

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования

**«МИРЭА – Российский технологический университет»**

# РТУ МИРЭА

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

**ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

**по дисциплине «Химия элементоорганических соединений»**

**НАПРАВЛЕНИЕ ПОДГОТОВКИ**

**18.04.01 «Химическая технология»**

**ПРОФИЛЬ**

**«Химическая технология высокомолекулярных и элементоорганических соединений»**

**КВАЛИФИКАЦИЯ ВЫПУСКНИКА**

**МАГИСТР**

**Москва 2021**

**Содержание**

Введение

1. Основные положения
   1. Цели и задачи лабораторной работы
   2. Выполнение лабораторной работы
   3. Руководство лабораторной работой
   4. Техника безопасности в лаборатории
2. Содержание лабораторных работ
3. Требования к оформлению лабораторной работы
4. Порядок защиты и критерии оценки лабораторной работы **ВВЕДЕНИЕ**

Выполнение лабораторных работ (ЛР) является одной из основных форм работы студентов. Настоящие методические указания посвящены вопросам методики выполнения и оформления лабораторных работ по дисциплине «Химия элементоорганических соединений» и предназначены для студентов магистратуры, обучающихся по направлению 18.04.01 «Химическая технология».

Методические указания содержат следующие разделы: основные положения, содержание лабораторных работ, требования к оформлению работ, порядок защиты и критерии оценки лабораторной работы.

Методические указания необходимы студенту для понимания предназначения лабораторной работы и предъявляемых требований к ее структуре, содержанию, объему и оформлению. Лабораторная работа выполняется под руководством преподавателя, в процессе ее выполнения студент развивает навыки, необходимые для дальнейшей профессиональной деятельности, закрепляя и расширяя знания, полученные при освоении программы магистратуры. При выполнении лабораторной работы студент должен показать свое умение работать с химическими материалами и реактивами, специальными литературными источниками, анализировать и систематизировать фактический материал, самостоятельно и творчески его осмысливать.

Лабораторная работа, оформленная в соответствии с предъявляемыми к ней требованиям, дает возможность студенту приобрести полезные навыки, необходимые для дальнейшей профессиональной деятельности.

Методические указания были составлены в соответствии с Инструкцией по организации и проведению лабораторных работ, утвержденной решением Ученого Совета МИРЭА от 26.10. 2016 г., протокол №2 (Инструкция СМКО МИРЭА 7.5.1/04.И.05-16).

1. **Основные положения**

**1.1. Цели и задачи лабораторной работы**

Основной целью выполнения ЛР в структуре ОП магистратуры является формирование и закрепление компетенций путѐм практического использования знаний, умений и навыков, полученных в рамках теоретического обучения, а также выработка самостоятельного творческого подхода к решению конкретных профессиональных задач.

ЛР по дисциплине «Химия элементоорганических соединений» нацелена на подготовку магистров к самостоятельному выполнению исследовательской работы, овладение начальными навыками этой работы, развитие их творческого потенциала. Дисциплина «Химия элементоорганических соединений» имеет своей целью способствовать формированию у обучающихся профессиональной компетенции ПК-3 в соответствии с ФГОС ВО 18.04.01 «Химическая технология». Вид деятельности – научно-исследовательская. Дисциплина обеспечивает формирование и закрепление указанных компетенций.

В связи с вышесказанным, выполнение ЛР представляет собой практическую работу, целью которой является развитие творческих навыков, в том числе в области научно-исследовательской деятельности, а также детальное изучение вопросов, связанных с дисциплиной «Химия элементоорганических соединений». ЛР имеет прикладной характер и затрагивает как частные, так и общие положения химической кинетики, связанные с избранным видом профессиональной деятельности.

Основными задачами лабораторной работы по дисциплине «Химия элементоорганических соединений» являются:

* овладение магистрами навыками выполнения лабораторных работ;
* развитие индивидуальных творческих способностей студента;
* усвоение методов практической аналитической работы: составление лабораторного практикума и отчета по работе.

В процессе выполнения ЛР магистр должен приобретать умение вести исследование – подбирать, анализировать, обобщать материал, системно излагать его научным стилем, обосновывать выводы, оформлять работу. Лабораторные работы последовательно готовят выпускника, наращивая владение элементами исследовательской работы.

В соответствии с целью и задачами назначение лабораторной работы по дисциплине «Химия элементоорганических соединений» в учебном процессе конкретизируются в процессе приобретения студентами следующих знаний, умений и навыков:

* работы с литературными источниками: использование научно-технической и справочной литературы, материалов нормативных документов;
* разработки плана отчета ЛР;
* понимания структуры лабораторной работы
* научного и делового стиля изложения материалов работы;
* редакторского оформления работы в соответствии с установленными требованиями;

В ходе работы студент не только должен выполнить предложенную работу, но и показать своѐ отношение к ней, продемонстрировать осознанность выбора своей будущей профессиональной деятельности.

* 1. **Выполнение лабораторной работы**

ЛР выполняется под руководством преподавателя подгруппами студентов, состоящими из 2-3 человек каждая. Распределение студентов по подгруппам, выбор тематики лабораторной работы, условия проведения эксперимента, особенности составления отчета по лабораторной определяется преподавателем.

* 1. **Руководство лабораторной работой**

Руководителем ЛР, как правило, является преподаватель, ведущий данную дисциплину. Руководителем также может быть преподаватель, ведущий практические занятия или иной преподаватель соответствующей кафедры.

В обязанности руководителя ЛР входит:

* инструктаж техники безопасности в лаборатории;
* разработка задания на ЛР;
* конкретика требований к содержанию и объему ЛР на основе методических указаний, разработанных на кафедре и доведение их до сведения студентов при выдаче заданий на лабораторную работу;
* определение основных направления деятельности студентов по выполнению ЛР в соответствии с заданиями;
* осуществление контроля за процессом выполнения и консультирование студента по вопросам выполнения ЛР.

**1.4. Техника безопасности в лаборатории**

* + 1. При работе с химическими веществами студент должен иметь халат.
    2. Каждый студент работает только на закрепленном за ним рабочем месте.

Переход на другое место без разрешения преподавателя не допускается.

* + 1. К выполнению каждой работы студенты могут приступать только после получения инструктажа по технике безопасности и с разрешения преподавателя.
    2. Рабочее место содержится в чистоте и порядке.
    3. Приборы, не задействованные в данной работе, располагаются в стороне от экспериментального пространства.
    4. Запрещается:
* работа в лаборатории в отсутствие официального сотрудника кафедры, преподавателя или лаборанта;
* загромождение рабочего места посторонними предметами;
* загромождение рабочих мест склянками с реактивами, не используемыми приборами, посудой и посторонними предметами;
* выполнение в учебной лаборатории экспериментальных работы, не связанных с учебным практикумом;
* оставление действующего прибора или установки без надзора.

7. Приступая к работе, необходимо:

* внимательно изучить методику работы и правила ее безопасного выполнения;
* проверить правильность сборки прибора или установки;
* проверить наличие необходимых для эксперимента веществ.
  + 1. Вещества, полученные в ходе эксперимента, следует хранить в соответствующей посуде с этикетками или четкими надписями, нанесѐнные стеклографом или иным фиксируемым способом.
    2. Пролитые или рассыпанные на пол или на стол химические вещества следует обезвредить и удалить под руководством сотрудника кафедры или лаборатории - лаборанта или преподавателя в соответствии с имеющимися правилами.
    3. Работы с опасными токсическими или канцерогенными химическими веществами выполняются только в порядке исключения и только с применением соответствующих средств защиты, исключительно с позволения преподавателя.
    4. Выполнение любых работ без позволения и допуска преподавателя запрещается.

1. **Требования к структуре и содержанию** **лабораторной работы**

**2.1. Структура лабораторной работы**

ЛР может выполняться как в отдельной тетради, так и на листах формата А4.

ЛР как письменная теоретическая работа должна иметь следующую структуру: - наименование ЛР;

* краткое описание цели, задачи, основного содержания ЛР, графиков и таблиц;
* задание на выполнение ЛР;
* представление результатов расчета параметров, необходимых для защиты ЛР.
* выводы по работе.

В ЛР по усмотрению руководителя могут быть включены и другие разделы:

* дополнительные ответы на вопросы по ЛР.

Общий подбор литературы по тематике ЛР осуществляется студентом самостоятельно. В обязанности руководителя входит определение наиболее важных источников, которые обязательно должны быть использованы при выполнении ЛР. Студенту должно быть рекомендовано использовать все источники информации: научно-технические библиотеки, электроннобиблиотечные системы и Интернет. Студент обязательно должен использовать в том числе и источники, изданные за последние пять лет.

**2.2. Содержание лабораторных работ**

ЛР должна соответствовать следующим требованиям:

* соответствовать по форме установленной структуре, а по содержанию - заданию на ее выполнение;
* быть выполненной на достаточном теоретическом уровне;
* основываться на результатах самостоятельной работы;
* иметь обязательные самостоятельные выводы в заключении.

**Л А Б О Р А Т О Р Н А Я Р А Б О Т А №1**

**Прямой синтез органохлоргерманов**

Органические галогениды германия являются основными исходными веществами для синтеза большинства германийорганических соединений.

Одним из наиболее простых способов получения органогалогенидов германия также является метод «прямого синтеза».

Так же, как и в случае органохлорсиланов, «прямой синтез» органохлоргерманов заключается в непосредственном взаимодействии органических галогенидов с металлическим германием при повышенных температурах в присутствии катализатора - меди.

Cu,200-550 C RX + Ge RnGeX4-n (2)

где R=Alk, Ar; X=Cl; n=1,2,3

Состав продуктов реакции прямого синтеза органохлоргерманов зависит главным образом от четырех факторов:

* соотношения германия и меди в контактной массе;
* степени измельчения германия;
* скорости подачи хлористого алкила (арила);
* температуры реакции;

Оптимальными условиями процессов синтеза диметилдихлоргермана и метилтрихлоргермана являются:

* скорость подачи хлористого метила 15 г/ч;  состав контактной массы.

КМ состоит из смеси порошков германия (размер частиц 20-180 мкм) и меди (размер частиц 40-60 мкм) в соотношении 55:45.

При температуре реакции 320–4500С конденсат содержит 90-98% диметилдихлоргермана.

Содержание меди в КМ находится в пределах 3-30%.

Обработка КМ 1%-ным раствором ZnCl2 и добавление к ней 0,04% Sb и

0.5% As при 480оС позволяет при прочих равных условиях получать конденсат с 77% содержанием СНзGеСlз при общем выходе метилхлоргерманов 91%.

Чистый СН3GеСl3 можно получить при Т=505-520оС без добавления меди. При этом снижается производительность (около 2,64 г/час), но повышается чистота продукта.

Таким образом, прямой синтез органохлоргерманов - процесс более селективный по сравнению с получением органохлорсиланов.

Следует отметить, что получить прямым синтезом органодихлоргерманы RGeHCl2 не удается.

**Реактивы**:

1. Метил хлористый - из баллона.
2. Контактная масса (мелкораздробленный сплав или смесь порошкообразных германия и меди) - 50 г.
3. Азот (газ) из баллона.

***Установка прямого синтеза*** органохлоргерманов (рис. 2) полностью аналогична установке прямого синеза органохлорсиланов, описание которой приводится выше, и также размещается в вытяжном шкафу (скорость воздуха не менее 0,7 м/с). Температура синтеза - 4000С.

Собранные в приемнике метилхлоргерманы переносятся в колбу, взвешиваются и анализируются методом ГЖХ.

**Проведение работы:**

Проведение работы по прямому синтезу органохлоргерманов полностью аналогично прямому синтезу органохлорсиланов, температура синтеза 4000С.

Предельно допустимые параметры процесса. Температура не выше 4000С.

Скорость подачи хлористого метила - не более 15г/ч**.** Предельная загрузка контактной массы - не более 50 г. ***Задание***

1. Выполнить качественный анализ соства смеси органохлоргерманов методом газожидкостной хроматографии и методом подкола идентифицировать пики на хроматограмме, принадлежащие соответствующим органохлор- германам (см. приложение).
2. Рассчитать выход полученных органохлоргерманов.

***Правила безопасной работы***

1. Токсические свойства. Органохлорсиланы и органохлоргерманы - бесцветные или слабоокрашенные жидкости, растворимые в органических растворителях, гидролизуются влагой воздуха с образованием хлористого водорода, обладают резким запахом, действуют раздражающе на дыхательные пути, часто ядовиты. При попадании на кожу вызывают ожоги. Предельно допустимая концентрация 1 мг/м3. Хлористый метил обладает наркотическим

действием! Поэтому все работы проводят в вытяжном шкафу. Защитные

средства - противогаз марки «БКФ» или «В», резиновые перчатки.

1. Пожароопасные свойства. Органохлориды, органохлорсиланы и органохлоргерманы представляют большую пожароопасность. Пожароопасные свойства гидридсиланов зависят от числа атомов водорода в молекуле.

Так, органогидридсиланы с большим числом атомов водорода и низшими органическими радикалами самовоспламеняются при комнатной температуре при контакте с воздухом, что может привести к взрыву. При работе с этим классом силанов необходимо соблюдать особую осторожность.

1. Средства пожаротушения: асбестовые одеяла, сухой песок, углекислотный огнетушитель ОУ-2.

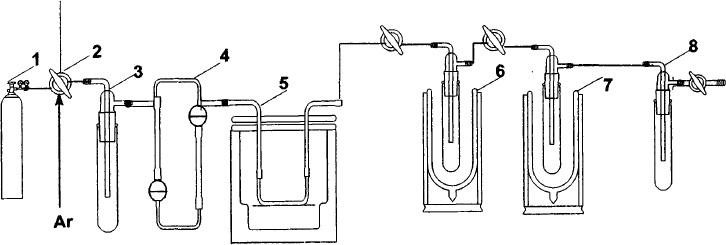


Рисунок 2 - Схема установки прямого синтеза органохлорсиланов и органохлоргерманов

1. - баллон с хлористым алкилом
2. - аварийный кран
3. - очистная колонка
4. - реометр
5. - электропечь со сплавом Вуда 6,7- ловушки в сосудах Дьюара

8 - газометр

Таблица 1 - Физико-химические свойства исходных веществ и продуктов реакции прямого синтеза органохлорсиланов и органохлоргерманов

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №  п/п | Соединение | Моле- куляр- ная (атом- ная) масса | Темпе- ратура кипе- ния,  0  С/мм Hg | n 20 D | d 20 4 |
| 1 | Кремний | 28,09 | 2287 |  | 2,4 |
| 2 | Германий | 72,59 | 2830 |  | 5,323 |
| 3 | Медь | 63,55 | 1083 |  | 8,92 |
| 4 | Хлорметан | 50,49 | -24,2 |  | 0,95 |
| 5 | Трихлорсилан | 135,46 | 318 | 1,4125 | 1,3417 |
| 6 | Метилдихлорсилан | 115,05 | 41 | 1,1047 | 1,1087 |
| 7 | Диметилдихлор- силан | 129,1 | 70,1 | 1,4055 | 1,0645 |
| 8 | Метилтрихлор- силан | 149,5 | 65,7 | 1,4110 | 1,2770 |
| 9 | Четыреххлористый кремний | 169,9 | 57,0 | 1,4810 | 1,4930 |
| 1 0 | Диметилдихлор- герман | 172,6 | 119/735 | 1.4555 | 1.4926 |
| 11 | Триметилхлор- герман | 153,1 | 97.8/75  0 | 1.4350 | 1.2435 |
| 12 | Метилтрихлор - герман | 193,1 | 110/727 | 1.4685 | 1.7053 |
| 13 | Четыреххлористый германий | 212,6 | 83.2/74  5 | 1.4636 | 1.8755 |

**Лабораторная работа № 2**

**СИНТЕЗ ТЕТРАБУТОКСИТИТАНА ЭТЕРИФИКАЦИЕЙ**

**ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТОГО ТИТАНА**

Органические производные титана со связями ≡ Ti-O-C ≡ являются эфирами ортотитановой кислоты.

Также как эфиры ортокремневой кислоты они могут быть получены реакцией этерификации четыреххлористого титана соответствующими спиртами.

Среди эфиров ортотитановой кислоты наибольшее практическое значение имеет продукт взаимодействия четыреххлористого титана с н-бутиловым спиртом - тетрабутоксититан.

Он может быть использован в качестве модификатора полимерных материалов, катализатора, на его основе получают полимер - бутилтитанат, который, в свою очередь, является связующим для термостойких лакокрасочных материалов.

Этерификация четыреххлористого титана протекает по тем же закономерностям, что и четыреххлористого кремния, т.е. реакция протекает ступенчато, для получения тетразамещенного продукта необходим избыток спирта по сравнению со стехиометрическим количеством.

Реакция сопровождается выделением большого количества тепла, поэтому необходимо интенсивное охлаждение.

Реакция является равновесной, но даже при избытке спирта не удается получить тетрабутоксититан с удовлетворительным выходом без использования акцептора выделяющегося хлористоговодорода.

Для этой цели предпочтительнее использовать газообразный аммиак.

Исходные и конечные продукты реакции гидролизуются, поэтому, необходимо использовать абсолютированный спирт и защищать реакционную колбу от попадания влаги.

TiCl4 +4н-C4H9OH Ti(OC4H9)4+4HCl



HCl +NH3 NH4Cl

Получение тетрабутоксититана осложняется побочной реакцией взаимодействия спирта с хлористым водородом.

TiCl4 н-C4H9OH + HCl н-C4H9Cl+ H2O

Четыреххлористый титан катализирует этот процесс. Связывание хлористого водорода аммиаком препятствует протеканию этой реакции.

**Внимание!** Работа с четыреххлористым титаном требует особой осторожности, работать необходимо в вытяжном шкафу и в резиновых перчатках.

**Реактивы:**

1. Четыреххлористый титан - 9,5 г.
2. н-Бутиловый спирт (абсолютированный) - 52,5 г.
3. Аммиак - из баллона (осушенный).
4. Толуол (или бензол) - сухой.

**Проведение работы:**

Прибор для синтеза аналогичен описанному для синтеза тетраэтоксисилана.

В четырехгорлую круглодонную колбу, снабженную мешалкой с масляным затвором, термометром, обратным холодильником и капельной воронкой с хлоркальциевыми трубками, загружают 52,5 г сухого н-бутилового спирта.

Колбу помещают в баню, наполненную смесью льда с солью и охлаждают при перемешивании до -5÷ -70С.

Затем из капельной воронки вводят 9,5 г. четыреххлористого титана с такой скоростью, чтобы температура смеси не поднималась выше -2 ÷ -30С. После введения всего четыреххлористого титана смесь перемешивают еще в течение 20З0 минут.

Затем капельную воронку заменяют на барботажную трубку и для нейтрализации хлористого водорода, выделившегося в процессе реакции и начинают пропускать аммиак, который для осушки предварительно проходит через колонку, заполненную твердым едким натром в виде гранул.

Вначале аммиак пропускают медленно, чтобы температура смеси не поднималась выше +100С, колбу при этом необходимо интенсивно охлаждать (смесь снега с солью). Если получается густая реакционная смесь, необходимо разбавление сухим растворителем (толуол или бензол).

После того, как повышение температуры смеси при пропускании аммиака прекратится, аммиак пропускают более сильной струей до достижения щелочной среды по универсальному индикатору. Затем реакционную смесь при работающей мешалке нагревают при температуре 70 ÷ 750С в течение двух часов.

**Внимание!** При пропускании аммиака следить, что бы барботажная трубка не забивалась осадком хлористого аммония во избежание разрыва осушающей колонки или подводящих шлангов!

Остывший до комнатной температуры продукт отфильтровывают на воронке Бюхнера от осадка хлористого аммония.

Воронка Бюхнера должна быть изолирована от влаги воздуха при помощи крышки или пробки, снабженной хлоркальциевой трубкой, или резиновой перчатки, плотно натянутой на воронку.

Осадок хлористого аммония промывают толуолом (бензолом) 2-3 раза, переносят в предварительно взвешенную фарфоровую чашку и высушивают под тягой сначала при комнатной температуре, а затем в сушильном шкафу при температуре 110 ÷ 1150С и взвешивают.

Определяют выход осадка от теории.

Фильтрат переносят в колбу Кляйзена, отгоняют растворитель (если он вводился) и избыточный н-бутиловый спирт, а затем продукт перегоняют в вакууме масляного насоса при остаточном давлении 2-3 мм рт. cт.

Тетрабутоксититан собирают при температуре 175-1800С.

**Задание:**

1. Определить показатель преломления и сравнить с литературными данными.
2. Выполнить анализ продукта методом ГЖX.
3. Определить выход тетрабутоксититана от теоретического.
4. Определить выход осадка хлористого аммония от теоретического.

**Лабораторная работа № 3 Синтез трибутилбората**.

|  |  |
| --- | --- |
| Реактивы |  |
| н-Бутиловый спирт | 41 мл |
| H3BO3 | 6,2 г |

В двугорлую колбу с капельной воронкой и дефлегматором длиной 30 см помещают 6,2 г борной кислоты и 33,8 г (41 мл) н-бутилового спирта, нагревают реакционную смесь до слабого кипения, чтобы в час отгонялось ~ 10 мл. Температура у отвода дефлегматора при отгонке азеотропа бутилового спирта и воды 91оС. Примерно через 30 мин отделяют верхний слой дистиллята

(бутиловый спирт), сушат его поташом и через капельную воронку возвращают в реакционную смесь. Эту операцию повторяют 2 - 3 раза. Отгонку продолжают до тех пор, пока температура у отвода дефлегматора не поднимется до 110-112оС. Содержимое реакционной колбы быстро переносят в тщательно высушенную колбу Кляйзена и перегоняют в вакууме\*. Вначале отгоняется остаток бутилового спирта, трибутилборат кипит при 103 - 105о/8 мм или 114 - 115o/15мм. Получают 20 - 22 г (87-92 %), nD20=1,4080.

\*) Поскольку н-бутиловый эфир борной кислоты довольно быстро гидролизуется под действием влаги воздуха, то капилляр при вакуумной перегонке снабжается хлоркальциевой трубкой. Все операции по переливанию и измерение показателя преломления следует проводить по возможности быстро.

**Задание:**

1. Определить показатель преломления и сравнить с литературными данными.
2. Определить выход эфира от теоретического.

**Лабораторная работа № 4**

**СИНТЕЗ ТРИБУТИЛФОСФАТА ЭТЕРИФИКАЦИЕЙ**

**ХЛОРОКИСИ ФОСФОРА**

Бутиловый эфир ортофосфорной кислоты – трибутилфосфат является хорошим пластификатором полимерных материалов, экстрагентом для разделения редкоземельных и трансурановых элементов, теплоносителем, растворителем нитратов и ацетатов целлюлозы и производится в промышленных масштабах.

Это бесцветная прозрачная подвижная жидкость с высокой температурой кипения.

В молекуле трибутилфосфата атом фосфора связан с органическим радикалом через кислород, т.е. эфирной связью.

Как и в случае эфиров ортокремневой и ортотитановой кислот наиболее удобным способом получения соединений с эфирной связью является реакция этерификации хлорангидридов кислот соответствующими спиртами.

Хлорангидридом фосфорной кислоты является РОСl3, соединение, которое называется хлорокисью фосфора.

Реакция хлорокиси фосфора с н-бутиловым спиртом протекает достаточно бурно и требует интенсивного охлаждения; для смещения равновесия вправо и предотвращения побочной реакции взаимодействия спирта с выделяющимся при этерификации хлористым водородом необходимо использование акцептора хлористого водорода (триэтиламин или пиридин), спирт должен бьггь абсолютированным, растворитель сухим, а реакционная колба защищена от попадания влаги воздуха хлоркальциевой трубкой.

POCl3 + 3н-C4H9OH+3C5H5N

(н-C9H9O)3PO + 3C5H5N HCl

Этот метод используется в промышленности.

**Внимание!** Работа с хлорокисью фосфора требует особой осторожности и должна проводиться только в вытяжном шкафу и в резиновых перчатках!

***Реактивы:***

1.Хлорокись фосфора - 6,2 г.

1. н-Бутиловыйспирт (абсолютированный)

-

9,0 г.

1. Пиридин или триэтиламин (осушенный)

- 10% избытка по сравнению со стехиометрическим количеством.

1. Толуол или бензол (осушенный) - 11,0 мл.
2. Натрий сернокислый (безводный) - 2 г.

**Проведение работы:**

Установка для синтеза трибутилфосфата аналогична установке для синтеза тетраэтоксисилана.

В четырехгорлую круглодонную колбу емкостью 100 мл, снабженную мешалкой с масляным затвором, обратным холодильником и капельной воронкой с хлоркальциевыми трубками и термометром, помещают н-бутиловый спирт, растворитель и рассчитанное количество пиридина.

Содержимое колбы охлаждают смесью льда и соли до -50С. Затем медленно по каплям прибавляют хлорокись фосфора с такой скоростью, чтобы температура реакционной смеси не поднималась выше 100С.

Следует также избегать слишком низкой начальной температуры, т. к.

непрореагировавшая хлорокись фосфора может накапливаться и затем вызвать бурную реакцию.

После введения всей хлорокиси фосфора реакционной смеси дают нагреться до комнатной температуры, а затем ее медленно нагревают до температуры кипения, выдерживают при этой температуре 2 часа и дают охладиться до комнатной температуры.

Удаление осадка хлоргидрата пиридина может быть осуществлено фильтрацией или промывкой водой.

В первом случае, осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают на фильтре сухим толуолом (бензолом), фильтраты объединяют.

Во втором, к реакционной смеси, находящейся в колбе, добавляют 40- 50 мл воды и перемешивают для растворения осадка. После этого смесь переносят в делительную воронку и дают расслоиться.

Нижний водный слой удаляют, верхний органический промывают водой до нейтральной реакции по универсальному индикатору, сливают в коническую колбу с притертой пробкой и сушат над безводным сернокислым натрием, затем фильтруют.

Фильтрат после фильтрования осадка (первый вариант) или фильтрат после промывки водой (второй вариант) переносят в колбу Вюрца, отгоняют толуол (бензол) и другие низкокипящие компоненты при атмосферном давлении и в вакууме водоструйного или масляного насоса перегоняют три- бyтилфосфат. Температура кипения трибутилфосфата - 1610С при 15 мм рт. ст.

**Задание:**

1. Определить показатель преломления и плотность трибутилфосфата, рассчитать значение молекулярной рефракции и сравнить с рассчитанным на основе рефракции связей.
2. Выполнить хроматографический анализ (ГЖХ) полученного продукта. З. Рассчитать выход трибутилфосфата от теоретического.

Для защиты лабораторной работы студент должен:

1. Написать в лабораторном журнале уравнения основной и побочных реакций, механизм реакции.
2. Заполнить таблицу загрузок исходных соединений. Она должна содержать количества взятых в реакцию веществ, выраженные в граммах, молях, миллилитрах, а также их основные физико-химические константы (молярная масса, показатель преломления, плотность, температуры плавления и кипения, и т.д.).
3. Рассчитать выход по стехиометрии и провести другие необходимые расчеты.
4. В лабораторном журнале должны присутствовать рисунки приборов, в которых будут выполняться отдельные этапы синтеза.
5. В лабораторном журнале должен быть оформлен план работы, содержащий краткий перечень и последовательность операций.
6. После выполнения синтеза, в лабораторном журнале должен быть оформлен ход работы.
7. Должны быть даны ответы на контрольные вопросы.
8. **Требования к оформлению лабораторной работы**

ЛР представляется преподавателю в виде оформленного лабораторного журнала (в тетради или на скрепленных листах).

1. **Порядок защиты и критерии оценки лабораторной работы**

Аттестация студентов по результатам выполнения ЛР должна быть проведена до начала экзаменационной сессии, как правило, в последнюю неделю семестра по расписанию.

Законченная ЛР, оформленная в соответствиями с методическими указаниями, представляется руководителю на проверку. Содержание проверки заключается в определении степени достижения поставленных целей, раскрытия темы ЛР и достоверности полученных результатов в соответствии с заданием.

*Процедура защиты ЛР*

Защита ЛР состоит в коротком докладе студента (как правило, 3-4 минут) по основным экспериментальным результатам ЛР и в ответах на вопросы по существу ЛР. Задаваемые вопросы могут относиться к ЛР, а также к курсу «Химия элементоорганических соединений» с тематикой по конкретной ЛР.

При защите студент должен продемонстрировать уровень сформированности компетенций, предусмотренных для закрепления данной ЛР в соответствии с рабочей программой дисциплины, ответить на вопросы по теме ЛР. При оценке ЛР учитывается качество устного ответа студента, проработки темы, умение обосновать собственное мнение по вопросам ЛР, качество анализа фактического материала, полученные выводы по работе.

Оценка за ЛР выставляется в соответствии с показателями и критериями оценивания компетенции и используемыми шкалами оценивания, приведенными в соответствующем разделе дисциплины.

Студентам, получившим неудовлетворительную оценку за выполнение ЛР, определяется новый срок для ее выполнения и защиты. Студент, не представивший в установленный срок законченную ЛР или не защитивший ее, не допускается к сдаче зачета по дисциплине и считается имеющим академическую задолженность.