРОДУКТОВ В НЕОДИНАКОВЫХ КОЛИЧЕСТВАХ НЕВОЗМОЖНО ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ БУТАНОНА

1) с фенилгидразином 2) с синильной кислотой 3) с гидроксиламином 4) с анилином

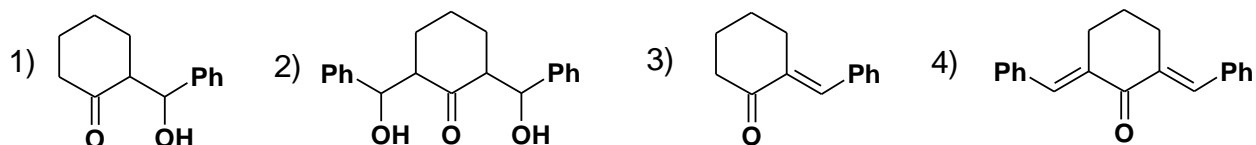
9. РАВНОВЕСИЕ СИЛЬНО СДВИНУТО ВПРАВО ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ЦИКЛОГЕКСАНОНА

1) со спиртами 2) с хлороводородом 3) с алкилмагниггалогенидами 4) с водой

10. КАРБОНИЛЬНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ ВСТУПАЮТ В РЕАКЦИИ КОНДЕНСАЦИИ

с бензойной кислотой 2) с нитробензолом 3) с фенолом 4) с бромбензолом

11. ПРИ ДЕЙСТВИИ ОСНОВАНИЙ НА СМЕСЬ БЕНЗАЛЬДЕГИДА И ЦИКЛОГЕКСАНОНА ПРЕДПОЧТИТЕЛЬНО ОБРАЗУЕТСЯ



12. ВНУТРИМОЛЕКУЛЯРНАЯ АЛЬДОЛЬНАЯ КОНДЕНСАЦИЯ
НАИБОЛЕЕ ХАРАКТЕРНА ДЛЯ ДИКАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

- 1) 1,2- 2) 1,5 3) 1,8- 4) 1,10-

13. ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ 2-ГИДРОКСИКЕТОНОВ ИСПОЛЬЗУЮТ

- 1) альдольную конденсацию 2) кротоновую конденсацию
бензоиновую конденсацию 4) конденсацию кетонов со сложными

эфирами

14. ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ 3-ГИДРОКСИКЕТОНОВ ИСПОЛЬЗУЮТ

- 1) альдольную конденсацию 2) кротоновую конденсацию
бензоиновую конденсацию 4) конденсацию кетонов со сложными

эфирами

15. ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ 1,2-ДИКАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
ИСПОЛЬЗУЮТ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

- 1) с со сложными эфирами 2) с надкислотами
3) с диоксидом селена 4) с пентахлоридом фосфора

16. ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ 1,3-ДИКЕТОНОВ ИСПОЛЬЗУЮТ

- 1) альдольную конденсацию 2) кротоновую конденсацию
3) бензоиновую конденсацию 4) конденсацию кетонов со сложными

эфирами

17. НАИБОЛЕЕ АКТИВНА КАРБОНИЛЬНАЯ ГРУППА В
ДИКАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЯХ

- 1) 1,2- 2) 1,3- 3) 1,4- 4) 1,5

18. НАИБОЛЬШУЮ СН-КИСЛОТНОСТЬ ИМЕЕТ ОКТАНДИОН

- 1) 2,3- 2) 2,5- 3) 3,5- 4) 2,7-

19. КАРБОЦИКЛИЧЕСКОЕ СОЕДИНЕНИЕ ЛЕГКО ОБРАЗУЕТСЯ
ПРИ ДЕЙСТВИИ ЩЕЛОЧИ НА ОКТАНДИОН

- 1) 2,4- 2) 3,5- 3) 2,5-

20. КАРБОЦИКЛИЧЕСКОЕ СОЕДИНЕНИЕ ЛЕГКО ОБРАЗУЕТСЯ
ПРИ ДЕЙСТВИИ ЩЕЛОЧИ НА ЦИКЛОДЕКАНДИОН

- 1) 1,2- 2) 1,3- 3) 1,5-

21. АРОМАТИЧЕСКОЕ СОЕДИНЕНИЕ ЛЕГКО ОБРАЗУЕТСЯ ПРИ
ВЗАИМОДЕЙСТВИИ МЕТИЛАМИНА С ГЕПТАНДИОНОМ

- 1) 2,3- 2) 2,4- 3) 2,5- 4) 2,6-

22. НАИБОЛЬШЕЕ СОДЕРЖАНИЕ ЕНОЛЬНОЙ ФОРМЫ
ОБНАРУЖИВАЕТ

- 1) циклогександион-1,2 2) циклогександион-1,3

3) циклогександион-1,4 4) 3-ацетилциклогексанон

23. ЦИКЛОПЕНТАНОН ПРИСОЕДИНЯЕТСЯ ПО РЕАКЦИИ МИХАЭЛЯ К 1) циклогексен-2-ону 2) циклогексен-3-ону 3) 2-винилциклогексанону 3) 3-винилциклогексанону

II. Письменный опрос

1. Лабораторная работа (ПР -6).(Средство для закрепления и практического освоения материала по определенному разделу) - Оформление лабораторных заданий представлено в приложении 1.

Оформление итогового отчета

Оформление отчета изложено в Приложении 1.

Отчет должен содержать следующие разделы:

1. Оглавление.
2. Введение.
3. Литературный обзор.
4. Обсуждение результатов.
5. Экспериментальная часть.
6. Выводы.
7. Литература.
8. Приложение (ИК-, УФ-, ЯМР- спектры и др.)

Список литературы должен быть оформлен в соответствии с ГОСТ.

Темы индивидуальных работ, выполняемых в практикуме

1. Синтез и свойства 1,5-дикетонов, полученных на основе N-ВОС-пиперидона-4.

2. Попытки введения в реакции [2+3]-диполярного циклоприсоединения и [2+2]-циклоприсоединения хинониминов ряда пиридо[1,2-а]бензимидазола.

3. Окислительные превращения продуктов взаимодействия 1,5-дикетонов с 5,6-диаминобезимидазолом. Теоретическое исследование и данные экспериментов.

4. Изучение взаимодействия индиго с ацетофеноном в различных условиях.

5. Попытка совместной окислительной конденсации малонитрила с другими метиленактивными соединениями в присутствии SeO_2 .

6. Новый подход к синтезу тетрацианоэтилена (TCNE).

7. Разработка подхода к синтезу производных фаскаплизина, содержащих заместители по положению 6.

8. Синтез алициклического 1,5,9-трикетона с семичленными циклами и исследование его поведения в щелочной и кислой спиртовой среде.

9. Превращения при действии гидроксида натрия на 1-азониа-1-R-5-бензоил-3-метилена-2,4-дифенил-1-циклогексен перхлораты.

10. Термодинамические и кинетические характеристики протекания реакции окислительного сочетания 5,5a,6,7-тетрагидро-1H-имидазо[4,5-f]пиридо[1,2-a]бензимидазола с нуклеофилами.

11. Попытки проведения [2+2]-циклоприсоединения хинониминов ряда пиридобензимидазола с тетрацианоэтиленом.

12. Кислотнокатализируемые превращения аддукта димедона и 1,1-дициано-2-бензоилэтилена.

Критерии оценки знаний, умений и навыков при текущей проверке Оценка устных ответов:

Отметка "Отлично"

1. Дан полный и правильный ответ на основе изученных теорий.
2. Материал понят и изучен.
3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.
4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Хорошо"

- 1, 2, 3, 4 – аналогично отметке "Отлично".
5. Допущены 2-3 несущественные ошибки, исправленные по требованию учителя, наблюдалась "шероховатость" в изложении материала.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Учебный материал, в основном, изложен полно, но при этом допущены 1-2 существенные ошибки (например, неумение применять законы и теории к объяснению новых фактов).
2. Ответ неполный, хотя и соответствует требуемой глубине, построен несвязно.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Незнание или непонимание большей или наиболее существенной части учебного материала.
2. Допущены существенные ошибки, которые не исправляются после уточняющих вопросов, материал изложен несвязно.

II. Оценка письменных работ:

Критерии те же. Из оценок за каждый вопрос выводится средняя итоговая оценка за письменную работу.

Критерии оценки лабораторной работы.

Работа зачитывается, если студент

- показал прочные глубокие знания теоретической части курса, по которому выполняется лабораторная работа,
- продемонстрировал грамотные экспериментальные знания и умения,
- четко описал эксперимент, все стадии синтеза, сделал требуемые расчеты,
- получил и представил целевое вещество в требуемом количестве и хорошей степени чистоты.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

Методические указания

по дисциплине «Практикум по органической химии»

Направление подготовки 04.03.01 Химия

профиль «Фундаментальная химия»

Форма подготовки очная

Владивосток

2015

Министерство образования и науки Российской Федерации
Дальневосточный государственный университет
Институт химии и прикладной экологии
Кафедра органической химии

Т.И. Акимова, Л.Н. Дончак, Н.П. Багрина

**ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ
ПО ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

Учебное пособие

Допущено Советом по химии УМО по классическому
университетскому образованию в качестве учебного пособия
для студентов химического факультета ДВГУ,
обучающихся по специальности 011000 – Химия
и направлению 510500 - Химия

Владивосток
Издательство Дальневосточного университета
2005

ББК 18.3

A11

Рецензент: д-р хим. наук, профессор кафедры
органической химии МГУ В.И. Теренин

Акимова Т.И.

A11 Лабораторные работы по органической химии [Текст] / Т.И. Акимова,
Л.Н. Дончак, Н.П. Багина. . – Владивосток: Изд-во Дальневост. ун-та,
2005. – 156 с.

ISBN 5-7444-1736-2

Пособие включает серию работ, выполняемых студентами химического факультета в практикуме по органической химии. Описаны способы выделения, очистки и идентификации органических веществ, приведены синтезы соединений. Рассмотрение каждого типа реакции предваряется небольшой теоретической частью. Большое внимание уделяется овладению студентами техникой эксперимента. В связи с этим работы подобраны таким образом, чтобы каждая из них позволяла на практике ознакомиться не только с условиями осуществления той или иной реакции, но и включала новый элемент, пополняя экспериментальное мастерство студента. Содержание практикума соответствует программе курса органической химии по классическому университетскому образованию и рекомендовано для студентов химического факультета.

1803000000

180(03) - 05

ISBN 5-7444-1736-2

ББК 18.3

© Издательство
Дальневосточного
университета

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ДАЛЬНЕВОСТОЧНЫЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
КАФЕДРА ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

**1,5-Дикарбонильные соединения
в органическом синтезе**

Владивосток
2014

УДК 547.514.472
ББК 24.234.5

Д 451

Печатается по рекомендации
Ученого совета Школы естественных наук
Дальневосточного федерального университета

Научные редакторы –
доктор химических наук, профессор В.И. Высоцкий,
доктор химических наук В.Л. Новиков

Рецензенты: доктор химических наук А.А. Кича,
доктор химических наук В.Ф. Ануфриев

Коллектив авторов:
Высоцкий В.И., доктор химических наук, профессор,
Каминский В.А., доктор химических наук, профессор,
Акимова Т.И., доктор химических наук, профессор,
Слабко О.Ю., кандидат химических наук, доцент,
Андин А.Н., кандидат химических наук, доцент
Багрина Н.П., кандидат химических наук, доцент

Д 451 1,5-Дикарбонильные соединения в органическом синтезе

Науч. ред. В.И. Высоцкий, В.Л. Новиков - Владивосток

Издательство _____, 2014.- 500 с.

ISBN 978-5-_____

В монографии рассматриваются соединения, содержащие 1,5-дикарбонильную структуру, открывающую широкие синтетические перспективы, прежде всего разнообразные варианты карбо- и гетероциклизации. Рассмотрены методы их получения, особенности их строения, разнообразные реакции, прежде всего реакции с нуклеофилами и реакции внутри- и межмолекулярной конденсации. Рассмотрены теоретические аспекты химии 1,5-дикарбонильных соединений, раскрыт их синтетический потенциал.

Монография предназначена для химиков-органиков, студентов и преподавателей химических вузов.

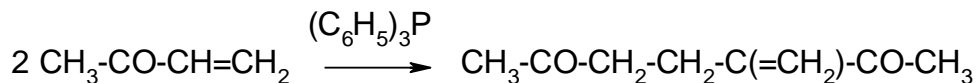
Дальневосточный федеральный университет, 2014

Часть IV. Приложение.

Препаративные синтезы 1,5-дикетонов

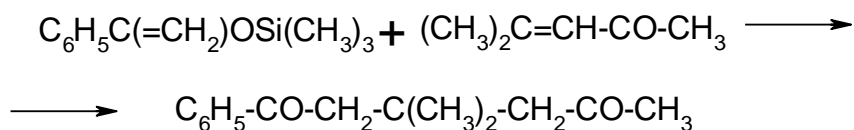
4.1. Синтезы 1,5-дикетонов с помощью реакции Михаэля.

1. 3-Метилиденгептан-2,6-дион¹.



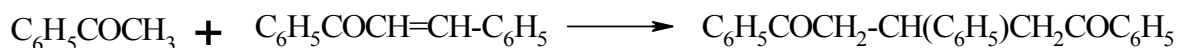
13.0 г свежеперегнанного метилвинилкетона, 1.2 г трифенилфосфина и 0.1 г гидрохинона растворяют в 80 мл сухого трет-амилового спирта и оставляют стоять в атмосфере аргона при комнатной температуре в течение 5 суток. Растворитель отгоняют при 40 мм остаточного давления на кипящей водяной бане. Остаток перегоняют в вакууме, собирая фракцию 78-82°C (2 мм рт. ст.). Выход дикетона 4.3 г. Препарат кристаллизуется в холодильнике, т.пл. 5-7°C.

2. 3.3-Диметил-1-фенилгексан-1,5-дион².



Раствор 0.3 г (2 ммоль) четыреххлористого титана в 8 мл хлористого метилена охлаждают до -78°C и перемешивают в атмосфере аргона. К раствору последовательно добавляют раствор 0.2 г (2 ммоль) окиси мезитила в 3 мл хлористого метилена и 0.4 г (2 ммоль) триметилсилоксистирола³ в 3 мл хлористого метилена. Перемешивают 2 мин при -78°C и разлагают смесь раствором 0.7 г поташа в 15 мл воды. Выпавший осадок отфильтровывают. Фильтрат экстрагируют эфиром и эфирный экстракт промывают водой и насыщенным раствором поваренной соли. После удаления эфира из экстракта получают 0.33 г (76%) целевого соединения, которое характеризуют хроматографически на силикагеле в системе гексан – эфир, 2:1 и спектрально (ИК спектр).

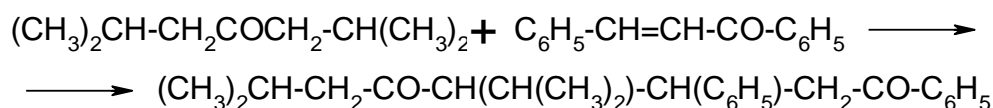
3. 1,3,5-Трифенилпентан-1,5-дион (бензальдиацетофенон).



64 г (0.3 моль) Халкона (бензальацетофенона)⁴ растворяют в 300 мл теплого спирта, добавляют 93 мл (95 г, 0.8 моль) ацетофенона, 53 мл 40% водного раствора едкого натра и еще 500 мл спирта. Реакционную смесь выдерживают при комнатной температуре 7 суток, изредка встряхивая. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают 50 мл спирта и водой до нейтральной реакции промывных вод. Получено 76-87 г (75-85%) белых кристаллов бензальдиацетофенона. Т.пл. 80-82°C (без перекристаллизации), 83-85°C (из спирта). Дикетон, полученный этим методом, в отличие от описанного⁵ не содержит примеси так называемого «трикетона Костанецкого».

Спирт после отгонки из маточного раствора можно использовать еще 2-3 раза без снижения выходов.

4. 4-Изопропил-7-метил-1,3-дифенилоктан-1,5-дион⁶.

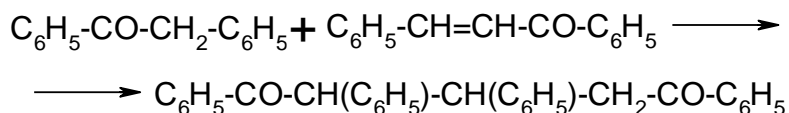


В трехгорлой колбе, снабженной мешалкой, капельной воронкой и обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, получают эфирный раствор изопропилмагнийхлорида. Для этой цели к 12 г магния (чистота 99.9%) в эфире прибавляют по каплям в течение 15 мин раствор 43 г (0.5 моль, 10%-ный избыток) свежеперегнанного изопропилхлорида (n_D^{25} 1.3748), в абсолютном эфире. После получения (выход 85-90%) реактив Гриньяра доводят до концентрации 1.4-1.5 моль/л, добавляя или упаривая эфир.

К раствору реактива Гриньяра из капельной воронки прибавляют по каплям 71 г (0.5 моль) диизобутилкетона (n_D^{25} 1.4110), растворенного в 70 мл сухого эфира. При этом происходит выделение газа, реакционная смесь разогревается и окрашивается. К полученному раствору енолята – вязкой жидкости серого цвета – из капельной воронки прибавляют 104 г (0.5 моль) халкона⁴ в виде насыщенного раствора в эфире. Содержимое колбы саморазогревается, окраска меняется от серой до оранжевой. Раствор халкона прибавляют в течение 1.5 ч при сильном перемешивании, затем выливают на лед и добавляют 10% раствор соляной кислоты для растворения гидрата окиси магния. Экстрагируют органический продукт эфиром, экстракт сушат сульфатом магния, фильтруют и отгоняют из фильтрата большую часть эфира. Дикетон выкристаллизовывается при охлаждении остатка. Осадок дикетона отфильтровывают на воронке Бюхнера. Выход вещества около 90%,

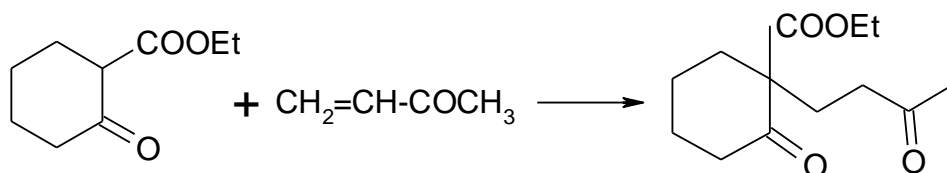
т.пл. 96-97°C. На пластинках «Силуфол» в системе петролейный эфир – диэтиловый эфир, 9:1, diketon проявляется в виде одного пятна. Моно-2,4-ДНФГ, т.пл. 136-137°C, моносемикарбазон, т.пл. 150-152°C.

5. 1,2,3,5-Тетрафенилпентан-1,5-дион⁷.



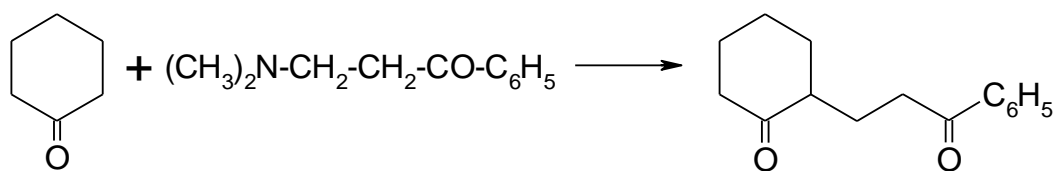
5.2 г (0.025 моль) Дезоксибензоина⁸ и 4.9 г (0.025 моль) бензальацетофенона (халкона)⁴ растворяют в 150 мл абсолютного спирта. Раствор охлаждают до 0°C и добавляют 5 мл 2N раствора едкого кали в метаноле. Перемешивают 1 ч, выпавший осадок отфильтровывают и растворяют в 600 мл хлороформа. Полученный раствор промывают ледяной водой до нейтральной реакции и сушат. После упаривания растворителя и кристаллизации остатка из этанола получают 9.75 г (97%) смеси трео- и эритро-изомеров продукта реакции. Изомеры можно разделить дробной кристаллизацией из спирта. Эритро-изомер, которого в смеси содержится 30%, менее растворим, т.пл. 194°C. Т.пл. трео-изомера 118°C.

6. Этил 2-оксо-1-(3-оксобутил)циклогексанкарбоксилат⁹.



Раствор 49.6 г (0.32 моль) этилового эфира циклопентанон-2-карбоновой кислоты, 30 мл (25.5 г, 0.5 моль) безводного метилвинилкетона и 12 мл триэтиламина растворяют в 200 мл сухого бензола и оставляют стоять при комнатной температуре в течение 7 дней в колбе, снабженной пробкой с хлоркальциевой трубкой. Растворитель и летучие компоненты удаляют при пониженном давлении, осторожно нагревая до 50-55°C на водяной бане. Остаток перегоняют в вакууме и получают 66.3 г (93%) продукта реакции. Т.кип. 140-142°C (2.5 мм рт. ст.), n_D^{25} 1.4641.

7. 2-(3-Оксо-3-фенилпропил)циклогексанон¹⁰.



Гидрохлорид ω -диметиламинопропиофенона.

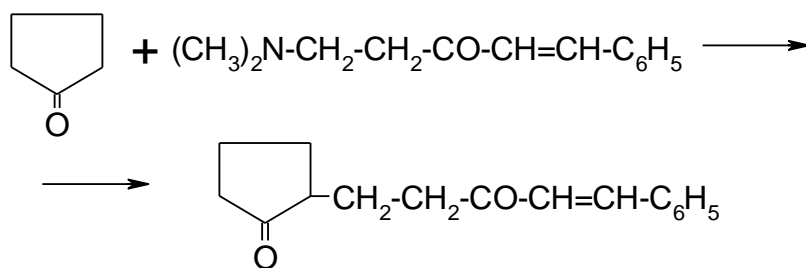
В круглодонную колбу емкостью 500 мл, снабженную обратным холодильником, помещают 60 г (58.5 мл, 0.5 моль) свежеперегнанного ацетофенона, 52.7 г (0.64 моль) солянокислого диметиламина и 19.8 г (0.65 моль) параформа. Добавляют раствор 1 мл концентрированной соляной кислоты в 80 мл спирта и кипятят смесь 2 ч. Горячий раствор, если он мутный, фильтруют через воронку для горячего фильтрования и еще горячим разбавляют 400 мл ацетона. Медленно охлаждают до комнатной температуры и оставляют на ночь в холодильнике. Кристаллы отфильтровывают, промывают 25 мл ацетона и сушат в течение 2.5 ч при 40-50°C. Выход продукта 72-77 г. Продукт гигроскопичен. После сушки его в течение 4 ч т. пл. 152-153°C. Продукт перекристаллизовывают из 85-90 мл горячего 95% спирта, добавляя к горячему раствору 450 мл ацетона. Выход после перекристаллизации 90%, т. пл. 155-156°C.

2-(3-оксо-3-фенилпропил)циклогексанон.

Основание Манниха, полученное подщелачиванием водного раствора 21.3 г гидрохлорида диметиламинопропиофенона, растворяют в 30 г циклогексанона в колбе с обратным холодильником и кипятят 20 мин. В процессе кипячения выделяется диметиламин. По окончании реакции отгоняют в вакууме циклогексанон. Остаток перекристаллизовывают из петролейного эфира. Выход дикетона 22 г (96 %). Т.пл. 53°C.

Аналогично из 21.3 г гидрохлорида диметиламинопропиофенона и 26 г циклопентанона получают 20.5 г 2-(3-оксо-3-фенилпропил)циклопентанона, т.пл. 40°C (из петролейного эфира). Из 10 г 2-метилциклогексанона и 5.15 г диметиламинопропиофенона получают 5.5 г (76%) 2-метил-6-(3-оксо-3-фенилпропил)-циклогексанона, т.кип. 145-150°C/0.05 мм, т.пл. 52°C (из петролейного эфира).

8. 2-(3-Оксо-5-фенилпент-4-ен-1-ил)циклопентанон¹¹.



5-Диметиламино 3-оксо-1-фенилпент-1-ен.

В колбе, снабженной обратным холодильником, нагревают на водяной бане раствор 14.6 г (1.1 моль) бензилиденацетона¹², 8.2 г (0.1 моль) солянокислого диметиламина и 3.0 г (0.1 моль) параформа с 1-2 каплями конц. соляной кислоты в 150 мл спирта. Получают гидрохлорид основания Манниха, т.пл. 157-158°C.

Свободное основание получают подщелачиванием водного раствора соли и экстракцией эфиром. Эфирный раствор основания сушат сульфатом натрия или магния, фильтруют и удаляют эфир под уменьшенным давлением при минимальном нагревании не выше 30°C. Свободное основание используют далее без дополнительной очистки.

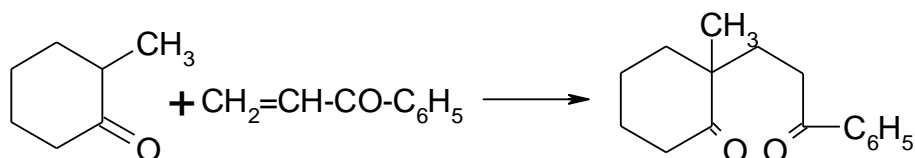
2-(3-Оксо-5-фенилпент-4-ен-1-ил)циклопентанон.

6.1 г (0.03 моль) Основания Манниха и 12.4 г (0.14 моль) циклопентанона нагревают при 120-130°C в сильной струе азота или аргона. Через 6 часов выделение диметиламина заканчивается и нагревание прекращают. Избыток циклогексанона отгоняют, остаток перегоняют в вакууме, собирая фракцию 221-226°C (0.5 мм рт. ст.). Выход 3.8 г (53%), Дисемикарбазон, т.пл. 207-209°C (из диметилформамида).

При проведении синтеза с десятикратными количествами исходных веществ был получен такой же выход дикетона.

Аналогично получают 2-(3-оксо-5-фенилпент-4-ен-1-ил)циклогексанон, т.кип. 186-188°C/0.1мм, т.пл. 63-64°C (из спирта).

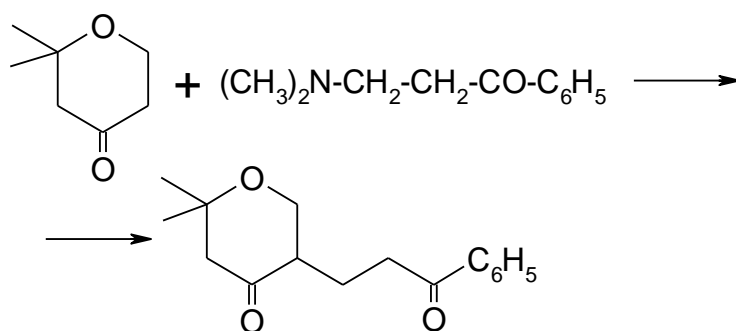
9. 2-Метил-2-(3-оксо-3-фенилпропил)циклогексанон¹³.



К 30 мл эфира прибавляют 7.25 г (0.06 моль) 2-метилциклогексанона и раствор 1 г едкого кали в 4 мл спирта. Охлаждают смесь до 0°C и при этой температуре в течение 1 ч при перемешивании прибавляют раствор 4.3 г (0.033 моль) фенилвинилкетона в 25 мл эфира. Затем перемешивают смесь 1 ч при комнатной температуре, выливают на лед, подкисляют конц. соляной

кислотой и экстрагируют эфиром. Эфирные экстракты промывают водой, высушивают сульфатом магния, эфир и избыток метилциклогексанона отгоняют при пониженном давлении. Остаток перегоняют в вакууме. Получают 5.2 г (64%) продукта реакции с т.кип. 145-150°C (0.06 мм рт. ст.). По данным ГЖХ препарат представляет собой целевой дикетон с незначительной примесью двух веществ.

10. 2,2-Диметил-5-(3-оксо-3-фенилпропил)тетрагидро-4Н-пиран-4-он¹⁴.



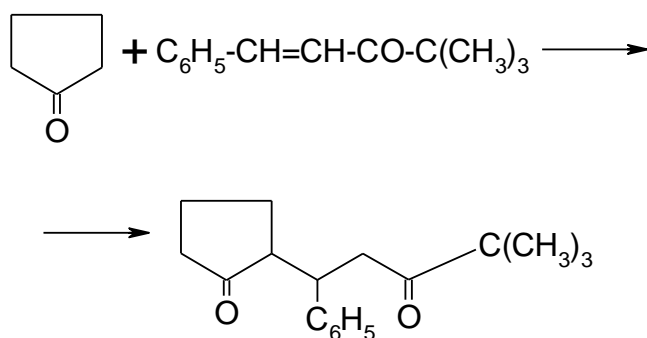
2,2-Диметилтетрагидропиран-4-он¹⁵.

В трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, термометром и капельной воронкой, помещают 1500 мл воды, 40 мл конц. серной кислоты и 75 г сульфата оксида ртути (HgSO_4) и нагревают до 70°C. Затем по каплям при перемешивании прибавляют 500 мл свежеперегнанного 2-метилбут-3-ин-2-ола (т.кип. 65-70°C (23мм рт. ст.), n_D^{20} 1.477) в течение 3.5 ч. По окончании реакции смесь охлаждают до комнатной температуры, отделяют верхний органический слой, водный слой подщелачивают 250 г твердого поташа до pH 10 и экстрагируют эфиром (3×100 мл). Экстракт присоединяют к основному органическому слою и сушат прокаленным сульфатом магния. Эфир отгоняют, а остаток перегоняют в вакууме, собирая фракцию с т.кип. 70-75°C (15 мм рт. ст.) Выход 290 г (67%).

1,5-Дикетон.

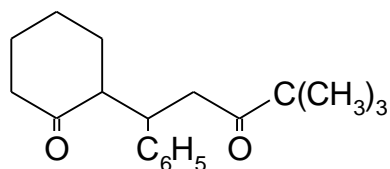
В трехгорлую колбу, снабженную обратным холодильником и термометром, помещают 72 г (0.4 моль) 3-(диметиламино)-1-фенилпропан-1-она и 150 мл (1.2 моль) 2,2-диметилтетрагидропиран-4-она. Полученную смесь кипятят 1 ч при 156-160°C. Избыток диметилтетрагидропиран-4-она отгоняют и остаток перегоняют в вакууме, собирая фракцию 176-196°C (3 мм рт. ст.) Дистиллат при стоянии кристаллизуется. После перекристаллизации из петролейного эфира получают 62 г (74%) дикетона с т.пл. 63-64°C.

11. 2-(4,4-Диметил-3-оксо-1-фенилпентил)циклопентанон¹⁶.



К раствору 18.8 г (0.1 моль) бензальпинаколина¹⁷ и 25.2 г (0.3 мол) циклопентанона в 300 мл этанола прибавляют 15 мл 40% раствора едкого натра. Смесь выдерживают в течение суток при комнатной температуре. Затем ее разбавляют 600 мл воды, выделившийся продукт реакции экстрагируют эфиром (3×100 мл), эфирный экстракт промывают 5% соляной кислотой (2×50 мл), водой. Сушат экстракт и упаривают эфир. Остаток перегоняют в вакууме, собирая фракцию, кипящую в интервале 163-188°C (3мм рт. ст.). Дикетон кристаллизуется в приемнике. Выход 84%. Т.пл. 70-73°C (из этанола).

12. 2-(4,4-Диметил-3-оксо-1-фенилпентил)циклогексанон¹⁶.



К раствору 18.8 г (0.1 моль) бензальпинаколина¹⁷ и 30 г (0.3 моль) циклогексанона в 300 мл этанола прибавляют 15 мл 40% раствора едкого натра и выдерживают полученную смесь при комнатной температуре в течение суток. Выпавший кристаллический осадок дикетона отфильтровывают, фильтрат разбавляют 600 мл воды и отфильтровывают дополнительное количество дикетона. Выход 86%. Т.пл. 124-126°C (из этанола).