

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 21.11.2019 16:59:35
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943d4a4851fda56d089

МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии



ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ХИМИИ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ. Ч 1.

Методические указания для выполнения лабораторных работ
для студентов направления подготовки 04.04.01 «Химия»

Курск 2019

УДК 547.72:547.74:547.78:547.89

Составитель: Л.М. Миронович

Рецензент:

Кандидат химических наук, доцент С.Д.Пожидаева

Лабораторный практикум по химии гетероциклических соединений. Ч 1: методические указания для выполнения лабораторных работ для студентов направления подготовки 04.04.01 «Химия» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.М. Миронович. Курск, 2019, 10 с. Библиогр.: 19 с.

Методические указания предназначены для студентов очной формы обучения, выполняющих лабораторный практикум по химии гетероциклических соединений и научно-исследовательскую работу (НИРС), а также для преподавателей, научных сотрудников, аспирантов и инженеров кафедры фундаментальной химии и химической технологии.

Методические указания соответствуют требованиям программы, утвержденной учебно-методическим объединением по курсу химия для студентов направления подготовки 04.04.01 «Химия».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 18.09.2019. Формат 60x84 1/16
Усл.печ.л. 1,1 Уч.-изд.л. 1,0 Тираж 50 экз. Заказ. 552 Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

СОДЕРЖАНИЕ

Вступление.	4
Правила техники безопасности и организации работы в химической лаборатории.	4
Оказание первой помощи при несчастных случаях.	7
Лабораторная работа 1. Метилловый эфир фуран-2- карбоновой кислоты.	8
Лабораторная работа 2. Метилловый эфир 5- хлорметилфуран-2-карбоновой кислоты.	9
Лабораторная работа 3. Фурфуритловый спирт	10
Лабораторная работа 4. N-Фенилпиррол.	11
Лабораторная работа 5. N-Этилитдол	12
Лабораторная работа 6. Бензоксазол	13
Лабораторная работа 7. 4,5-диметил-1,3-диазол-2- сульфокислота.	13
Лабораторная работа 8. 2-Амино-5-фенил-1,3,4-оксадиазол. Лабораторная работа 9. 5-Оксо-1 <i>H</i> ,4 <i>H</i> -1,2,4-триазол	14
Лабораторная работа 10. Синтез хинолина.	15
Лабораторная работа 11. Синтез N-аллилкапролактама.	15
Лабораторная работа № 12. Получение <i>O</i> -алкильных эфиров капролактама.	17
Литература.	18
	19

Вступление

Лабораторный практикум для студентов химического направления обучения дает им возможность научиться практически осуществлять синтез гетероциклических соединений. Практикум отвечает программе курса.

Порядок выполнения:

1. Работать в химической лаборатории разрешается работать после ознакомления с правилами техники безопасности.

2. Перед выполнением работы необходимо защитить теоретическую часть работы и получить допуск на выполнение работы.

Пример оформления таблицы для проведения синтеза

Название соединения	Мол. вес., г/моль	$T_{пл}$ ($T_{кип}$)	п, моль	Масса, г	Объем, мл	Примечание
ε-Капролактam						
Аллил бромистый						
Гидроксид калия						
Толуол						
N-аллилкапролактam						Выход

3. Лабораторная работа записывается в тетради для лабораторных работ.

4. Оформленные экспериментальные результаты в конце лабораторной работы должны подписываться преподавателем.

5. Обязательным является защита лабораторной работы.

ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ И ОРГАНИЗАЦИИ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

При работе в химической лаборатории всегда нужно помнить, что многие органические и неорганические соединения в той или иной мере ядовиты, а некоторые из них огнеопасны и взрывоопасны. Поэтому в процессе работы необходимо соблюдать чистоту, следить за тем, чтобы вещества не попадали на кожу, не трогать руками лицо и глаза, не принимать пищу в химической лаборатории, после работы и перед едой тщательно мыть руки. Категорически запрещается работать в химической лаборатории одному. Существует ряд общих правил, выполнение которых строго обязательно.

1. Приступать к выполнению работы можно только с разрешения преподавателя, после прохождения соответствующего

инструктажа по технике безопасности и правилам работы в лаборатории. Перед выполнением работы необходимо ознакомиться с имеющимися средствами противопожарной безопасности, аптечкой с набором необходимых средств оказания первой помощи при несчастных случаях.

2. Проводить лабораторную работу следует в рабочем халате из хлопчатобумажной ткани, быть аккуратным и внимательным. Запрещается держать на лабораторных столах портфели, сумки и другие посторонние предметы.

3. Перед выполнением каждой операции следует проверять правильность сборки прибора, а также соответствие взятых для проведения опыта веществ, указанных в описании работы. Прежде, чем взять необходимое количество вещества, следует внимательно прочитать надпись на этикетке лабораторной посуды, в которой содержится это вещество.

4. На всех банках, склянках и на другой посуде, в которой хранятся вещества, должно быть четко указано их название.

5. Нельзя проводить опыты в загрязненной посуде. После окончания эксперимента лабораторную посуду необходимо вымыть.

6. Категорически запрещается оставлять действующие приборы без наблюдения.

7. Запрещается пробовать химические вещества на вкус, всасывать ртом любые жидкости в пипетки. При исследовании запаха жидкости следует осторожно направлять к себе ее пара легким движением руки.

8. Нельзя наглухо закрывать приборы для проведения реакций, нагревания растворов и перегонки жидкостей, так как это может привести к взрыву.

9. Запрещается нагревать летучие и легковоспламеняющиеся жидкости и вещества (эфир, бензин, спирт, ацетон и др.) на открытом пламени горелки. Для этого необходимо использовать водяные или песчаные бани, а также электроплитки с закрытой спиралью. При перегонке таких веществ обязательно нужно применять холодильники с водяным охлаждением. Нельзя перегонять жидкости досуха – это может привести к взрыву или пожару.

10. Категорически запрещается держать ртуть в открытой посуде. В случае поломки прибора, содержащего ртуть, необходимо

поставить об этом в известность преподавателя или лаборанта. Разлитую ртуть собирают с помощью амальгамированной медной пластинки в специальные толстостенные банки, закрытые пробкой. Остатки ртути следует обработать 20%-ным водным раствором хлорида железа (III) или порошком серы.

11. Металлический натрий следует обязательно хранить под слоем керосина, толуола или ксилола, не содержащих следов воды. Приступая к работе, необходимо насухо вытереть стол и высушить посуду, в которой будет проводиться реакция с металлическим натрием. После окончания работы следует уничтожить остатки натрия, растворяя их в спирте. Нельзя остатки натрия бросать в раковины или оставлять открытыми на воздухе.

12. Концентрированные кислоты, щелочи, ядовитые и сильно пахнущие вещества обязательно хранить в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу.

13. Концентрированные соляную и азотную кислоты переливать только в вытяжном шкафу. При разбавлении кислоты необходимо осторожно, небольшими порциями, при постоянном перемешивании прибавлять кислоту к воде, а не наоборот! Глаза при этом должны быть защищены очками.

14. Особую осторожность нужно проявлять при работе с бромом, так как это очень ядовитое вещество, сильно действующее на слизистые оболочки и дающее трудно заживающие ожоги. Все работы с бромом следует проводить только в вытяжном шкафу, в очках и специальных резиновых перчатках. При попадании брома на кожу необходимо немедленно протереть обожженное место спиртом, а затем смазать глицерином.

15. При работах, производимых с использованием вакуума или повышенного давления, при переливании кислот или растворов щелочей, при реакциях, сопровождающихся бурным вскипанием, необходимо надевать предохранительные очки или использовать щиток из органического стекла. Такие операции лучше проводить в вытяжном шкафу, закрыв дверцы шкафа таким образом, чтобы лицо было защищено от брызг или осколков в случае взрыва. При работе с вакуум-эксикатором или колбой Бунзена необходимо поместить их в специальные защитные мешочки или обернуть плотной тканью во избежание попадания осколков стекла в случае взрыва.

16. К работе со сжатым или сжиженным газом (баллонами) допускаются лица, прошедшие специальный инструктаж по технике безопасности.

17. При обнаружении запаха газа в лаборатории необходимо выключить газовую магистраль и тщательно проветрить лабораторию. Категорически запрещается в это время пользоваться спичками, а также включать электрический свет.

18. Следует бережно и аккуратно обращаться с посудой, приборами и предметами оборудования, стараться разумно экономить реактивы, газ, воду и электричество.

19. Уходя из лаборатории, необходимо выключить газовые горелки и электрические приборы, закрыть воду и привести в порядок свое рабочее место.

ОКАЗАНИЕ ПЕРВОЙ ПОМОЩИ ПРИ НЕСЧАСТНЫХ СЛУЧАЯХ

О травмах, ожогах, отравлениях необходимо сообщить преподавателю и воспользоваться медикаментами и приспособлениями, находящимися в лабораторной аптечке.

1. При термических ожогах обожженное место надо обработать 96%-ным этиловым или раствором перманганата калия. После этого нужно наложить на обожженную поверхность повязку с противоожоговой мазью.

2. При попадании кислот на кожу нужно быстро промыть обожженное место струей воды, а затем – 2 – 3%-ным раствором соды. При ожоге едкими щелочами надо также хорошо промыть обожженное место водой, затем – 2 – 3%-ным раствором уксусной кислоты. При случайном попадании кислоты или щелочи в глаза тотчас промыть их большим количеством воды, затем обработать тампоном, смоченным в растворе соды (при попадании кислоты), или 1 – 2%-ным раствором борной кислоты (при попадании щелочи), а затем вновь промыть водой и обратиться к врачу.

3. При ожогах бромом его смывают спиртом и смазывают пораженное место мазью от ожогов.

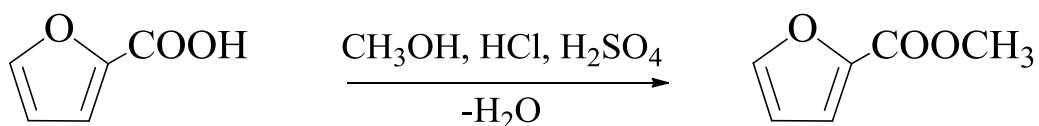
4. При ожогах жидким фенолом побелевший участок кожи растирают глицерином, пока не восстановится нормальный цвет кожи.

5. При порезах рук стеклом прежде всего удаляют осколки стекла пинцетом или под сильной струей воды, останавливают кровотечение 3%-ным раствором пероксида водорода, смазывают рану 5%-ным раствором йода и накладывают повязку. При капиллярном и венозном кровотечении на рану накладывают давящую повязку, при сильных кровотечениях – жгут.

6. При загрязнении помещения ртутью из разбитого термометра необходимо провести демеркуризацию, т.е. механическую очистку от шариков ртути и химическую обработку кашицей хлорида железа (III), а затем тщательно промыть поверхность 20%-ным раствором хлорида железа (III), мыльным раствором и чистой водой.

Лабораторная работа 1. **МЕТИЛОВЫЙ ЭФИР ФУРАН-2-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ**

Метилловый эфир фуран-2-карбоновой кислоты, $C_6H_6O_3$, мол. вес 126,11; $d_4^{21,4}$ 1,1786; $n_D^{21,4}$ 1,4871, представляет собой нерастворимую в воде и растворяющуюся в обычных органических растворителях бесцветную, приятно пахнущую жидкость с т. кип. $181^\circ/760$ мм рт. ст. При стоянии на воздухе вещество окрашивается в светло-желтый цвет.



Ход работы

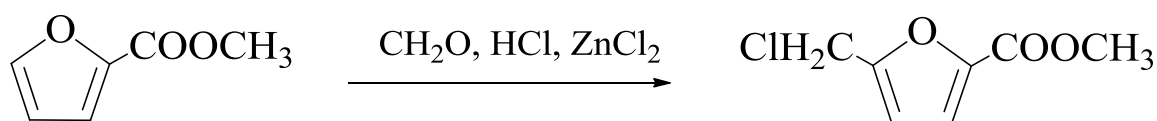
В литровую колбу с тубусом, снабженную обратным холодильником и стеклянной трубкой, доходящей до дна колбы, помещают раствор 22,4 г (0,2 моль) фуран-2-карбоновой кислоты с т. пл. $128-132^\circ\text{C}$ в 50 мл метанола. Колбу нагревают на водяной бане и через равномерно кипящий раствор в течение 2,5 – 3 ч пропускают быстрый ток хлористого водорода, предварительно высушенного пропусканием через промывную склянку с концентрированной серной кислотой. После охлаждения раствор

сливают в колбу, содержащую 100 мл воды, отделяют выделившийся маслообразный продукт, а водный слой экстрагируют тремя порциями эфира по 100 мл каждая. Эфирный экстракт присоединяют к основному продукту, промывают 5%-ным раствором углекислого натрия, затем водой до нейтральной реакции и сушат над прокаленным сернокислым натрием. После отгонки эфира остаток перегоняют, собирая жидкость, кипящую при 176–177°C/680 мм рт. ст. Выход 200–206 г (79,3—81,6%)
Примечание: Из щелочных промывных вод путем обработки соляной кислотой можно выделить некоторое количество прореагировавшей фуран-2-карбоновой кислоты.

Определяют выход продукта, температуру плавления, снимают УФ-, ИК-спектры.

Делают вывод.

Лабораторная работа 2. МЕТИЛОВЫЙ ЭФИР 5-ХЛОРМЕТИЛФУРАН-2-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ



Ход работы

В четырехгорлую круглодонную колбу емкостью 1 л, снабженную мешалкой, изогнутой трубкой, доходящей до дна колбы, термометром и газоотводной трубкой, помещают 126 г (1 моль) метилового эфира фуран-2-карбоновой кислоты с т. кип. 180–181°C/760 мм рт. ст., 250 мл сухого дихлорэтана (примечание 1), 45 г параформальдегида (в пересчете на формальдегид составляет 1,5 моль) и 34 г (0,25 моль) безводного хлористого цинка. Перемешивая смесь, пропускают в колбу через промывную склянку с серной кислотой быстрый ток хлористого водорода. Температура реакционной смеси постепенно повышается. Во избежание осмоления реакцию ведут при охлаждении колбы водой, поддерживая температуру смеси не выше 24–26°C. Реакция длится около 2 ч. Конец ее определяют переходом в раствор всего количества параформальдегида, при этом саморазогревание постепенно прекращается и смесь принимает светло-желтую

окраску. Содержимое колбы сливают в 0,5 л холодной воды (примечание 2), отделяют нижний слой дихлорэтана и промывают его тремя порциями воды по 100 мл каждая. После высушивания хлористым кальцием отгоняют растворитель и остаток перегоняют в вакууме, собирая вещество, перегоняющееся при 114–116°C/3 мм рт. ст. При стоянии отогнанное вещество полностью кристаллизуется; т. пл. 34–36°C. Выход 141–143 г (80,7—81,9%) (примечание 3).

Примечания

1. Применение в качестве растворителя хлороформа, четыреххлористого углерода и тетрахлорэтан не отражается на чистоте и выходе продукта.

2. Метилловый эфир 5-хлорметилфуран-2-карбоновой кислоты раздражает не только слизистую оболочку, но и кожный покров лица и рук, вследствие чего реакцию, обработку реакционной смеси и выделение продукта следует проводить под тягой, соблюдая необходимые меры предосторожности.

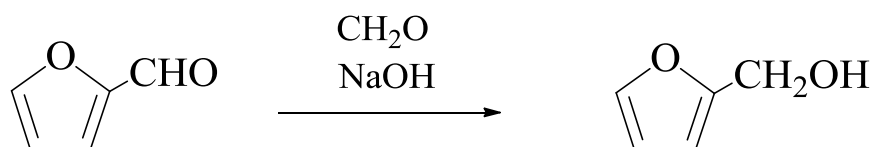
3. Аналогичным образом получают этиловый, пропиловый, изопропиловый, бутиловый и изобутиловый эфиры 5-хлорметилфуран-2-карбоновой кислоты; выходы этих эфиров колеблются в пределах 80–90%.

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры.

Делают вывод.

Лабораторная работа 3. ФУРФУРИЛОВЫЙ СПИРТ

Фурфуриловый спирт, $C_5H_6O_2$, мол. вес 98,05, представляет собой бесцветную жидкость со своеобразным запахом, хорошо растворимую в воде, спирте и эфире; $d_4^{22,7}$ 1,1282; $n_D^{22,7}$ 1,4851. При стоянии на воздухе вещество принимает светло-желтую окраску.



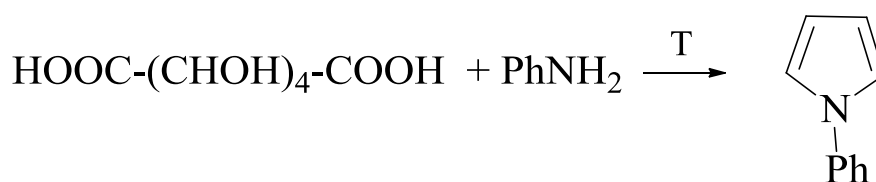
Ход работы

В литровую четырехгорлую круглодонную колбу, снабженную мешалкой, капельной воронкой, термометром и обратным холодильником, помещают 96 г (1 моль) свежеперегнанного фурфурола, 250 мл воды и 250 мл (3,46 моль) 40%-ного раствора формальдегида. Смесь охлаждают до 5°C, после чего постепенно в течение 25–30 мин, при непрерывном перемешивании, прибавляют из капельной воронки 230 г 50%-ного водного раствора едкого натра (2,87 моль), поддерживая при этом температуру реакционной смеси в пределах 15–20°C, что достигается наружным охлаждением колбы ледяной водой и регулированием скорости прибавления щелочи.

После прибавления всего количества раствора едкого натра, продолжая перемешивание, смесь нагревают в течение пяти часов при 40–45°C (температура реакционной смеси) и оставляют стоять при комнатной температуре 15–18 ч, после чего экстрагируют пятью порциями эфира по 150 мл каждая. Из соединенных эфирных вытяжек, после высушивания над безводным сернокислым натрием, отгоняют растворитель и остаток перегоняют в вакууме. До 75°/15 мм рт. ст. перегоняется около 10 мл начальной фракции, состоящей в основном из непрореагировавшего фурфурола; затем собирают фурфуриловый спирт, кипящий при 75–76°/15 мм рт. ст. Выход 80,0–82,0 г (81,6— 83,6%).

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры. Делают вывод.

Лабораторная работа 4. N-Фенилпиррол



Ход работы

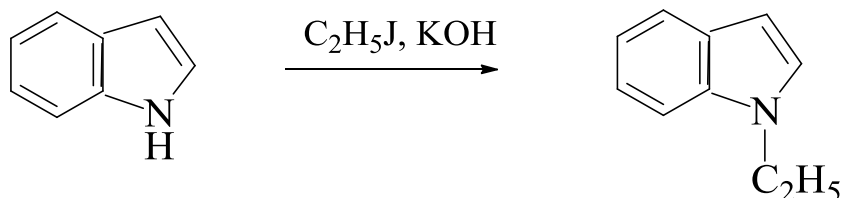
К нагретому в трехгорлой колбе емкостью 500 мл до 150°C 121 г (1,3 моль) анилина (примечание 1) в один прием добавляют 126 г (9,6 моль) слизевой кислоты. Смесь кипятят при перемешивании с обратным холодильником 3 – 4 ч. После этого обратный холодильник заменяют на нисходящий и отгоняют из колбы почти полностью всю жидкость. Дистиллят экстрагируют

эфиром (3x80 мл). Эфирную вытяжку промывают 10 – 20%-ной соляной кислотой, 5 – 10%-ным раствором Na_2CO_3 , дистиллированной водой и высушивают над хлористым кальцием. После отгонки эфира, продукт перегоняют в вакууме и собирают фракцию с т.пл. $110 - 116^\circ\text{C}$ / 9 мм рт. ст. После двух перекристаллизаций из смеси этанол : вода (3:1) получают белое кристаллическое вещество с т.пл. $58 - 60^\circ\text{C}$. Выход 36 – 43 г (42 – 50%).

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры.

Делают вывод.

Лабораторная работа 5. N-ЭТИЛИНДОЛ

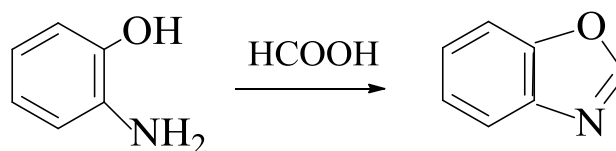


Ход работы

В охлаждаемый, интенсивно перемешиваемый раствор 496 мг (4,24 ммоль) индола в 12 мл ацетона вносят 1,19 г (21,2 ммоль) порошкообразного едкого кали, а через несколько минут 1,32 г (8,46 ммоль) йодистого этила. Реакционную массу перемешивают 10 мин при 20°C , после чего приливают 90 мл бензола. Не растворившийся осадок отфильтровывают, фильтрат отмывают насыщенным раствором поваренной соли (20 мл) и сушат над сульфатом натрия, после чего бензол отгоняют. Выход конечного продукта составляет 541 мг (86%), т.кип. $120^\circ/21$ мм рт.ст.

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры. Делают вывод.

Лабораторная работа 6. Бензоксазол

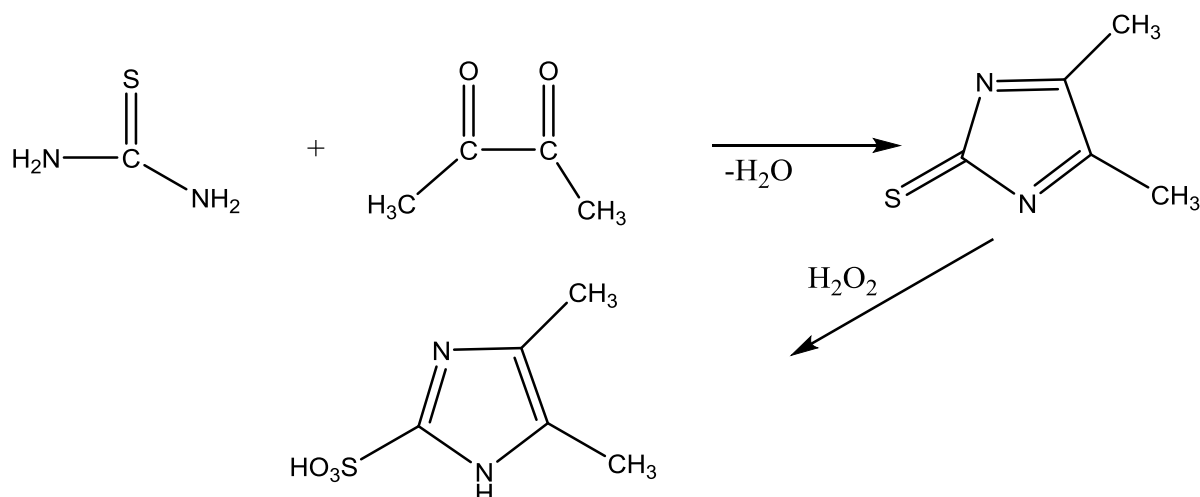


Ход работы

Кипятят в течение 1 ч смесь 36 г (0,33 моль) *o*-аминофенола и 20 мл (0,52 моль) 99,5%-ной муравьиной кислоты в круглодонной колбе емкостью 100 мл с обратным холодильником. Далее заменяют обратный холодильник насадкой Вюрца с нисходящим холодильником и реакционную смесь перегоняют, собирая фракцию с т.кип. 140 – 210°C. Дистиллят встряхивают с насыщенным раствором поташа для нейтрализации избытка муравьиной кислоты. Бензоксазол экстрагируют эфиром (50 мл), вытяжку сушат поташом, растворитель отгоняют и остаток перегоняют, собирая фракцию с т.кип. 181 – 163°C. Выход 16,2 г (41%). При длительном хранении образует крупные бесцветные кристаллы с т.пл. 30- 31°C.

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры. Делают вывод.

Лабораторная работа 7. 4,5-ДИМЕТИЛ-1,3-ДИАЗОЛ-2-СУЛЬФОКИСЛОТА



Ход работы

Приготовление раствора для синтеза: растворили 6,72 г КОН в 70 мл H₂O. После растворения КОН постепенно добавляем в колбу 9,1 г тиомочевины и взбалтываем до полного растворения

продуктов. После, проведенных процедур, в колбу добавляем 10 мл диацетила. Раствор почернел. Кипятим около 4 ч.

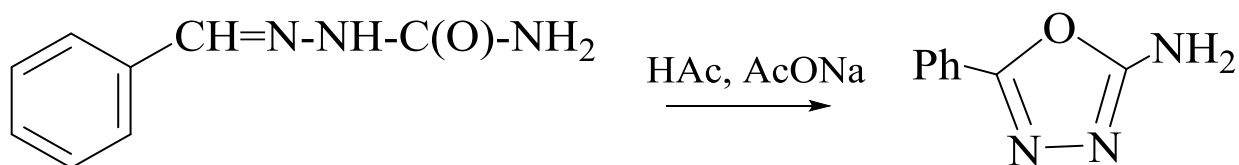
Затем даем раствору остыть и переливаем в химический стакан. К полученному раствору порционно приливаем ранее приготовленный 15% раствор HCl и после добавления каждой порции проверяем pH, доводим раствор до pH = 4-5. Даем отстояться осадку. Осадок отфильтровываем.

Окисление диазола пероксидом водорода.

К раствору 3,81 г диазола в 50 мл 4% раствора NaOH при интенсивном перемешивании порциями добавляют 1 мл 30% раствора пероксида водорода. Перемешивают при температуре 20-25°C 3 ч, оставляют на ночь, фильтруют. Фильтрат подкисляют концентрированной соляной кислотой до pH 1-2, осадок отфильтровывают и промывают водой до нейтральных pH промывных вод и последовательно бензолом. Сушат на воздухе.

Определяют выход реакции. Измеряют температуру плавления, снимают УФ- и ИК спектры.

Лабораторная работа 8. 2-АМИНО-5-ФЕНИЛ-1,3,4-ОКСАДИАЗОЛ



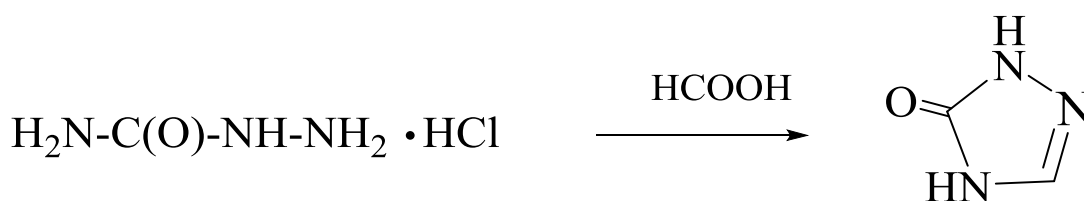
Ход работы

К суспензии 16.3 г (0.1 моль) семикарбазона бензальдегида и 16,4 г (0.2 моль) уксуснокислого натрия в 100 мл ледяной уксусной кислоты при перемешивании прикапывали раствор 8 г (0.1 моль) брома в 20 мл ледяной уксусной кислоты. Перемешивали 6 ч. Реакционную массу выливали в 1.5 л холодной воды, осадок отфильтровывали и сушили на воздухе. Получали кристаллы массой 5 г с т. пл. 245°C. Выход 62%.

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры.

Делают вывод.

Лабораторная работа 9. 5-ОКСО-1Н,4Н-1,2,4-ТРИАЗОЛ



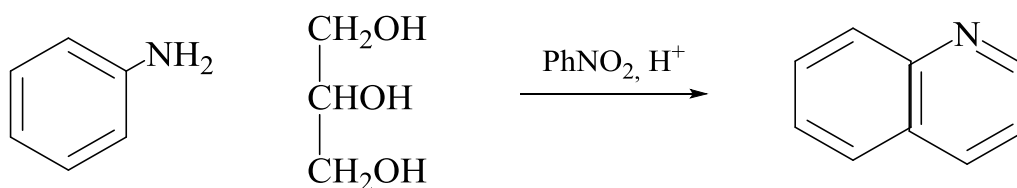
Ход работы

В реактор емкостью 500 мл, снабженный мешалкой, обратным холодильником, термометром и нагревательной системой, помещали 115 мл 85% муравьиной кислоты. Перемешивали и нагревали до 70-75°C. Добавляли порциями 111.5 г (1 моль) гидрохлорид семикарбазида. Наблюдали выделение HCl. После добавления гидрохлорид семикарбазида реакционную смесь нагревали при 85-90°C в течение 6 - 8 ч. Охлаждали и выпаривали досуха. Продукт растворяли в 200 мл дистиллированной воды, а затем выпаривали опять досуха (повторяли операцию дважды). Далее продукт растворяли в 140 мл дистиллированной воды при 90°C и охлаждали до 10°C. Осадок отфильтровывали и промывали водой со льдом. Сушили на воздухе и получали кристаллы массой 57.6 г с т. пл. 234°C. Выход 80%.

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры.

Делают вывод.

Лабораторная работа 10. Синтез хинолина



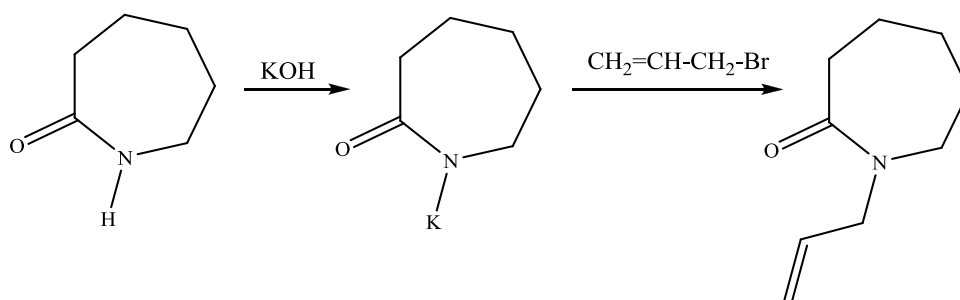
Ход работы

В круглодонную колбу, емкостью 250 мл к смеси 22 г (0,24 моль) анилина, 17 г (0,14 моль) нитробензола, 85 г (0,92 моль) глицерина и 2,5 г сернокислого железа при перемешивании добавляют 11 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы тщательно перемешивают и, соединив трубку с обратным холодильником. Нагревают на асбестовой сетке.

Как только реакция начнется (это можно заметить по внезапному выделению из жидкости пузырьков пара), нагревание прекращают и дают пройти бурной реакции без внешнего подогрева. Как только жидкость перестанет кипеть, нагревание возобновляют и кипятят содержимое колбы еще в течение 2-3 ч. Далее смесь не охлаждая переносят в колбу для перегонки с водяным паром. Реакционную колбу ополаскивают небольшим количеством воды, которую приливают к реакционной смеси и отгоняют с паром не прореагировавший нитробензол. Перегонку ведут до тех пор, пока в дистиллят не перестанут переходить маслянистые капли нитробензола (дистиллят должен стать прозрачным). Прекратив перегонку, в еще теплую жидкость осторожно приливают 105 мл 40%-го раствора едкого натра (до щелочной реакции) и вновь ведут перегонку с водяным паром. При этом в дистиллят переходят выделившиеся при подщелачивании в виде свободных оснований хинолин и анилин.

Полученный дистиллят для освобождения от анилина подкисляют 28 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают до 5°C и приливают к охлажденному раствору 10%-ный раствор азотистокислого натрия до появления реакции на свободную азотистую кислоту (посинение йодкрахмальной бумажки при нанесении на неё капли раствора), при этом анилин диазотируется, а хинолин как третичное основание остается без изменений. Реакционную смесь после диазотирования нагревают на водяной бане до прекращения выделения пузырьков азота. Диазосоединение, полученное из анилина, при нагревании разлагается с выделением азота и образованием фенола. Раствор вновь подщелачивают 40%-ным раствором едкого натра. Фенол переходит в фенолят, не перегоняющийся с водяным паром, а хинолин выделяется в виде свободного основания и перегоняется с водяным паром. Из дистиллята после перегонки с водяным паром хинолин извлекают экстрагированием эфиром. Эфирный слой отделяют в делительной воронке и сушат твердой щелочью. После осушки эфирный раствор переносят в колбу Вюрца и отгоняют на водяной бане эфир. Затем заменяют водяной холодильник на воздушный и перегоняют хинолин, нагревая колбу на газовой горелке с асбестовой сеткой. Т.кип. 238°C, удельный вес 1,07. Определяют выход, снимают УФ-ИК-спектры.

Лабораторная работа 11. СИНТЕЗ N-АЛЛИЛКАПРОЛАКТАМА



Ход работы

К 5 г (0.89 моль) порошкообразного гидроксида калия, предварительно тщательно растертого в ступке, добавляют 10 г (0.89 моль) ϵ -капролактама в 60 см³ абсолютного толуола.

Аллилбромистый перед синтезом перегоняют под вакуумом.

Реакцию проводят в трехгорлой колбе, снабженной обратным холодильником, механической мешалкой и капельной воронкой, при 80-90°C и перемешивании. Через 45 мин получается однородная масса, которую вакуумируют для отделения выделившейся воды, а затем добавляют при 80-90°C 10.7 г (7.6 см³, 0.88 моль) аллилбромида в 25 см³ абсолютного толуола в течение 30 мин.

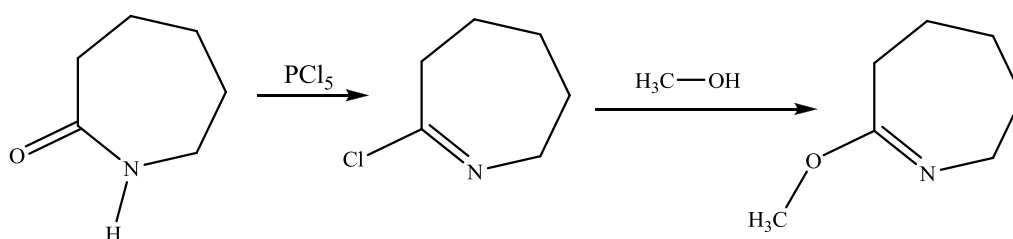
Полученную массу фильтруют, полностью отгоняют растворитель и фракционируют в вакууме $T_{\text{кип}} = 85.5 \text{ }^\circ\text{C} / 1.5 \text{ мм.рт. ст.}$

Получают 11.59 г (85%) N-аллилкапролактама.

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры.

Делают вывод.

Лабораторная работа № 12. Получение O-алкильных эфиров капролактама



Ход работы

К суспензии 62.6 г (0.3 моль) пятихлористого фосфора в 50 см³ сухого хлороформа при перемешивании и температуре от -5 до -8°С в течение 30 мин по каплям прибавляют раствор, содержащий 22.6 г (0.2 моль) ε-капролактама в 40 см³ хлороформа. Выдерживают 10 мин и к реакционной смеси при той же температуре в течение 45 мин по каплям прибавляют 60 см³ метанола; смесь перемешивают при температуре от -3 до 0°С в течение 15 мин.

Упаривают в небольшом вакууме, остаток выливают на лед и нейтрализуют насыщенным раствором соды до рН=7.5.

Раствор экстрагируют бензолом, экстракт сушат сульфатом натрия и упаривают в вакууме.

При перегонке получают 15.2 г (60 %) бесцветной жидкости с $T_{\text{кип}} = 63-65^{\circ}\text{C} / 25 \text{ мм.рт. ст.}$

Определяют выход продукта, температура плавления, снимают УФ- и ИК-спектры.

Делают вывод.

Литература

1. Гетероциклические соединения Т. 4 / Эльдерфилд Р. – М.: Издательство иностранной литературы, 1955. – 536 с.
2. Химическая энциклопедия Т. 5 / Зефиоров Н. С. – М.: Большая российская энциклопедия, 1998. – 783 с.

3. Дж. Джоуль, К. Миллс. Химия гетероциклических соединений (Пер. с англ). М.: Мир, 2009. – 728с.
4. Сильверстейн Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений: Учебное издание / Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. - БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012.- 560 с.
5. Физико-химические свойства органических соединений [Текст] : справочник / под общ. ред. А. М. Богомольного. - М. : Химия : Колос, 2008. – 543 с.
7. Вацуро К.В., Мищенко Г.Л. Именные реакции в органической химии. Справочник. М.: Химия. – 1976. – 528 с.
8. Травень В.Ф. Органическая химия, Т.3. М.: ИКЦ «Академкнига», 2013. – 388 с.
9. Юровская М.А. Химия ароматических гетероциклических соединений: Методическая разработка для студ. вуз. / Мария Абрамовна Юровская; А.В. Куркин, Н.В. Лукашев. – М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2007. – 51с.