

*А. М. Прохоров*

# ОТ ИДЕИ ДО ПРОДУКТА

*Поучительное пособие для начинающих  
синтетиков студенческого возраста*



*Version 0.0*

*Екатеринбург, 2011*

*А. М. Прохоров,*

*к.х.н., доцент кафедры органической химии Уральского Федерального Университета (УрФУ), бывш. Уральского Государственного Технического Университета (УГТУ - УПИ)*

### **От идеи до продукта**

Поучительное пособие для начинающих синтетиков студенческого возраста

Представляет собой практический гид-инструкцию по осуществлению органического синтеза, для начинающих студентов- и аспирантов-органиков, а также им сочувствующих. никоим образом не имеет целью учить органической химии, а лишь подсказывает примерный алгоритм действий и некоторые правила в повседневной реализации своих органосинтетических желаний.

*«Нужны ли мы нам?»*

*Понедельник начинается в субботу, А. и. Б. Стругацкие*

## Содержание:

### Введение

1. **Планирование.** Облечем идею в стройную письменную форму.
  - 1.1. Сформулировать идею и цель:

Нам важен результат (получение целевого продукта)  
Нам важен сам процесс (изучение механизма). «Интересно девки пляшут...»
  - 1.2. Запланировать реакцию
    - 1.2.1. «Какая библиотека в 3 часа ночи?» - SciFinder, Reaxys и Scopus.
    - 1.2.2. Из чего будем получать? Реагенты.
    - 1.2.3. Предложим механизм. Обратимся к Великой и Органической. К Химии.
2. **Подготовка.** Оформление банкета синтетической оргии.
  - 2.1. Ведение журнала и расчёты
  - 2.2. Условия реакции и аппаратное оформление. Гомогенизация. Нагревание. Низкие температуры. Перемешивание. Изоляция.
3. **Реакция!**
  - 3.1. Правила выживания: физического и морального
  - 3.2. Пуск. Смешение и последовательность. Не всегда от перемены мест слагаемых сумма не меняется.
  - 3.3. Контроль реакции : условий и прогресса. ТСХ и пр.
4. **Выделение и очистка.**

Как отделить жидкое от жидкого, твёрдое от твёрдого и наоборот. Фильтрация, высаживание, упаривание, перегонка, колонка, перекристаллизация и прочие субтильные вещи вроде затирки «мазла» и ловли продукта.
5. **Доказательство строения.**
  - 5.1. Литературные данные.
  - 5.2. Внешний вид и поведение
  - 5.3. Базовые физико-химические показатели. Т.пл, Т.кип. и коэф прелом.
  - 5.4. ЯМР
  - 5.5. Масса
  - 5.6. Элементный анализ
  - 5.7. ИК
  - 5.8. Рентген – последняя инстанция
6. **Выводы.** А был ли мальчик?

## Введение

Вы впервые попали в лабораторию органического синтеза. Вы полны благородного желания Заниматься Наукой и Нести Пользу в копилку Мирового Научного Опыта, а может просто пришли «похимичить» в свободное от занятий время, из наивного детского любопытства и любви к приготовлению разных «бомбочек» и «вонючек». А может, наоборот, далеки от романтики, и уже сейчас целенаправленно пришли в науку, с холодным расчетом, какие блага с этого можно получить, и перспективами будущей карьеры. В любом случае – добро пожаловать! Каковы не были ваши идеалы и планы на будущее, нижеизложенное должно только помочь в одном – понять некоторую общую последовательность работы в лаборатории органического синтеза, дать примерный алгоритм действий (только примерный!) в проведении отдельного опыта и помочь задумываться при этом над каждой элементарной операцией – чтобы выполнять её не потому что «научный руководитель так сказал», а понимая для чего это необходимо. Если вы уже хоть сколько-то знакомы с органической химией, а еще лучше лабораторной практикой, тем лучше – вам проще будет живо представлять себе, о чем идет речь. Извините за несколько фамильярную форму изложения, но автор просто хотел бы построить достаточно доверительные отношения с вами, чтобы впечатление от всего сказанного было не как от сухой инструкции, вроде «а, очередная формальность, методичка», а воспринималось именно как помощь в повседневной работе. Ибо автор сам уже вполне опытный синтетик с многолетним стажем, но еще помнит себя и свои вопросы в студенческом возрасте, и, с одной стороны, хочет поделиться своим опытом с только что пришедшими молодыми коллегами, а с другой – просто шкурно желает избавиться себя от каждодневного повторения своим студентам одного и того же, и их стандартных ошибок.

### 1. Планирование. Обличим идею в стройную письменную форму.

#### 1.1. Сформулируйте цель

Итак, вы готовы приступить к проведению реакции. Естественно, вас уже ввели в курс дела, чем вы будете заниматься, вы изучили (именно – изучили, а не прошли, мимо) технику безопасности. Ваш научный руководитель объяснил вам идею и цель проекта, над которым вы будете работать. Именно проекта - в целом, потому что вы вряд ли пришли в качестве лаборанта, бездумного механизма по выполнению реакций, а всё-таки хотите обдуманно и осознано провести какое-то исследование, пусть небольшое, пусть пока совсем несамостоятельное. Но. Всё-таки целиком. Исследование. Отсюда первый шаг. Сформулируйте для себя идею и цель того, чем вы собрались заниматься. Наверняка ваш профессор вам уже много рассказал, нарисовал много мудреных схем, из которых, возможно, вы не всё поняли. Сформулируйте себе идею, своими словами и доступном для себя уровне. Если не получается – переспрашивайте и пытайте своего научного руководителя. Не стесняйтесь, это его работа, и может быть, он даже за неё деньги получает. Сформулируйте идею, то есть осознайте, в чем заключается ваше исследование, что в этом нового и зачем это может быть кому-нибудь нужно. Ответ на это вопрос может оказаться достаточно философским, и может быть, ваш руководитель сам еще не может сказать, куда вы направляетесь. Тогда тем более, ваши простые и бесхитростные вопросы помогут ему и вам это сформулировать.

После того, как идея вам стала более-менее ясна, сформулируйте для себя цель работы. Что вы хотите конкретно сделать для реализации этой идеи. Часто достаточно сформулировать название вашей работы, чтобы отразить в ней цель. Если идея – понятие абстрактное и эфемерное, то цель должна быть ясная и понятная, как перекрестие, в которое нужно попасть из винтовки в тире.

Цель сформулирована, вам нужно её достигнуть. Самое время задуматься над средствами достижения этой цели. Перекрестие можно расстрелять, не целясь, двумя

очередями из автомата, можно прицельно с одного патрона из Макарова, а можно попросить начальника тира просто по-хорошему отдать вам его в руки и сохранить целым и невредимым, сэкономив патроны.

Средствами реализации вашей цели обычно является набор каких-то реакций, опытов, экспериментов. Именно их продуманная последовательность и позволит достигнуть поставленной цели. Эти средства могут включать в себя не только органический синтез, но и неорганический, аналитическую химию, физические исследования и т.д.

Остановимся на органическом синтезе. Кирпичиком для постройки стены, по которой вы сможете влезть в окно к своей вожделенной идее, единственной и прекрасной, которой еще никто не касался до вас, в органическом синтезе является реакция. Или отдельный опыт, эксперимент, который может включать несколько реакций без разделения продуктов.

В результате последовательности реакций, зачастую очень длинной, с множеством ответвлений, которые иногда перерастают в самостоятельные исследования, вы достигаете своей цели. Практически любой органический синтез включает себя последовательный набор реакций, как новых, так и уже известных. И так, из уже давно известных реакций, сотнями отштампованных стандартных кирпичей, можно получить что-то новое, до вас неизученное, такое архитектурное произведение химического искусства, что сделает вас новым Растрелли или Гауди от химии, ну или Церетели. Как повезет.

Вот и остановимся на отдельном кирпичике - проведении химической реакции, или элементарном «опыте», как говорили раньше, или «эксперименте» как более благородно звучит сейчас. Под проведением химической реакции будем понимать последовательность действий от подготовки реагентов до выделения продуктов реакции. То есть отдельный эксперимент включает в себя смешение реагентов, осуществление их химического взаимодействия тем или иным способом и выделение конечных продуктов. Часто такой эксперимент включает в себя последовательность реакций без выделения промежуточных продуктов. Тогда это называют «одногоршковым» синтезом (от англ. «one-pot reaction»).

Отдельный эксперимент, проведение отдельной реакции, т.е. тот самый «кирпичик» может преследовать разные цели:

В первом случае, целью такого отдельного эксперимента является получение продукта. То есть нам важен РЕЗУЛЬТАТ, нам нужно получить конкретный продукт, скажем для использования его в качестве исходного материала (в просторечье «исходняка») для последующей реакции, или же, например, для исследования его физических свойств, или биологической активности, или много чего еще. Нам важно получить продукт, и неважно, какими средствами.

Другой целью эксперимента может быть изучение реакции, её механизма. Мы можем не знать, что получим на выходе, и нас как раз интересует ход реакции. Или знаем, что будет в результате, но хотим понять, КАК мы это получим, варьируя условия, растворители, следя за реакцией с помощью спектральных методов анализа. В этом случае нас интересует сам ПРОЦЕСС.

Однако, в и том, и в другом случае, алгоритм по проведению реакции, остается в общих чертах одинаковым. Это планирование реакции, её осуществление, выделение и очистка продуктов, и доказательство их строения.

Вот на этой базовой последовательности действий и остановимся. Рассмотрим дальше алгоритм проведения отдельного опыта. Спустимся до обжигания горшков, от теоретика к экспериментатору. А может и поднимемся, потому что в химии сначала надо сделать что-то своими собственными руками, прежде чем построить красивую теорию. Мы ж не гуманитарии.

## 1.2. Запланировать реакцию

Возвращаясь к вышесказанному, уточним – сформулируйте идею и цель себе в письменном виде. Обличение мысли в вербальную форму заставляет лучше осознать её самому и позволяет понять другим. Переходя к средствам – выразите их химическим языком, в виде химических реакций и формул. Не стесняйтесь, повесьте листок с последовательностью вашего синтеза над столом, и отмечайте каждый пройденный этап. Помните, язык органической химии – в первую очередь язык формул. Более того, это международный язык, его поймет любой химик, и вы, открыв публикацию, описание синтеза даже на неизвестном вам языке, сможете понять, о чём речь. Что конечно, не освобождает вас от изучения **английского** – всеобщего языка, на котором публикуются все открытия, описания экспериментов, на котором общаются ученые во всем мире. На котором придется разговаривать и вам, когда вы раскроете двери своей первой лаборатории и отправитесь на свою первую стажировку за границу. Поскольку хороший учёный не может проводить всю свою жизнь только в одной лаборатории и вариться в собственном соку. Современный ученый общается и учится у своих коллег из других групп и стран, меняет темы своих исследований, что позволяет ему постоянно развиваться, быть в курсе событий мировой науки и не изобретать лишний раз велосипед, скутер, Т-34 и прочие средства передвижения по автобанам и просёлкам органической химии.

**1.2.1. Поиск литературы.** «Какая библиотека в три часа ночи?» *SciFinder, Reaxys и Scopus.*

С велосипеда и начнём. Итак, обличив ваш проект в химические формулы, вы приступаете к первой реакции... Вот она, красивым почерком нарисована на бумажке, ща сольём исходняки и заценим, чё будет... СТОП. Остановимся и подумаем (да и вообще, постараемся задумываться над каждым шагом в дальнейшем). Как бы ни была свежа и непорочна ваша Идея, кирпичики, по которым вы к ней полезете, обычно вполне стандартны. Реакцию, которую вы запланировали, наверняка в этом огромном мире кто-то делал до вас. Ну, может не точно такую, но аналогичную, с гомологами, с веществами того же класса. Зачем повторять чужие ошибки и наступать на грабли, бывшие в употреблении? У вас еще будет полно граблей - лично своих и совершенно новых. Поэтому обратимся к литературе и пороемся в первоисточниках.

Постарайтесь найти примеры реакции, которую вы собираетесь делать. Прошерстите экспериментальные методики аналогичных реакций. Как это сделать? По сравнению даже с концом прошлого века, сейчас химик-органик находится в очень выгодном положении. Ему не надо, как его предшественникам, тащиться в библиотеку, рыться в запыленных томах Бельштейна, заказывать печатные издания химических журналов и переписывать их от руки, сидя в читальном зале.

Сейчас есть электронные научные поисковые системы, доступные через Интернет, которые позволяют по химическим формулам искать соединения и реакции, искать по ключевым словам, по авторам, изданию и так далее. Есть электронные архивы научных журналов и изданий. Как правило, у университета есть подписка на эти электронные ресурсы. Пользуясь поиском, вы можете найти методы синтеза конкретного соединения, или его аналогов, методики проведения реакций, физико-химические свойства соединений и описание получения результатов. Найдя в поисковой системе интересующую вас информацию, по ссылке вы можете скачать оригинал статьи, содержащей методику или другую нужную вам информацию. Обычно всё упирается в наличие подписки вашей организации на тот или иной ресурс (она стоит денег).

Возможности вашей электронной библиотеки вы можете узнать у вашего научного руководителя.

Основные системы поиска химической информации:

**SciFinder** – поисковая система для химиков, позволяющая искать публикации по структуре соединений, по реакции, по ключевым словам или авторам. Дает ссылки на электронные версии публикаций и патентов.

<https://scifinder.cas.org>

The screenshot shows the SciFinder web interface. At the top, there's a navigation bar with 'Reactions', 'References', 'Substances', and 'Reactions'. Below that, a search bar and a list of results. The first result is titled '1. Reaction Detail' and shows a chemical reaction scheme. The reactants are LiC#CPh and a substituted pyridine. The conditions are: 1.1 S: THF, 20 min, -40°C; 1.2 R: Ac<sub>2</sub>O, -40°C to rt. The product is a 2,2'-bipyridine derivative with a phenyl group, and the yield is 85%. Below the reaction scheme, there's a note: 'NOTE: Reactants: 2, Reagents: 1, Solvents: 1, Steps: 1, Stages: 2'. The second result is titled '2. Reaction Detail' and shows a similar reaction scheme with reactants PhC#CN and a substituted pyridine, and conditions: 1.1 R: BuLi, S: THF; 1.2 S: THF. The interface also includes a search bar, a list of results, and a 'Show More' button.

Рис. SciFinder – поиск по структурам реакций.

**Crossfire Commander** (базы Belstein и Gmelin) – также поисковая система для химиков, позволяющая искать публикации по структуре соединений и по реакции, разделена на две базы, Belstein – база органических реакций, и Gmelin – база металлоорганических и неорганических данных. Дает ссылки на электронные версии публикаций и приводит экспериментальные данные из патентов.

<http://xfire.mimas.ac.uk/> или <https://www.reaxys.com/reaxys/session.do>

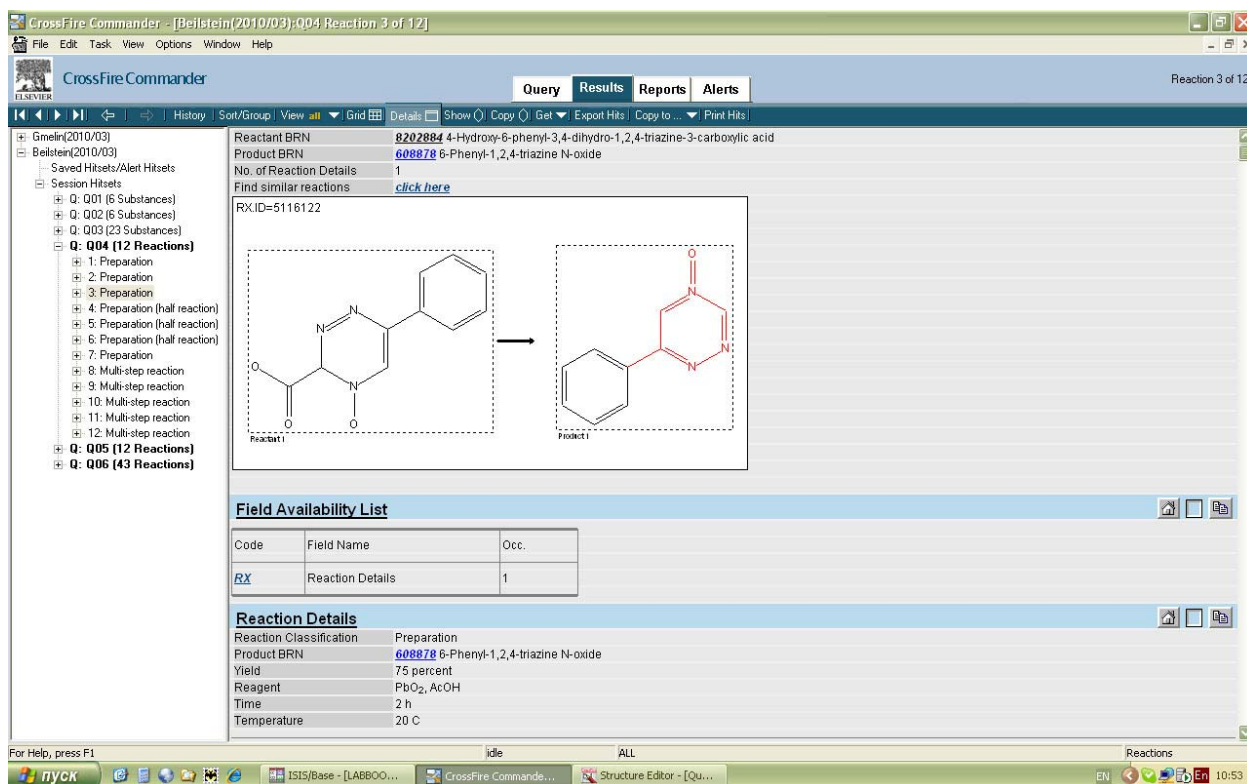


Рис. CrossFiere Commander.

**Scopus** – система поиска научных публикаций по названию, ключевым словам, описанию, авторам, названию издания и т.д. Дает ссылки на публикации, а также приводит информацию о цитируемости, авторах, импакт-факторах изданий и пр. Но только текстовый поиск, без химических формул.

<http://www.scopus.com>

Основные электронные архивы научных изданий:

Журналы американского общества American Chemical Society. Это журналы Journal of American Chemical Society (JACS), Journal of Organic Synthesis (JOC), Organometallics, Organic Letters, и др.

<http://pubs.acs.org/action/showPublications?display=journals>

Европейские журналы Willey on line library. Это журналы Angewante Chemie, European Journal of Organic Chemistry (EJOC), European Journal of Inorganic Chemistry (EJIC), European Journal – A Chemistry, и др.

<http://onlinelibrary.wiley.com/>

Журналы Королевского Общества Royal Chemical Society. Это Chemical Communications, Dalton and Perkin Transaction, New Journal of Chemistry, и др.

<http://pubs.rsc.org/en/Journals>

Журналы издательства Elsevier. Это Tetrahedrons, Journal of Organometallic Chemistry, Coordination Chemistry Reviews, и др.

<http://www.sciencedirect.com>

А также другие издательства, Francis&Taylor, Springer и мн. др.

Пользуясь этими ресурсами можно найти практически всё, что было опубликовано до вас. Описание реакций и механизмы, химические и физические свойства соединений, экспериментальные методики, теории и закономерности.

Поэтому, перед проведением реакции не ленитесь, сядьте за компьютер и «пробейте» то, что вы собираетесь делать, на наличие прецедентов. Это сэкономит вам время и трудозатраты. Даже простой поиск в Google может помочь найти научную



информацию, доступные учебники on line, научно-популярные статьи. Вам повезло, вы живёте в век интернета, изобилия и легкодоступности информации. Но иногда приходится оторваться от стула за компьютером и пойти в библиотеку в поисках издания, недоступного он-лайн. Поверьте, сейчас это бывает не так часто, зато как полезно выбраться из не всегда здоровой атмосферы лаборатории и прогуляться по свежему воздуху до библиотеки...

Если вы нашли точную методику вашего синтеза – ваша задача облегчается, можно не ломать себе голову экспериментальными деталями, а просто следовать методике от загрузки реагентов до выделения и очистки продуктов, сравнив лишь потом физико-химические данные полученных соединений с описанными. Однако и тут может быть не все просто – методики пишут люди, которые могут допускать опечатки, ошибки или даже, случается, писать неправду. Поэтому готовьтесь, как учёный, относится ко всему критически. В том числе, и к своим собственным результатам.

Если методики не нашлось или она не воспроизводится, будем думать сами.

### 1.2.2. Планирование исходных реагентов

Если вы запланировали реакцию, надо полагать исходные реагенты, «исходняки», у вас уже есть. Нет? Остановимся на поиске starting materials («стартовых материалов»), которые соответственно, для органика, являются стартовым капиталом. Хочется надеяться, вы не воспринимаете в серьёз школьные схемы а ля цепочка реакций «получить из метана диэтиламид лизергиновой кислоты». Научный руководитель, наверняка вам предложил синтез, не совсем чуждый вашей лаборатории, и тогда, либо исходняки есть под рукой, либо ваши первые реакции – это именно синтез исходных материалов. Но, остановимся на таком моменте, когда, что делать вы уже знаете, а из чего – не понятно. Исходные реагенты могут быть из трёх источников:

1. Быть в наличии (то есть в запасе лаборатории), тогда надо только спросить, где их найти. В каких-то лабораториях есть электронный, регулярно обновляемый список реактивов, в других – надо обшарить самостоятельно все углы, поскрести по сусекам в поисках, не завалилось ли там чего. Простые реагенты, т.е. основные растворители, неорганические соли всегда есть в лаборатории в общем пользовании. Просто спросите, где они стоят.

2. Отсутствующие исходняки покупаемы – то есть их можно найти в коммерческих каталогах Aldrich, Alfa Aesar, Ercos, российских и прочих, и купить. В этом случае, если, конечно, вы не работаете в университете Западной Европы, придётся истребовать у руководителя средства на их приобретение и заложить от пары месяцев до полугода на доставку. На этапе студенческой работы, вряд ли вы будете столько ждать, поэтому останавливаться на этом варианте не будем. Просто помните, если вам пришла какая-то идея, требующая определенный реактив – сообщите о ней как можно раньше.

3. Исходняк надо синтезировать самому. В этом случае, ваша синтетическая цепочка удлиняется, и придётся делать парой реакций больше, чем вроде бы требовала новизна вашей идеи. Тогда делаем шаг назад, и по-новой проверяем, есть ли у вас исходные материалы для приготовления этого «исходняка».

Как понимаете, между вторым и третьим пунктом есть определённый баланс. Какие-то реагенты проще купить (то есть они дешёвы и легкодоступны), а какие-то проще «сварить» самим из-за их дороговизны и долгого времени доставки.

Помните о взаимозаменяемости реагентов. Проверьте наличие альтернативы. Если методика требует метиловый эфир какой-то там кислоты, а у вас под рукой только этиловый – задумайтесь, а есть ли разница, если вы всё равно собираетесь получить из эфира чистую кислоту или восстановить его до спирта. Если по методике нужна калиевая соль, а у вас только натриевая – оцените, может и такая сгодится. Вообще, старайтесь всё время задумываться, над тем, что вы делаете. Ясно представляйте себе, что вы хотите

получить, и что вам для этого нужно. Какие побочные реакции возможны, нет ли необходимости в предварительной защите тех или иных функциональных групп. Понимайте сущность и нюансы процесса, который вы собрались воплотить своими руками. Для этого придется обратиться к Великой и Органической химии, а для некоторых еще и Ужасной.

### **1.2.3. Механизм реакции.**

Именно здесь вы можете проявить себя настоящим химиком-органиком, а не просто лаборантом, проявить фантазию, продемонстрировать логику и остроту ума. Просчитать все ходы вперёд для этой шахматной партии, которую вы собираетесь сыграть с Природой, подчиняя её своей синтетической воле. И не вздумайте недооценить противника, будьте уверены, Природа еще вам покажет множество неожиданных и непредсказуемых ходов, вилок и шахов. Поэтому хорошо просчитайте заранее готовящуюся партию, постарайтесь предсказать механизм реакции и возможные его вариации. Это даст вам ключ к секрету победы, как достигнуть поставленной цели. Исходя из механизма вы сможете предсказать, какие должны быть условия реакции, наиболее подходящие растворители, возможные побочные продукты и многое другое... Изучайте органическую химию, это всё-таки ваш главный предмет по специальности... Её можно изучать даже в ущерб таким важным дисциплинам, как философия, физкультура и военная кафедра, обычно доминирующим в наших ВУЗах.

Рекомендуемая литература: ...

Приводить здесь всевозможные механизмы и синтетические подходы не будем. Об этом написано много хороших учебников, которые рассматривают механизмы реакций, предлагают стратегию органического синтеза, знакомят с альтернативными теориями и не разрешенными вопросами. А здесь мы не рассматриваем стратегию органического синтеза, не рассматриваем даже тактику этого сражения, а приводим лишь инструкцию к действию на передовой.

Таким образом, обдумав и написав себе возможный механизм (пусть даже не один), предположив оптимальные условия реакции и выстроив в уме строгий план синтеза, можно смело приступать к практической подготовке реакции.

## **2. Подготовка. Оформление банкета синтетической оргии.**

Перейдем непосредственно к практике. Потеретизировав в волю на предыдущих стадиях и создав свою философию синтеза, пора приступать к конкретным действиям.

### **2.1. Ведение журнала и расчеты**

Приступая к работе, важно правильно организовать своё рабочее место, свои мысли и действия, в принципе – самоорганизоваться. Самоорганизация – это скорее замечательное явление в супрамолекулярной химии, но также это слово вполне применимо и к обустройству своей работы в лаборатории. Именно в этом вам должно помочь это пособие. Одним из первейших аспектов организации – это изложение своих мыслей и действий в вербальной и знаковой форме, то есть письменно. Устно, конечно, тоже можно, но это только в американских фильмах ученые каждый эксперимент наговаривают в камеру и микрофон. Для вас – вашим органайзером будет лабораторный журнал. Лабораторный журнал – есть зеркало всего, что вы делаете и о чём думаете. Журнал представляет собой запись ваших экспериментов, в первую очередь действий, а во вторую – и мыслей. В лабораторном журнале вы отображаете всё, что вы собирались сделать, сделали и в итоге получили. Лабораторный журнал – это документ, это документальное подтверждение ваших открытий, побед, неудач, проигрышей и ничьих. Лабораторный журнал – это ваша первая капля вклада в Базу Знаний Мировой Науки, пусть это даже порой капля дёгтя, но она - Ваша, это то, что вы почувствовали руками и

подумали мозгом, и, самое главное, что вы можете передать другим. Описание успешного синтеза и радость нового чистого вещества, крупные и прозрачные как слеза кристаллы, с РСА для них, и красивым спектром ЯМР, страшное чёрное мазло неудавшейся реакции и объяснением, почему так делать не надо – это первый продукт вашей работы. Когда-нибудь кто-нибудь возьмет ваш журнал и захочет повторить ваш гениальный синтез, читая ваши строки как абсолютную истину. Именно на основе своих записей в журнале вы будете писать свою первую статью, её экспериментальную часть; статью, на которую будут ссылаться другие учёные, и которую будут находить по ссылками в Скопусе и СайнсФайндере, которой будут вдохновляться идеями на последующие открытия - открытия, которые будут стоять на плечах вашего опыта, как все мы сейчас стоим на плечах, например, Менделеева.

Идея – это важно, это первейшая вещь – но для вас. Её реализация – это вторая и основная составляющая, лимитирующая стадия – но опять же, она существует только для вас, пока вы не изложите её в письменной форме. Что бы значила музыка Моцарта, как бы ни была она гениальна, если бы он напевал её себе потихоньку и держал в голове, не переложив на ноты? Кто бы о ней узнал? Где бы были стихи Пушкина, если б он их только читал друзьям и возлюбленным, не утруждая себя записать на бумагу, не говоря уж том, чтоб напечатать в журнале? Такие же и результаты вашей работы, стихи экспериментальной части и музыка спектральных методов анализа.

Записывайте, записывайте – всё, что вы делаете. Отмечайте любые наблюдения. Прилагайте ТСХ, спектры и прочие результаты. Чем больше информации вы приведете к опыту, тем легче будет вам её интерпретировать. Тем легче будет вам её воспроизвести следующий раз. Тем больше доверия она получит в глазах других. Тем скорее другие смогут воспроизвести ваши результаты и оценить их. Но в первую очередь, аккуратное ведение журнала облегчает жизнь вам самим. Поверьте. Не думайте, что вы и так всё запомните, вы не первые, кто так думает. Автор сам был такой же. Детали быстро забываются, и при повторении приходится заново изобретать то, что вы уже одни раз изобрели. И второй раз может оказаться менее удачным, чем первый.

Лабораторный журнал. Итак, как вести запись.

Лабораторный журнал может быть как в *бумажном* виде, так и в *электронном*. Оба варианта имеют свои преимущества.

Бумажный журнал не требует компьютера под рукой, мобилен, легко пополняем, и сразу доступен для просмотра. Обычно это толстая тетрадь формата А4, где под каждый опыт отводится по крайней мере отдельная страница, заполняемая от руки.

Электронный журнал – это записи в электронном виде, самое простое в Ворде, или же специальных программах – например, ISIS Base или ChemOffice E-Notebook. Преимущества электронного журнала очевидны – определенная автоматизация записей, автоматизация расчета загрузок реакций, молярных масс веществ и выходов, легкое копирование и сохранение записей, возможность добавления ссылок на файлы спектров и прочих данных, быстрый поиск записи по любому критерию.

Поэтому идеал – это вести бумажный журнал непосредственно при проведении опыта, регулярно переводя записи в электронный вид. В реальности – старайтесь, по крайней мере, всё оперативно обличать в электронный вид. Особенно, если компьютер есть у вас сразу под рукой в лаборатории. Опять же электронный лабораторный журнал позволяет автоматизировать расчеты, не прибегая к калькулятору и делению/умножению «столбиком». Однако, для начинающих химиков необходимо сначала набить руку в расчетах вручную, чтоб полностью их понять и не задумывать над переводом грамм в моли, литров в граммы, молярности в объемы и т.д. Когда вы достигните в химических расчетах стойкого автоматизма, тогда их можно будет предоставить компьютеру. Порядок ведения записи в журнале один, как для бумажного, так и электронного.

ID	52	AP	703-	04.05.2008	Cyclisation								
-- E - Lab book -- (c) AProhor, 2008													
REACTION													
REACTION CONDITIONS:	Solvent: EtOH					Temp, C	81	Time	3h.	Yield, %	34		
REAGENTS													
#	Brutto	MW	Eq.	Calc. Mass	Fct. Mass (m)g	Quant., [mmol]	Density, [g/mL]	Volume, [mL]	Molarity, [mol/L]	Purity, [%]	Notes		
	C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> N <sub>3</sub> OS C <sub>9</sub> H <sub>20</sub> O <sub>3</sub>	169.21 176.26	1.00 5.00	2.66 14.26	2.66	0.0157 0.0785	0.88	0 0.0162		100 97			
PRODUCTS													
#	Brutto	MW	Ratio	Mass [mg]	Mol. yld [mmol]	Yield [%]	Description	M.p., C	Cryst. from	Rf 1	Eluent 1	Rf 2	Eluent 2
	C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> N <sub>3</sub> OS	207.26	1.00	1.10	0.0053	34	brown crystals	159	ethanol	0.80	ethylacetate	0.10	chloroform
PROCEDURE													
<p>К гидразону был прилит триэтилортопропионат и добавлен спирт (50 мл). Нагрето всё на бане до образования раствора. Кипятилось с обратным холодильником пару часов. Продукт так и не выпал. Контроль по ТСХ. Охлаждено, в морозилке. Выкристаллизовался продукт.</p>													
Experiment Comments:													
AP 703-	Mp.,C: 159	from: ethanol	!!!										
Structure	Stored:												
C 52.16% H 4.38% N 20.27% O 7.72% S 15.47%													
C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> N <sub>3</sub> OS			FW: 207.26	X-ray: N/A									
Found: C, 52.18; H, 4.51; N, 20.13%.						Solubility:							
Rf 1: 0.80 ethylacetate			Rf 2: 0.10 chloroform			ethanol (cr.) chloroform benzene (cr.)							
Notes:													
Other data: Mass: IR: UV-vis.													
Other data:													

Рис. Электронный лабораторный журнал в ISIS Base

Запись опыта состоит из:

- Номер опыта (обычно ваши инициалы и номер по порядку, например, AP703), дата опыта, краткое название (например, циклизация гидразона).
- Схема реакции: исходные реагенты, продукты, катализаторы. Механизм реакции.
- Условия реакции: растворитель, температура, давление, время.

- Загрузки и расчет количеств. Количества в граммах (миллиграммах) и молях, для жидких соединений и растворов – также объем, молярность. Обычно расчет делается на какой-то один исходный реагент, который для вас является лимитирующим. Здесь вам помогут справочники, где можно найти нужные данные на ваши соединения.

Коммерческие каталоги Aldrich, Alfa и др. – это не только прайс с ценами на реактивы, но и удобный справочник свойств соединений. Обычно каталог Aldrich есть в любой лаборатории и в нём можно найти такие данные как: молярная масса соединения, температура плавления и кипения, плотность, коэффициент преломления, техника безопасности обращения с реагентом, условия хранения, ссылки на литературные данные по его использованию. Поиск в каталоге возможен по названию в алфавитном порядке или по брутто-формуле соединения. В он-лайн версиях каталогов также возможен поиск по структуре или субструктуре ([www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)).

- Далее идет описание опыта и его аппаратного оформления (желательно с зарисовками установки). Подробное описание как готовили исходники и растворители, как смешивали, как вели реакцию, как выделяли и очищали продукт.

- Описание продукта (продуктов реакции). Выход по массе (в граммах, миллиграммах), количеству вещества (молях), а также обязательно выход в процентах от теоретического.

- Внешний вид продукта (твердый или жидкий, цвет, консистенция). Температура плавления или кипения. Коэффициент Rf. Запись о количествах вещества и месте его дальнейшего хранения.

Дальше:

- Доказательство строения. Физико-химические свойства, спектральные данные.

- Выводы, умозаключения, рассуждения.

Такова полноценная запись отдельного опыта. Старайтесь делать её во время и аккуратно. Это и есть самоорганизация.

Запомните, журнал – это очень важно. Это ваш документ. Это ваш паспорт как исследователя. И от вас зависит, будет ли он «выездным», какие «визы» окажутся в нём, разрешения и прописки.

И так, ПЕРЕД реакцией, в журнале записываете:

- номер опыта и дату, название, и, самое главное, схему реакции, которая представляет суть всего вашего опыта и указывает исходные реагенты, а также условия реакции – растворители, температуру, давление (если отлично от атмосферного), перемешивание, время реакции.

Составляя уравнения реакции, помните обо всех реагентах, которые участвуют в реакции, катализаторах, и растворителях.

Не забывайте о стехиометрии, в каком соотношении ваши реагенты будут реагировать, соответственно принимая коэффициенты для расчета. Расчет приводится обычно на какой-то один, основной реагент (например, которого у вас на руках меньше всего и который надо экономить).

Если у вас, например,  $A + B \rightarrow A-B-A$ , не забывайте учитывать, что вам нужно 2 моля А на 1 моль В (вполне распространенная ошибка машинально считать все количества реагентов как 1 к 1).

Также учитывайте, если у вас один реагент должен быть в избытке или недостатке. Избыток обычно указывается, например, как  $1.5^x$  (полуторократный),  $2^x$  (двукратный) и т.д.

Несколько труднее дело обстоит с растворителями. Если соотношение реагентов можно рассчитать из стехиометрии реакции, то количество растворителя – вещь эмпирическая, и часто довольно субъективная, приходящая из опыта «сколько надо взять растворителя на эту кучку вещества». Вам повезло, если есть методика синтеза для вашей реакции или подобной ей, тогда количество растворителя (то есть, по сути, концентрацию

раствора исходных реагентов) можно взять оттуда. Однако часто, это делается на глаз. Обычно, стоит принять, что реакции проводят при концентрациях  $10^{-1}$ - $10^{-3}$  моль/л. Однако, это очень средний показатель. Некоторые реакции необходимо проводить в разбавленных растворах (от  $10^{-6}$  моль/л), а некоторые – наоборот, при минимальном количестве растворителя, или же вообще, без него. Но помните, что скорость реакции зависит от концентрации (---вставить уравнение---). С другой стороны, минимальное количество растворителя может быть ограничено растворимостью исходных реагентов. Если реагенты умеренно растворимы, то часто лучше взять большее количество растворителя, чтобы получить изначально истинный раствор для реакции, чем вести её в «гетерофазе», то есть, например, в виде суспензии. Чем гомогеннее ваша реакционная смесь – тем быстрее и равномернее протекает реакция.

ПОСЛЕ проведения реакции, не забываете в журнале записывать:

- описание уже проведенного эксперимента, то есть ход реакции, наблюдения, способ выделения и очистки продуктов, их данные (полученные количества и выход в процентах и граммах, внешний вид, Tпл, Tкип, Rf, спектроскопические данные, результаты анализа, и любую другую полученную информацию).

## 2.2. Условия реакции и аппаратное оформление.

Сделав расчет реакции, подобрав условия и растворители, продумайте заранее аппаратное оформление. Как, в какой посуде, на каких установках вы будете, наконец, вживую осуществлять свой синтез.

Здесь вы переходите от бумаги к практике. У вас есть схема реакции, список исходных реагентов, и на листочке они очень легко справа за стрелочкой образуют какие-то новые продукты. Но как же заставить ваши реагенты взаимодействовать на самом деле, живьем? Естественно, что первое приходит на ум – их надо смешать. Но опять же, как это сделать?

Во-первых, определитесь, что представляют собой ваши исходники. Твёрдые ли это вещества в нормальных условиях, жидкие или газообразные? Представьте себе, как они могут физически между собой взаимодействовать. Твёрдое с твёрдым при смешении будет слабо взаимодействовать из-за ограниченной поверхности контакта. Жидкость с твердым веществом уже несколько лучше, однако, надо помнить, что поверхность контакта в этом случае будет определяться, насколько тонко измельчено ваше твердое соединение. Чем мельче частицы, тем выше поверхность контакта с окружающей жидкостью. Если исходные соединения жидкие, то тогда имеет значение, смешиваемы ли они, взаимнорастворимы ли, и насколько. Если жидкости не смешиваемы, они будут образовывать отдельные фазы и, опять же, поверхность контакта будет небольшой. Если какой-то из ваших реагентов газообразный, то вероятность, что он будет быстро реагировать с твердым веществом маловероятно, больше вероятность взаимодействия с жидкостью при пропускании газа через неё.

Для решения проблемы физического контакта между реагентами в подавляющем большинстве органических реакций используются *растворители*. Растворители предназначены, в первую очередь, привести компоненты в одно агрегатное состояние, чтобы интенсифицировать их взаимодействие. Таким образом, первым важным критерием в выборе является растворимость исходных реагентов. Растворимость исходных реагентов может быть разной, и один из них может растворяться, а другой нет. В этом случае реакция будет гетерофазной (т.е. в виде суспензии или эмульсии). Другим важным критерием является инертность растворителя по отношению к реагентам. Если растворитель сам вступает в реакцию, то он уже не растворитель, а реагент (хотя часто случается, что один из реагентов берется в большом избытке и таким образом играет роль также растворителя). Далее, не забываем, что характер растворителя может значительно влиять на протекание реакции, благоприятствовать одному механизму и препятствовать

другому. На это сильно влияют такие свойства растворителя, как его полярность и кислотность (будет ли он протонный или апротонный). Также важны такие свойства растворителя как его температура кипения и замерзания. Высокая температура замерзания не позволит вести реакцию при низких температурах, например, следует помнить, что ДМСО замерзает уже при +17, уксусная кислота при +10, бензол при +5, а этиловый спирт позволяет работать и при минус 100 С. Низкая температура кипения, наоборот, не позволит вести реакцию при высоких температурах. А скорость реакции, не забываем, напрямую зависит от температуры. (---вставить уравнение---) Здесь мы имеем палку о двух концах. Растворитель с большей температурой кипения даёт вам больший диапазон рабочих температур (от Т.пл. до Т.кип.), но высококипящий растворитель тяжелее испарить, то есть избавиться от него потом. Опять же, с другой стороны очень легкокипящие растворители не удобны в обращении, слишком быстро испаряются на воздухе или вскипают. Также важны такие критерии, как токсичность и стоимость растворителя. Иногда вполне разумно заменить один растворитель другим, более дешевым и менее ядовитым (например, хлороформ – дихлорметаном, бензол - толуолом). Также важна чистота растворителя.

На чистоте остановимся отдельно. В лабораторных реалиях, особенно российских, готовьтесь к тому, что большинство растворителей предварительно нужно чистить. Качество растворителей на российском рынке оставляет желать лучшего и, как правило, быть уверенным в качестве запускаемого в реакцию растворителя можно только почистив его собственноручно. Методики очистки растворителей можно найти в литературе (напр., «Спутнике химика»). Не ленитесь это делать, и в последствии вам не придётся гадать, отчего не получилась ваша реакция – от того, что она в принципе «не идёт», или от того, что исходный растворитель был просто грязный. Для постоянно используемых растворителей, требующих очистки, часто имеет смысл организовать постоянную установку для очистки и перегонки (классический пример – установка для перегонки ТГФ над калием в инертной атмосфере, позволяющая получить свежий сухой растворитель для чувствительных к влаге и кислороду металлоорганических синтезов).

Итак, перечислим еще раз критерии выбора растворителя:

- растворимость исходных соединений в растворителе
- полярность растворителя (таблицу полярности можно найти в справочниках, например, «Спутнике химика») и протонность растворителя (протонный или апротонный)
- стоимость растворителя
- токсичность
- температура кипения.
- температура замерзания
- чистота доступного вам растворителя.

Рекомендуемая литература: «Спутник химика», «Справочник химика», «Aldrich».

Таким образом, определившись с растворителем, необходимо задуматься об аппаратурном оформлении синтеза, правильно подобрать сосуды, в которые вы поместите своих реагенты или их растворы, и устройства для обеспечения требуемых условий реакции – температуры, давления, перемешивания, времени и прочего.

Наиболее распространённая конструкция для проведения органических реакций – это круглодонная колба, куда помещается реакционная масса и перемешивающий якорёк, снабжённая обратным холодильником, с возможностью подключения инертной атмосферы и помещённая в баню для нагрева или охлаждения, расположенную на магнитной мешалке или плитке (см. рис). Можно сказать, что 50% органических реакций осуществляются при таком аппаратурном оформлении, с возможными вариациями (например, при проведении реакции при охлаждении обратный холодильник может быть не нужен, и мешалка может быть без нагрева; колба может быть многгорлая, что позволяет добавлять реагенты в ходе реакции, по каплям через делительную воронку, и

многое другое). Достоинства установки – её универсальность, вы можете обеспечить условия реакции от -100 до +300 градусов, меняя атмосферу, добавляя реагенты, и всё это ‘one pot’, то есть, не меняя колбу, реакционный сосуд.

Существуют более сложные установки – для проведения реакции под давлением, с одновременной отгонкой продуктов, и так далее – здесь следует обратиться к лабораторному практикуму, мы не будем обсуждать все возможные варианты инженерной мысли в создании лабораторного оборудования. Остановимся на следующих моментах.

Первое, вам нужно правильно выбрать сосуд для проведения реакции. В подавляющем большинстве – это круглодонная колба. Она позволяет эффективно перемешивать массу, равномерно нагревать (или охлаждать), и далее, отгонять растворитель под вакуумом. Объём её выбирайте так, чтобы реакционная масса в целом занимала не более 2/3 объема, а если реакция протекает с кипением, газообразованием или вспениванием – и того меньше, не более половины объема.

Иногда применяют колбы Эрленмеера («треугольные»), если вы не собираетесь потом упаривать растворитель (под вакуумом можно использовать только круглодонные!), иногда лабораторные стаканы или пробирки, но это часто продиктовано лишь ограниченным количеством посуды в распоряжении. Круглодонная колба – это самое первое, что должно вам приходить в голову для проведения реакции.

Также учитывайте шлиф колбы (стандартные шлифы – это 14, 19, 24, 29), во-первых, чтобы можно было подсоединить холодильник, ротационник и другое оборудование, то есть учитывайте стыкуемость шлифов, а во-вторых, чтобы с выбранным диаметром шлифа (горла) колбы было удобно работать.



Рис. Установка для проведения реакции с нагревом и перемешиванием (а) фото (б) схема

Метод перемешивания. Перемешивание – это способ интенсификации и обеспечения равномерности процессов в реакционной массе. Обычно, для перемешивания достаточно магнитного якоря и магнитной мешалки его вращающей. Для особо густых



смесей может понадобиться механическое перемешивание. Также роль перемешивания может выполнять кипение, но в этом случае не забудьте перед нагреванием добавить в колбу кипелки. При перемешивании с помощью якоря кипелки не нужны, он сам выполняет их функцию. Существуют также установки для перемешивания ультразвуком.

Метод нагревания. Стандартный и наиболее безопасный метод нагревания – на бане. В зависимости от требуемой температуры выбирают наполнитель бани – от воды до песка и расплавов металлов. Универсальная баня в лаборатории – масляная, позволяет использовать нагревание от комнатной температуры до +300 С.

Метод охлаждения. Опять же баня, на этот раз от холодной воды до жидкого азота. Стандартные бани для охлаждения: лед (0 С), ацетон+сухой лёд (-40 С), спирт+жидкий азот (-78 С) и другие. Иногда, применяют внутренне охлаждение – например, добавляя лёд, сухой лёд или азот прямо в реакционную массу.

Изоляция от влаги и кислорода воздуха, то есть организация инертной атмосферы. Проведение реакции в таких условиях обеспечивает процедура Шленка (Schlenk technique). Она заключается в дегазации растворителей под вакуумом при замораживании, заполнении затем инертным газом и добавлении всех реагентов и проведения реакции в инертной атмосфере. Наиболее удобно это осуществлять при наличии вакуумно-аргоновой(азотной) линии.

Метод обеспечения давления. Для проведения реакций под давлением используются автоклавы - т.е. толстостенные сосуды, выдерживающие значительное внутреннее давление и, обычно, снабженные гарнитурой для подвода газа под давлением.

Выше были перечислены основные моменты, однако этот список наиболее универсальных приёмов – далеко не исчерпывающий, существует множество хитростей для технического решения тех или иных задач. Установки и приспособления в органическом синтезе готовы поражать воображение своей сложностью в сочетании с изяществом и инженерной выдумкой. Поэтому не забывайте обращаться к книгам и пособиям по лабораторному практикуму, где освещаются вопросы именно аппаратного оформления и реализации опытов. Рекомендуемая литература по практикуму: ... .

Продумав, рассчитав и подготовив всё, включая себя, для лабораторного эксперимента, переходим непосредственно к работе руками.

Рекомендуемая литература: Лабораторный практикум...

### **3. Реакция!**

Лабораторная работа – это, прежде всего, работа руками. Как бы хорошо вы ни были подкованы теоретически, как бы светла и сообразительна ни была ваша голова, без практической реализации руками ваша высокая идея останется только бесплотным духом и плодом вашего воображения. В химии, как в любой другой естественной или технической науке, необходимо достигнуть практического осязаемого результата, в отличие от некоторых гуманитарных направлений, к которым автор склонен относить в первую очередь философию, где «болтология» и словоблудие заменяют реальную работу. Несмотря на то, что в западной системе кандидаты наук как раз называются Ph.D. (Philosophy Doctor – Доктор Философии), как раз там, химикам для получения этой степени не надо сдавать философию, в отличие от умом необъятной логики российско-советской системы. Поэтому в химии очень важно научиться работать руками, освоить весь спектр лабораторных приёмов, начать «чувствовать» реакцию. Этого можно добиться только практикой, опыт придёт со временем. Это как научиться водить машину. С практикой приходит автоматизм выполнения операций, так что иногда вы даже не отдаете себе отчета о выполненной последовательности множества микродействий, это вроде как «выжать сцепление - включить передачу - приотпустить сцепление – тронуться – отпустить его полностью – набрать обороты на первой» или же «взять колбу Бунзена нужного размера – подобрать к ней воронку Бюхнера – вырезать фильтр – подключить вакуум – смочить фильтр чистым растворителем - вылить в воронку фильтруемую смесь

– слегка перекрыть вакуум предотвращая вскипание фильтрата в колбе – промыть осадок на фильтре чистым растворителем». Так что первое время вам придется брать «уроки вождения», то есть научиться базовым вещам в осуществлении эксперимента. Помните, что иногда из-за «кривых рук», из людей так и не получается в итоге нормальных химиков – надеюсь к вам это не относится. Так что не удивляйтесь, если первые ваши реакции, которые вам дадут делать, будут очень простые, далеко не новые, часто рутинные синтезы простых «исходняков». Вам надо сперва набить руку. А тренироваться лучше «на кошках». То есть на простых безопасных реакциях. Кстати, о безопасности.

### 3.1. Правила выживания в лаборатории

Химическая лаборатория – это место повышенной опасности. Каждый день вы будете работать с реально или потенциально опасными материалами, находиться среди ядовитых, огнеопасных, взрывчатых вещей. Помните об этом. Техника Безопасности, которую вы обязательно в порядке должны изучить и сдать по ней экзамен перед началом работы в лаборатории, является не формальностью, а суровой реальностью, написанной когда-то чей-то кровью. Не будем здесь пересказывать весь текст инструкций ТБ, вы его всё равно прочтёте отдельно в полном объеме, но остановимся на ключевых моментах.

Защитные очки. Занимаясь любой экспериментальной работой, всегда надевайте защитные очки. Случайная капля растворителя, кислоты, щёлочи, любого другого реагента может попасть вам совершенно неожиданно на кожу, одежду, волосы. Одежду купите новую, кожа скорее всего заживет, волосы отрастут. Но если эта случайная капля попадет в глаза – а вы можете и моргнуть не успеть, как это случится – то последствия могут быть необратимыми. Ожоги глаз лечатся долго, очень болезненно и далеко не всегда успешно. Поэтому при любой лабораторной работе очки всегда должны защищать глаза. Именно защищать, а не быть поднятыми на макушку, засунутыми в нагрудный карман и так далее. Даже если вы не сами работаете, а наблюдаете за кем-то другим. Тем более. В ДТП всегда в первую очередь страдают пассажиры, а не водитель.



Лабораторный халат. Старайтесь также всегда работать в халате. Во-первых, вы сэкономите на одежде. Как бы аккуратны вы не были, а микрокапли реагента могут привести вашу верхнюю одежду произведение современного авангарда – с неожиданными высокохудожественными дырами и пятнами. Во-вторых, халат защищает одежду от сорбции паров реагентов. Халат вы снимете и оставите в лаборатории, а одежду, пропитанную лабораторным запахом, потащите на себе домой. Так что, работая долгое время без халата, не удивляйтесь, если в конце дня люди в общественном транспорте будут шарахаться от вашего запаха. В-третьих, человек в чистом аккуратном белом лабораторном халате просто выглядит как-то более солидно, по-деловому и вызывает уважение, особенно, у непосвященных.

Защитные перчатки. Атрибут не обязательный, но желательный. Особенно если вы работаете с сильными кислотами, щелочами, окислителями, ядами, лакриматорами и прочими опасными реагентами. Многие вещества легко впитываются в кожу, и если даже не наносят немедленного вреда, то часто придают рукам постоянный, не смываемый аромат (например, индол). Минус перчаток – в них хуже чувствительность, соответственно легко выскользывают колбы, особенно влажные, вы не чувствуете температуру, руки потеют. Поэтому всё время перчатки носит не обязательно, но их необходимо надевать для проведения отдельных операций.

Пожароопасность. Большинство органических растворителей легко воспламеняющиеся жидкости. Помните об этом, не нагревайте растворы в открытой посуде, на открытых источниках пламени или открытых плитках. Помните об особой осторожности работы с легкокипящими горючими жидкостями, такими как эфир, ТГФ, гексан, пентан.

Перед началом работы выясните, где в лаборатории находятся огнетушители, рубильники электрооборудования и вытяжных шкафов, аптечка.

Работа со стеклом. Лабораторная посуда в основном стеклянная – колбы, холодильники, переходники, бани, делительные воронки, колонки – всё это стекло. Стекло – вещь хрупкая, поэтому обращайтесь с ней осторожно. Конечно, никому еще не удавалось работать в химической лаборатории и ничего не разбить, но всё же старайтесь минимизировать потери. Разбитая посуда грозит вам порезанными руками, потерянном ценным веществом, ожогами и пожарами. Не упоминая уже о том, что некоторая посуда сама по себе весьма дорогая и редкая. Поэтому действуйте аккуратно, без излишней силы. Если какой-то шлиф закусил и не поддается – можно его осторожно нагреть.

В случае нештатной ситуации (пожар, взрыв, утечка газа, наводнение, извержение вулкана или революция) - не паникуйте, действуйте сообразно обстоятельствам быстро и без суеты. Параллельно, ГРОМКО и не стесняясь, зовите коллег. Не старайтесь скрыть происшествие, всё равно оно обнаружится, а последствия вашего партизанского молчания могут вам и другим дорого стоить. Не стесняйтесь признаваться в своих ошибках – их допускают все, лучше открыто признать свою оплошность, чем кто-то случайно обнаружит, что вы её трусливо замолчали.

Старайтесь все операции делать в вытяжном шкафу (в просторечии – «в тяге»). Избегайте излишнего беспорядка на рабочем месте, не забывайте вовремя за собой прибираться, мыть посуду, протирать весы, убирать использованные ТСХ пластинки и капилляры. Для комфорта и эффективности работы важна рациональная организация рабочего пространства.

Рабочее пространство можно поделить на три зоны: *офисная* (письменный стол, компьютер), то есть место планирования и подготовки, и лабораторная – *лабораторный стол* и *вытяжной шкаф (тяги)*. Офисная зона может находиться как в отдельном от лаборатории помещении, так и непосредственно в ней. Во втором случае, старайтесь изолировать свой письменный стол от лабораторной зоны, во избежание попадания растворителей и прочих брызг на ваши записи и оргтехнику. Лабораторный стол предназначен для подготовки к опыту, взвешиванию веществ, также, кроме весов, на нем могут находиться УФ-лампа, ротационный испаритель, храниться образцы в закрытых ампулах. По сути, лабораторный стол обычно используется для предсинтетической подготовки и послесинтетической обработки. Непосредственно для самого синтеза, самой реакции предназначен вытяжной шкаф. В вытяжном шкафу обычно есть: кран с водой и слив в канализацию, электрические розетки, освещение, штативы с лапками для крепления колб, холодильников и прочих приспособлений, одна-две мешалки с нагревом и/или нагревательная плитка, вакуумно-аргоновая(азотная) линия, вакуумная линия для фильтрации или водоструйный вакуумный насос. Таким образом, часть площади в тяге занята плитками и мешалками (назовем её «варочная зона»), часть остается свободной для деятельности по выделению и очистке продуктов, для фильтрации, колонки, экстракции

и так далее («разделочная зона»). Также в тяге могут храниться сильно пахнущие и летучие реагенты. Старайтесь организовать всё так, чтобы всё было под рукой, шланги насоса, холодильников не приходилось тянуть через всю тягу, чтоб было разделение «варочной» и «разделочной» зон. Нагревательные плитки не должны находиться рядом с растворителями, колонками, фильтрующимися смесями и шлангами.

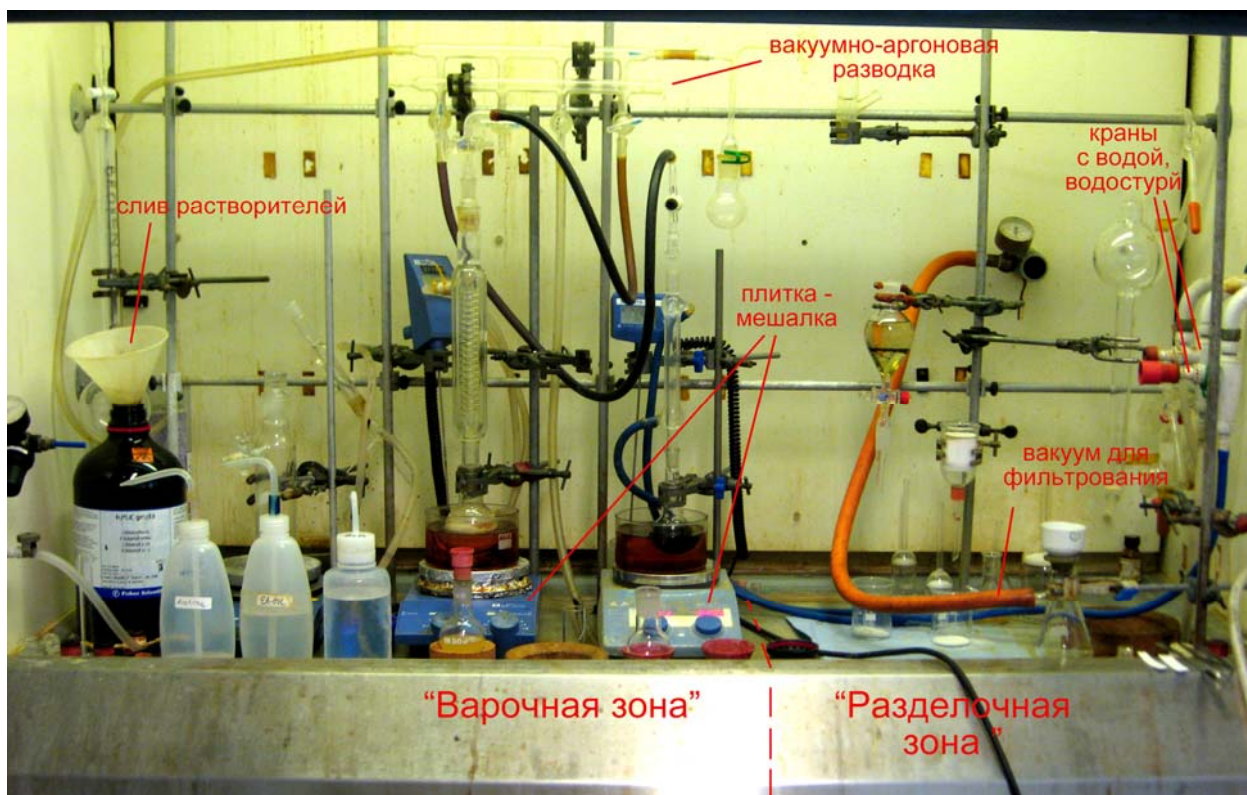


Рис. Вытяжной шкаф

Говоря о «правилах выживания», имеется в виду не только Техника Безопасности, но этика работы в коллективе, правила сосуществования с другими синтетиками. Эти правила, конечно, могут быть для каждой лаборатории свои, в каждом коллективе есть свои традиции и особенности. Что следует отметить - соблюдайте эти правила, уважайте ваших коллег. Не берите без спросу чужие вещи (посуду, инструменты), если взяли, с разрешения, – не забывайте без напоминания возвращать их назад в чистом и первозданном виде, на то же место, где взяли. Поскольку вы только начинаете свою работу, то скорее всего будете делить рабочее пространство с кем-то из старших коллег. В этом случае соблюдайте порядок, не вынуждайте кого-то прибираться или мыть посуду после вас. Если просыпали что-то, особенно на весах – сразу приберите за собой. Упаривали на ротационнике – не забудьте промыть его и вылить собранный растворитель из приёмной колбы. Если в лаборатории есть регулярные обязанности (например, разобрать сушильный шкаф, регенерировать растворитель, заказать растворители и прочее) – не забывайте это регулярно выполнять в свою очередь, и не ждите, пока за вас это сделает кто-то другой. Психологический комфорт в коллективе складывается из таких вот мелочей и не многим уступает по важности Технике Безопасности.

Соблюдайте эти правила выживания, как среди реактивов, так и среди людей, и работа будет только в радость, а лаборатория, как для многих химиков, станет вторым домом.

Рекомендуемая литература: «Техника безопасности» и «Этика семейной жизни».

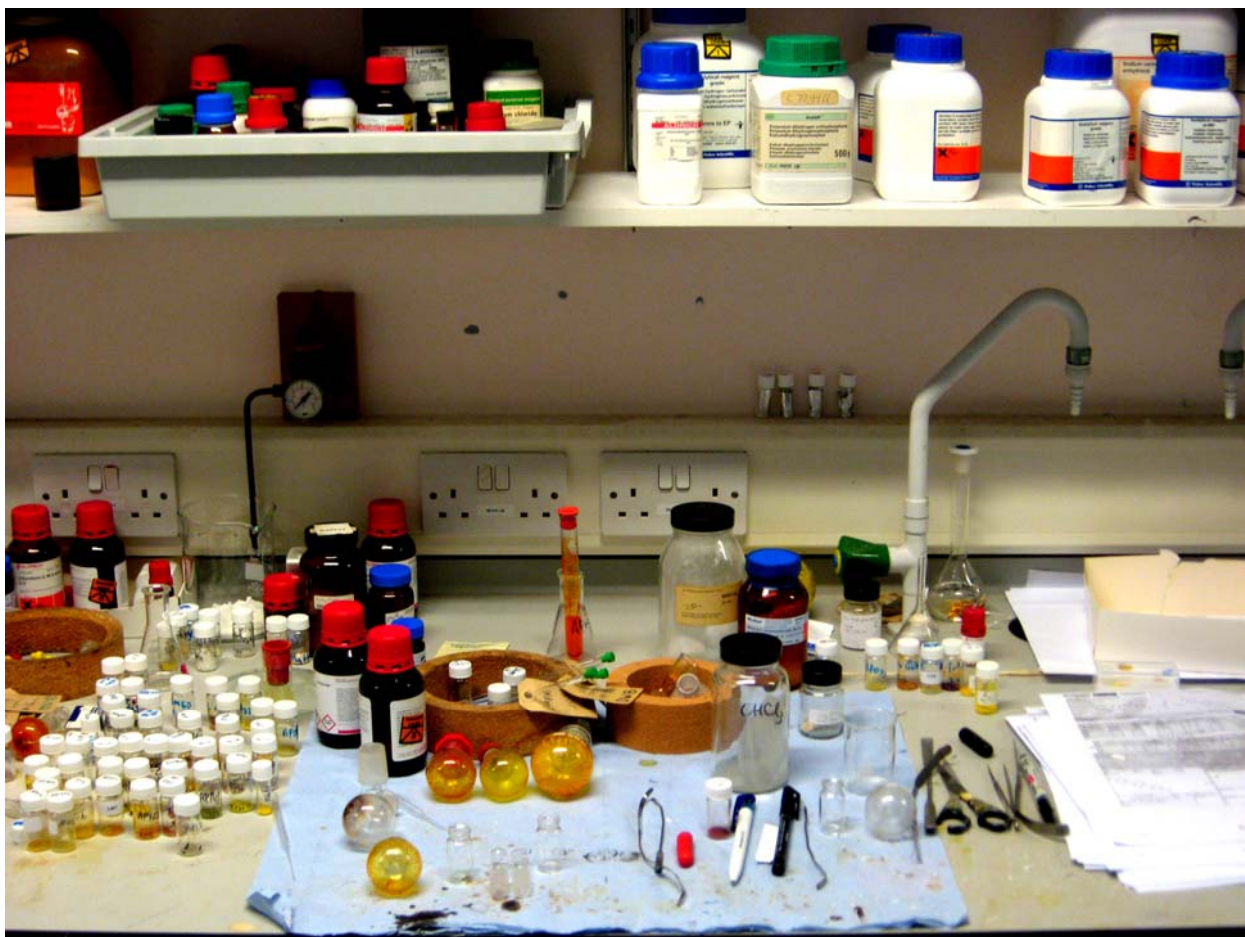


Рис. Лабораторный стол.

### 3.2. Запуск реакции. Поехали.

Наконец-то мы подошли к центральному пункту синтетической программы. Всё продумано, всё рассчитано. И так, впервые на арене... то есть в тяге... небывалый синтез.

Перед проведением реакции подготовьте всё, что вам понадобится. Проверьте наличие необходимых растворителей и реагентов. (О сколько было раз, когда половина реагентов уже загружена и растворена, когда оказывалось, что не хватает смешного количества какого-то реагента... А часть исходников уже в процессе, и назад их не вернуть...). Подготовьте необходимую посуду и инструменты (холодильники, переходники, якорьки и пр.). Смешивая компоненты, задумайтесь, насколько важен порядок их смешения – здесь вам не математика, от перемены мест слагаемых результат может измениться!

Смешав все компоненты, не забудьте добавить, если надо, кипелки, не забудьте включить воду в рубашку охлаждения холодильника, настроить перемешивание так, чтобы реакция хорошо промешивалась, но при этом не «срывало» якорёк, который может разбить колбу, выставить нужную температуру нагрева, отрегулировать ток аргона или азота для реакций в инертной атмосфере. Если реакция требует долгого времени, прежде чем оставить её без присмотра, дождитесь пока она «выйдет на режим», то есть, например, достигнет установленной температуры и будет равномерно кипеть без выплёскивания, вспенивания и прочих эффектов. Так же не забудьте проверить все параметры, уходя вечером и оставляя реакцию на ночь. Отрегулируйте напор воды в холодильнике так, чтобы он не прекратился совсем при некотором падении давления в трубах, но и чтобы при некотором повышении давления не соврало шланги с холодильника и не затопило тягу и всю лабораторию. А главное, всегда держите в уме, какие у вас в смеси компоненты, какие продукты получаются, и каких опасностей от них можно ожидать. Реакционная масса не должна быть для вас «каким-то мутным

раствором», вы должны представлять, что у вас в ней происходит. А приоткрыть эту завесу вам поможет контроль за ходом реакции.

### **3.3. Контроль реакции: условий и прогресса.**

Контроль реакции подразумевает, во-первых, контроль параметров: температуры, давления. Постоянство температуры поддерживается или термостатом, или же проведением реакции в кипящем растворителе с обратным холодильником (англ. *under reflux*). Контроль за давлением можно осуществлять по манометру автоклава. Во-вторых, контроль реакции – это мониторинг прогресса реакции. Как определить, когда все исходные соединения прореагировали, и остался только продукт? Первейшим средством контроля является тонкослойная хроматография (ТСХ).

Тонкослойная хроматография (ТСХ), она же *thin layer chromatography (TLC)*. В принцип хроматографии мы сейчас вдаваться не будем, а только напомним, что она основана на разной скорости сорбции-десорбции различных веществ из раствора на твердом носителе (силикагеле, то есть оксиде кремния, или оксиде алюминия). Заключается в том, что при нанесении раствора смеси веществ точно на пластину с тонким слоем силикагеля или оксида алюминия и последующим их смыванием растворителем, удастся разделить вещества, и визуализировать их отдельно стоящие пятна на пластине. Таким образом, можно контролировать, присутствует ли в смеси до сих пор исходник, сколько новых продуктов образовалось и т.д. Помните, что люминесцентные и поглощающие УФ-излучение (ароматические или сопряженные системы) можно визуализировать под УФ-лампой, для других соединений (алифатических производных и т.д.) ТСХ-пластины нужно проявлять под действием определенных реагентов (в парах йода, растворе перманганата калия и пр.). ТСХ может использоваться, как вы понимаете, не только для контроля реакции, но и для сравнения продукта с исходником, оценки чистоты вещества, и, самое главное, для подготовки колоночной хроматографии (но о ней позже).

Главное, не ленитесь периодически ставить хроматограмму (т.е. ТСХ), это ваше основное средство слежения за прогрессом реакции. Кроме ТСХ, есть другие способы отслеживания – спектроскопические, это ЯМР, УФ-спектроскопия, но все они уже более сложные, требующие специального оборудования, однако не надо о них забывать. Также не забывайте о визуальных признаках прохождения реакции – изменении цвета, выпадении осадка, выделении газа и прочих проявлениях, не забывая, правда, что они носят только качественный и достаточно субъективный характер. Другой метод контроля хода реакции – по времени. Это относится к случаям, когда вы знакомы с реакцией и можете предположить, сколько она может занять времени или просто воспроизводите существующую методику. Тогда достаточно «вслепую» выдержать реакцию нужное время, с запасом, и приступить к выделению продуктов. Но всё равно лучше лишний раз проконтролировать ТСХ, чем выделить недореагировавший исходник и делать всё заново.

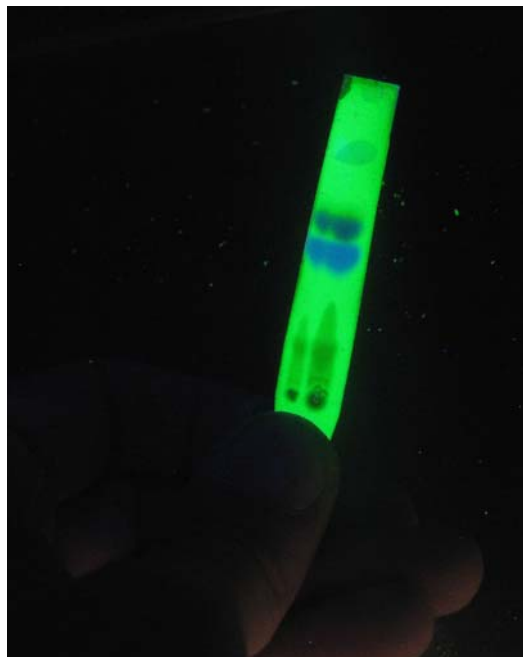
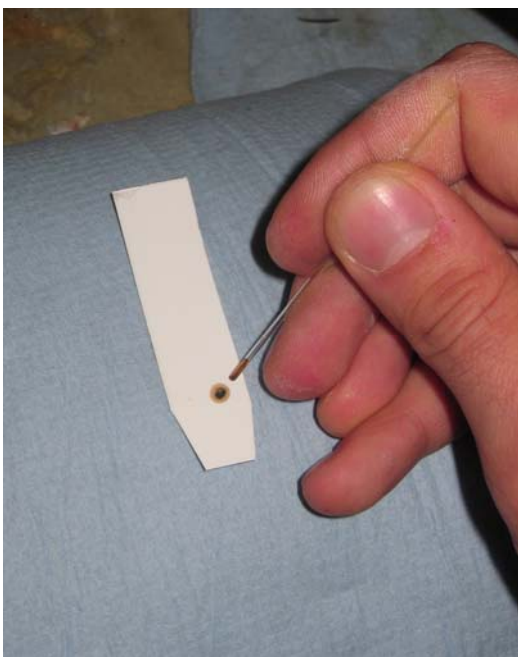


Рис. ТСХ: нанесение раствора и визуализация в УФ-свете

#### 4. Выделение и очистка

Допустим, вы убедились, что реакции прошла, и вот перед вами конечная реакционная масса – обычно, смесь растворителя с основным продуктом или продуктами, с побочными, с катализатором, и прочими примесями. Теперь перед вами задача выделить целевые продукты в чистом виде. Задача нелёгкая. Часто не так сложно провести реакцию, чем выделить и очистить её продукты. Обычно это самая трудоёмкая часть работы, требующая определенного искусства.

Чтобы правильно выбрать методы выделения и очистки продуктов из реакционной массы, старайтесь представлять себе, какие соединения у вас есть в смеси, и какими свойствами они обладают (агрегатное состояние, растворимость и прочее). В этом, в первую очередь, помогает логика, понимание механизма реакции, предсказание структуры продуктов. В определенной мере, помогает мониторинг реакции, о котором говорилось ранее, благодаря ему, вы уже можете иметь приблизительное представление о количестве продуктов и их свойствах.

Итак, у вас есть смесь веществ. Как их разделить? Будем исходить из того, что реакцию вы проводили в растворителе.

Во-первых, если в результате ваша реакционная смесь представляет собой не раствор, а суспензию, то есть смесь твёрдого с жидким, всегда можно постараться первоначально отделить нерастворимое твердое вещество от раствора. Есть такое правило: «Выпало – отфильтруй». Итак, вот один из методов выделения: *фильтрация*. Таким образом, вы сможете отделить выпавший в ходе реакции продукт от остальной реакционной массы, таким образом можно избавиться от нерастворимого катализатора, от неорганических солей и прочего. Не всегда образовавшийся осадок можно легко отфильтровать. Если он слишком мелкий и забивает поры фильтра, тогда его можно постараться отделить *центрифугированием*. Наоборот же, если осадок крупный и тяжёлый, жидкость от него можно отделить *декантированием*, то есть просто аккуратно слить растворитель с осадка в другой сосуд.

Рис. Фото и схема фильтровальной установки

Если образовавшийся продукт – жидкость, несмешивающаяся с растворителем, вы можете отделить её сепарацией в делительной воронке, слив нижний, более тяжелый слой, и оставив верхний.

Во-вторых, если у вас изначально присутствовал растворитель, то вполне логично первым делом удалить его, особенно если у вас получился раствор и отфильтровывать там нечего. Растворитель можно удалить *упариванием*. Основным методом упаривания – это отгонка растворителя на ротационном испарителе под вакуумом. Испаритель («ротационник») представляет собой установку, в которой колба со смесью подключается к вакууму, при этом вращается и нагревается на бане. При пониженном давлении и повышенной температуре, а также вращении, увеличивающем площадь испарения, растворитель испаряется быстро, конденсируясь в холодильнике-конденсоре и собираясь в приемной колбе. Ротационный испаритель один из незаменимых и наиболее используемых устройств в лаборатории.



Рис. Ротационный испаритель: живъём (а) и принципиальная схема (б)

Испарив растворитель, вы получаете сухой остаток реакционной массы, и если вам посчастливилось иметь в реакции только один единственный продукт, то можно сказать, что вы его выделили.

Другой метод выделения продукта из раствора – *осаждение* (обычно говорят: *высадить* продукт). Он заключается в добавлении к реакционной массе избытка другого растворителя, который смешивается с первым (например, воды к ДМФА), но в котором продукт не растворим. В результате при добавлении этого растворителя продукт выпадает в осадок (если он, конечно, твердый) или образует отдельный слой жидкости (если он жидкий), и далее вы его можете отделить вышеописанными методами.

В-третьих, для выделения продукта из раствора смеси веществ можно использовать *экстракцию*. Экстракция представляет собой перевод вещества из одного раствора в другой, и заключается в добавлении к исходному раствору другого растворителя,



несмешивающегося с исходным, и в котором экстрагируемый продукт лучше растворяется. Два растворителя, исходный и добавляемый, образуют две отдельные фазы. При их интенсивном перемешивании (обычно встряхиванием в делительной воронке), вещество переходит из одного растворителя в другой. При этом остальные примеси могут оставаться в исходном. После разделения двух фаз, нужная вам упаривается, и вы получаете в остатке нужный вам продукт.

Рис. Фото и схема установки для экстракции

Также можно экстрагировать из сухого остатка смеси добавлением растворителя, в котором нужный продукт растворяется, а примеси нет. Или же наоборот. Примеси уходят в растворитель, а продукт остается в твердом виде.

Другой метод отделения твердого продукта от твердых примесей, это *перекристаллизация*. Заключается в растворении продукта при температуре закипания растворителя. Растворитель подбирается таким образом, чтобы целевой продукт в нем плохо растворялся на холоду, и хорошо – при закипании растворителя. Процесс заключается в следующем. При нагревании в растворителе продукт растворяется. Какие-то из примесей, которые вообще нерастворимы в данном растворителе – нет. Тогда горячий раствор продукта отделяется от нерастворимых примесей при помощи фильтрации (называется *горячее фильтрование*). Далее, при охлаждении горячего раствора, продукт выкристаллизовывается обратно (выпадает). Какие-то примеси, которые, наоборот, хорошо растворимы в данном растворителе даже на холоду, остаются в растворе. Остаётся только отделить чистый, перекристаллизованный продукт. Перекристаллизация считается наиболее эффективным методом очистки твёрдых веществ. Естественно, надо помнить, что примеси также могут перекристаллизовываться из данного растворителя.

Метод разделения жидких веществ называется *перегонкой*. Основан на разной температуре кипения веществ. Заключается в нагревании смеси до температуры кипения. При этом отгоняются сначала наиболее легкокипящие соединения, потом с более высокой температурой кипения. Конденсируя пары в прямом холодильнике и собирая по отдельности конденсат при разных температурах кипения, можно получить из смеси изолированные соединения. Однако надо помнить, что некоторые жидкости могут иметь близкие температуры кипения и их будет трудно разделить, а некоторые образуют азеотропы, то есть смеси, которые разделить перегонкой нельзя.

Рис. Фото и схема установки для перегонки

В-четвертых, для разделения смесей веществ, не важно, жидких или твердых, остается один универсальный, и на настоящий момент самый востребованный метод – *хроматография*. Мы упоминали хроматографию ранее, на примере ТСХ. Для препаративного разделения веществ в основном используют *колоночную хроматографию*. Она также основана на разной скорости сорбции-десорбции различных веществ из растворителя на твердом мелкодисперсном носителе – силикагеле или оксиде алюминия. В результате, при пропускании раствора веществ через колонку, наполненную таким носителем, различные вещества проходят через неё с разной скоростью, то есть выходят по отдельности. Это очень грубое описание хроматографии, поэтому для изучения и практического применения рекомендуется обратиться к специальной литературе по теории и технике хроматографии. Единственное, отметим, что хроматография исключительно универсальный метод, позволяющий разделить практически любые смеси. Единственное, что он требует постоянного запаса силикагеля в качестве расходного материала, иногда достаточно большого количества растворителей и порой

бывает достаточно трудоемким. Но всё равно, это основной метод разделения и очистки соединений в органической химии.

Рис. Фото и схема хроматографической колонки

Это были приведены основные методы выделения и очистки продуктов в органической химии. Естественно, каждый из них имеет свои нюансы, свои варианты аппаратного решения, и описать их все здесь не представляется возможным, да и нет у нас такой задачи. За конкретным решением определенной технической проблемы следует обращаться к литературе по методам лабораторного практикума. И помните, что вы живёте в век информационных технологий, и в интернете можно найти подробные описание лабораторных процедур, включая видеоуроки и видеолекции на Youtube (например, по колоночной хроматографии).

Следует только еще раз заметить, что выделение и очистка соединений – это порою сложный, многостадийный процесс, требующий искусства и определенного природного чутья. Порою, он включает в себя такие микродействия, такие субтильные вещи, которые трудно объяснить и которым трудно научить, они приходят только с собственным опытом. Наверно, у каждого химика, как у повара-виртуоза, есть свой набор таких хитростей, которые он сам приобретает методом проб и ошибок. Трудно научить такому приёму, например, как «затирка мазла», когда вязкий, маслообразный продукт под действием растворителя «затирается» в красивое кристаллическое вещество. Этот эффект, несомненно, заключается в том, что продукт «мазлит» из-за каких-то примесей, а правильно подобранный растворитель растворяет их, оставляя чисто вещество нерастворенным.

В любом случае, всегда старайтесь ясно представлять, что у вас может быть в реакционной массе, какими свойствами могут обладать эти вещества. Старайтесь держать в уме свойства растворителя – его полярность, температуры кипения и замерзания (чтобы не пытаться выкристаллизовать продукт из бензола в морозилке при  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), учитесь прогнозировать свойства продуктов (следует ли ожидать твёрдого вещества или жидкости, насколько оно будет полярно и в чём растворимо), не забывайте о присутствии вспомогательных компонентов. Всегда держите в голове «картинку» вашей реакции, чтобы отдавать себе отчёт, что у вас ушло с фильтратом, а что осталось в фильтре, какие компоненты перешли в хлороформный слой, а какие остались в водном при экстракции, и не выкинуть по ошибке нужную фракцию, оставив себе «пустышку».

Таким образом, как вы видите, понятия «выделение» и «очистка» вещества неразрывно связаны. По сути, очистка, это есть отделение вещества от примесей, то есть выделение из смеси веществ. Однако, иногда, эти понятия разделяют. Обычно, при этом подразумевается, что вещество выделяют в «сыром» виде (crude product), то есть с некоторыми примесями, и потом отдельно чистят. В этом случае, для финальной очистки применяют перекристаллизацию или возгонку с сублимацией – для твердых веществ, и перегонку – для жидких.

## 5. Доказательство строения

Получив, выделив и очистив какое-либо соединение, необходимо доказать, во-первых, его чистоту, а во-вторых, самое главное, его структуру. Прекрасно, если вы выкристаллизовали чудные кристаллы вашего продукта, или перегнали его в виде чистой, как слеза, бесцветной жидкости, но вам всё-таки нужно как-то понять, что это такое на самом деле. Желаемый ли ваш целевой продукт, исходное ли соединение, какая-то побочная примесь, или совершенно новое неожиданное вещество, которое принесёт вам в итоге мировую славу – это еще предстоит выяснить. Итак, доказательство строения.

В результате выделения и очистки, вы получили какое-то вещество, твёрдое или жидкое, в том или ином количестве. Как понять, что вы держите в руках?

### 5.1. Литературные данные

Если вы ожидали получить известное и описанное вещество, то, естественно, вполне логично сравнить его физико-химические свойства с описанными для него. Все параметры, которые вы можете оценить, должны совпадать. В этом случае, порой даже не обязателен весь комплекс методов анализа, достаточно убедиться в совпадении нескольких характеристик, чтобы считать продукт соответствующим предполагаемой структуре.

Если же характеристики не совпадают, то есть вы получили что-то другое, если принципиально синтезировали неописанное соединение, или просто получили что-то неожиданное и пока не понятное, задача по идентификации продукта заметно сложнее и потребует ряда наблюдений, анализов, чтобы прийти к какому-либо заключению.

И в том, и в другом случае, сравнивая ли с известным соединением, или собирая факты для установления структуры неизвестного, на какие характеристики стоит обратить внимание в первую очередь.

### 5.2. Внешний вид и поведение

Во-первых, в первую очередь вы уже имеете такой показатель, как внешний вид. Агрегатное состояние, цвет, консистенция. Уже этого может быть достаточно, чтобы в некоторых случаях сказать, по крайней мере, что это определено «не то». Если, например, ожидали бесцветную жидкость, а получили жёлтые кристаллы.

Во-вторых, сразу в лаборатории, не отходя от тяги, вы можете проконтролировать, по крайней мере, чистоту продукта с помощью ТСХ. Если на ТСХ вы обнаруживаете два и более пятна, это уже повод думать, что вещество грязное или же не стойкое и разлагается на силикагеле в процессе тонкослойной хроматографии.

Далее, еще на стадии выделения и очистки продукта, его поведение может дать вам определенную информацию к размышлению. Если ожидаемое вами неполярное органическое соединение почему-то исключительно хорошо растворяется в воде, но не желает в органических растворителях, есть повод задуматься, а не выделили вы вместо вашего продукта просто какую-то неорганику, которая могла присутствовать у вас в реакции.

### 5.3. Базовые физико-химические показатели

Следующие показатели – *температура плавления* или *температура кипения*. Они позволяют сравнить их литературными данными ожидаемого соединения или, например, исходняка. Сравнение температуры плавления продукта с исходным реагентом – быстрый способ проверить, а не выделили ли вы назад исходняк. Однако надо помнить, что наличие примесей приводит к понижению температуры плавления по сравнению с чистым веществом.

Еще один показатель для идентификации и проверки чистоты жидкостей – *коэффициент преломления*. Для его измерения необходим *рефрактометр*.

*Проба Бельштейна*, которую также можно провести сразу на месте в лаборатории, даст вам ответ, содержит ли ваш образец хлор, бром или йод.

Для дальнейшего исследования вашего продукта, придётся выйти из лаборатории и обратиться к более сложным методам анализа.

### 5.4. ЯМР-спектроскопия

Для химика-органика, первейшим методом анализа, наиболее распространенным и информативным, является спектроскопия ЯМР (ядерного магнитного резонанса). Для установления и доказательства строения любой современной химик в первую очередь тащит любой свой продукт на ЯМР. ЯМР-спектроскопия – это обширный раздел науки, и здесь мы не будем вдаваться в его теорию и всевозможные аспекты применения. Скажем только, что ЯМР – это спектроскопический метод анализа, основанный на том, что ядра

любого элемента, не имеющие нулевой спин, в постоянном магнитном поле могут иметь разную ориентацию, и при облучении в радиочастотном диапазоне могут её изменять, что возможно зарегистрировать. ЯМР-спектроскопия, таким образом бывает на различных ядрах (протонах –  $^1\text{H}$  ЯМР, ядрах углерода  $^{13}\text{C}$ , фтора  $^{19}\text{F}$ , и так далее). Наиболее рутинным методом является спектроскопия ПМР (протонного магнитного резонанса, на ядрах  $^1\text{H}$ ), далее по своему значению идёт спектроскопия на ядрах углерода. Спектры ЯМР (протонные, углеродные и т.д.) дают исключительно богатую информацию о типе и окружении ядер, для которых был записан спектр. Таким образом, ЯМР, в особенности протонный и углеродный – это самый первый инструмент установления и доказательстве строения органических соединений. Для начала ознакомления с методом рекомендуется следующая литература: ... .

### **5.5. Масс-спектроскопия**

Следующий по важности метод анализа – это масс-спектроскопия. Опять же не вдаваясь в подробности теории и практики метода, отметим только, что масс-спектроскопия даёт информацию о молекулярной массе соединения, а также молекулярной массе отдельных фрагментов молекулы. Как вы понимаете, это очень важная информация, помогающая в точном определении брутто-формулы соединения и его структуры. Также отметим, что масс-спектроскопия высокого разрешения (HRMS – high resolution mass-spectroscopy) считается достаточной для подтверждения чистоты вещества.

### **5.6. Элементный анализ**

Наравне с масс-спектроскопией, идёт элементный анализ. Элементный анализ даёт информацию о процентном по массе содержании того или иного элемента в образце (наиболее распространённый анализ – это на углерод, водород, азот – CHN, наиболее распространенные элементы в органической химии). Масс-спектроскопия и элементный анализ дополняют друг друга, позволяя однозначно определить брутто-формулу соединения. Также элементный анализ используется как подтверждение чистоты вещества. Допустимы отклонения полученного анализа от расчётного – это  $\pm 0.3\%$ .

### **5.7. ИК-спектроскопия**

Еще один важный спектроскопический метод анализа, это инфракрасная спектроскопия (ИК). До изобретения ЯМР это был одним из основных методов анализа для химика-органика. Метод основан на регистрации поглощения ИК-излучения веществом и даёт информацию о наличии или отсутствии тех или иных функциональных групп. Он позволяет однозначно распознать карбонильные соединения, ароматические структуры, ацетилены, спирты, амины, нитрилы и так далее.

### **5.8. Рентгено-структурный анализ – последняя инстанция**

Когда уже ничего не помогает однозначно определить структуру, часто последней инстанцией является абсолютный метод установления строения – рентгеноструктурный анализ (РСА) монокристаллов. Он основан на дифракции рентгеновских лучей на трехмерной кристаллической решетке и даёт однозначную информацию о структуре, включая геометрию молекулы, длину связей между атомами, углы между связями, упаковку в молекул в кристалле. Основная сложность для реализации этого метода – необходимо получить монокристалл исследуемого вещества размерами не менее 0.1-0.2 мм по крайней мере в двух измерениях. Выращивание кристаллов представляет собой целое искусство, требующее, в первую очередь, терпения, поскольку залог получения достаточно крупного кристалла – это медленность процесса кристаллизации. Если вам удалось вырастить подходящий кристалл – РСА практически сразу даст вам однозначный ответ о строении вашего вещества. Особенно этот метод важен когда нужно знать геометрию молекулы, широко используется в координационной химии. Однако следует

учитывать, что РСА еще и достаточно дорог (рыночная цена порядка 100 евро за структуру). Из-за совокупности этих причин, не смотря на свою абсолютность, РСА применяется гораздо реже, чем ЯМР, масса, элементный анализ.

Итак, доказательство строения вещества потребует от вас строгой логики, богатой фантазии, наблюдательности, терпения и здорового критического подхода. И в первую очередь, конечно же, глубокого изучения теоретических и практических аспектов методов анализа органических соединений.

## **6. Выводы**

Успешно завершив синтез, выделив и охарактеризовав продукты, осталось прийти к какому-то заключению, выводу. Что вам дал этот эксперимент? Для ответа на этот вопрос лучше всего обратиться к началу этой истории – целям и задачам. Достигли ли вы поставленных целей? Насколько полно? А если не достигли – то почему, какие могут быть причины и существует ли возможность их устранить или обойти? Ведь кроме практического результата, не зависимо, положительного или отрицательного, каждый эксперимент должен научить вас чему-то новому, обеспечить полезной информацией, дать пищу для размышлений. Не старайтесь сразу же повторить неудавшуюся реакцию, сначала сделайте предположения, почему он не удалась. Бездумное повторение вряд ли что-то исправит. В ходе исследования не проходите мимо необъяснённых фактов, явлений и результатов, не закрывайте глаза и не старайтесь их сразу объяснить нечистотой эксперимента [см. ПНвС, о неразменном пятаке]. Возможно, вы неожиданно коснулись чего-то нового, неизвестного и интригующего. Ведь как раз так, совершенно случайно, и делаются открытия, делаются теми, кто не прошел мимо них, не заметив, или того хуже, не захотев заметить. «Имеющий уши да услышит», имеющий глаза - да увидит, имеющий руки - да пощупает, ну и так далее...