

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 26.01.2018 13:39:03
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fd936d08b

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИИ

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

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова
2016 г.



**ПЯТИЧЛЕННЫЕ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ
С ОДНИМ ГЕТЕРОАТОМОМ**

Методические указания к выполнению лабораторных работ по
курсу «Основы химии гетероциклических соединений» Ч.1 для
студентов направления подготовки 04.03.01 «Химия», 04.04.01
«Химия» и специальности 04.05.01 «Фундаментальная и
прикладная химия»

Курск 2016

УДК 547

Составитель: Л.М. Миронович

Рецензент:

доктор химических наук, профессор А.М.Иванов

Пятичленные гетероциклические соединения с одним гетероатомом. Ч 1: методические указания к выполнению лабораторных работ по курсу «Основы химии гетероциклических соединений» для студентов направления подготовки 04.03.01 «Химия», 04.04.01 «Химия» и специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.М. Миронович. Курск, 2016, 18 с. Библиогр.: 8 с.

Методические указания предназначены для выполнения лабораторных работ по курсу химии гетероциклических соединений, имеющих в своем составе один гетероатом курса «Основы химии гетероциклических соединений» для студентов очной формы обучения, а также 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 04.03.01, 04.04.01 «Химия», специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать

Формат 60x84 1/16

Усл.печ.л.

Уч.-изд.л.

Тираж ... экз. Заказ. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

СОДЕРЖАНИЕ

	с
Вступление	4
1 Правила техники безопасности и организации работы в химической лаборатории	4
2 Фурфурол	8
3 Лабораторная работа 1. Фурфурилдиэтиламин	9
4 Лабораторная работа 2. Оксим фурфурола	10
5 Лабораторная работа 3. Фурфуриловый спирт	11
6.Лабораторная работа 4. Фурилакриловая кислота.	12
7 Лабораторная работа 5. β -(Диметиламинометил)-индол (гряин)..	13
8. Лабораторная работа 6. 3-Бензилиндол.	14
9. Лабораторная работа 7. N-Бензилиндол.	15
10. Лабораторная работа 8. N-Этилиндол.	16
11. Лабораторная работа № 9. N-Фенилпиррол.	16
Литература.	18

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.
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 прочесть 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 (эферы, 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.

б. 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.

Фурфурол

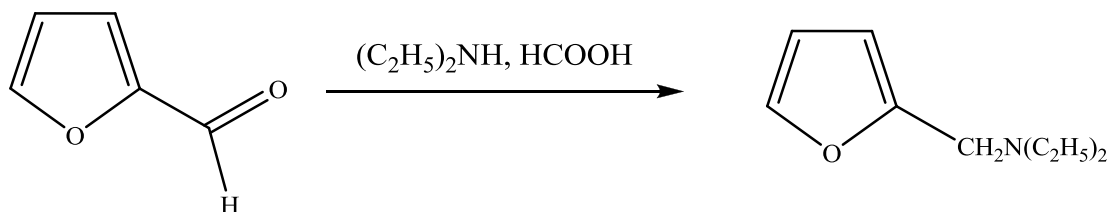
Фурфурол – (фурфураль, 2-фуранкарбальдегид), быстро темнеющая на воздухе жидкость с запахом ржаного хлеба; т.пл. 38.7 °С, т. кип. 161.5 °С). Смешивается со многими органическими растворителями, растворимость в воде составляет (8.3% по массе при 20 °С и 19.9% при 90 °С); перегоняется с водяным паром. Образует азеотропные смеси с водой (т. кип. 97,85°С, 35% по массе), пентахлорэтаном (т. кип. 156,75°С, 40% по массе).

По химическим свойствам фурфурол - ароматический альдегид. В присутствии солей синильной кислоты вступает в бензоиновую конденсацию. Фурфурол легко конденсируется с соединениями, имеющими активные метильные или метиленовые группы по реакции Перкина. Одна из особенностей фурфурола - автоокисление с образованием муравьиной и 2-формилакриловой кислот. Окисление фурфурола в различных условиях приводит к расщеплению цикла с образованием различных кислот (малеиновой; пироглициевой; смеси 3-гидрокси-пироглициевой кислоты и 3-гидрокси-фурфурола; и др.).

Фурфурол получают гидролизом растительного, пентозансодержащего сырья (кукурузные початки, овсяная и рисовая шелуха, хлопковые коробочки и др.) разбавленными минеральными кислотами с непрерывной отгонкой продукта с паром.

Лабораторная работа № 1

Фурфурилдиэтиламин



Оборудование: трехгорлая круглодонная колба 250 см³, круглодонная колба 500 см³, механическая мешалка, обратный холодильник, капельная воронка, баня со льдом, посуда для фильтрования, прибор для перегонки с водяным паром, прибор для перегонки при атмосферном давлении.

Реактивы: фурфурол, муравьиная кислота, диэтиламин, едкий натр, диэтиловый эфир, дистиллированная вода,

Методика

В колбу, снабженную мешалкой, капельной воронкой и обратным холодильником и охлаждаемую ледяной водой помещают 10.8 г (0.2 моль) 85%-ной муравьиной кислоты. Включают мешалку и при охлаждении ледяной водой в течении 1-1,5 ч., прибавляют 14.6 г (0.2 моль) диэтиламина. Затем обратный холодильник заменяют нисходящим и отгоняют от реакционной смеси жидкость перегоняющуюся до 135 °С. Охлаждают содержимое колбы до комнатной температуры, присоединяют обратный холодильник и через капельную воронку прикапывают 3.84 г (0.04 моль) свежеперегнанного фурфурола. Реакционную смесь при перемешивании нагревают в течение 4-6 ч на масляной бане, температуру в которой поддерживают 165-170 °С. Охлаждают до комнатной температуры и добавляют 40 см³ дистиллированной воды. Жидкость сливают в круглодонную колбу емкостью 0.5 л. При непрерывном перемешивании и охлаждении в ледяной бане небольшими порциями прибавляют 10 г твердого едкого натра. После чего проводят перегонку реакционной смеси с водяным паром. Отгнав не менее 100 см³ жидкости (примечание 3) перегонку прекращают и отгон сильно подщелачивают

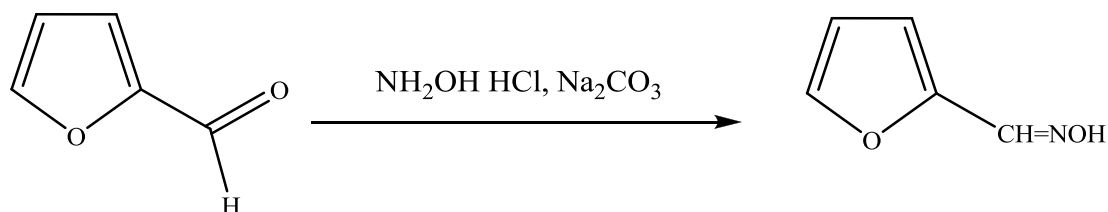
концентрированным раствором едкого натра (около 10-12 г) до полного расслоения. Верхний слой продукта реакции отделяют, а водный – трижды экстрагируют эфиром, порциями по 10-15 см³ каждая. Основной продукт и эфирные вытяжки, соединенные вместе высушивают едким натром. Эфир отгоняют и остаток перегоняют при атмосферном давлении: вначале собирают фракцию, перегоняющуюся в интервале 164-172 °С / мм.рт.ст., а затем полученную фракцию разгоняют вторично, собирая фракцию, кипящую при 166-169 °С / 680 мм.рт.ст. Выход 4.0 г (65.2%).

Фурфурилдиэтиламин – светло-желтая жидкость, хорошо растворима в органических растворителях, d_4^{20} 0.9308, n_D^{20} 1.4630.

Примечания

1. Прибавление диэтиламина вызывает энергичное прохождение реакции. Поэтому вначале следует прибавлять диэтиламин медленно. В дальнейшем скорость прибавления может быть значительно увеличена.
2. При прибавлении указанного количества едкого натра происходит полное расслоение смеси.
3. Фурфурилдиэтиламин полностью отгоняется с указанным количеством дистиллята.

Лабораторная работа № 2 Оксим фурфурола



Оборудование: трехгорлая круглодонная колба емкостью 250 мл, механическая мешалка, обратный холодильник, капельная воронка, баня со льдом, посуда для фильтрования.

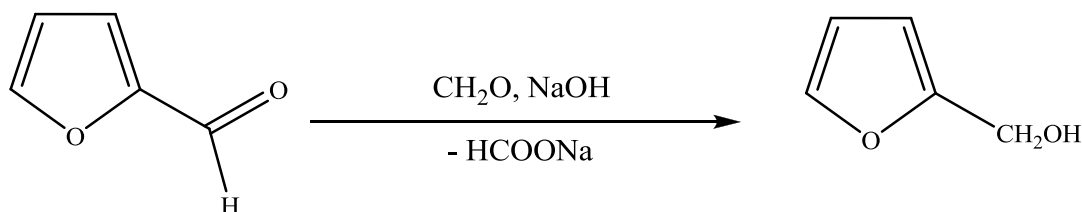
Реактивы: фурфурол, солянокислый гидроксилламин, дистиллированная вода, углекислый натрий, диэтиловый эфир, безводный сернокислый натрий.

Методика

В колбу, снабженную мешалкой, капельной воронкой и обратным холодильником помещают раствор 3.48 г (0.05 моль) солянокислого гидроксилламина и 6 мл дистиллированной воды, 3.48 г (0.04 моль) свежеперегнанного фурфурола. При перемешивании прикапывают в течение 20 мин. Раствор 2.65 г (0.025 моль) углекислого натрия в 10 мл дистиллированной воды. Далее реакцию нагревают на водяной бане в продолжение 2 часов. Охлаждают, фильтруют. Прозрачный фильтрат экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира по 10 мл. Соединенные экстракты промывают небольшим количеством воды, высушивают над прокалённым сернокислым натрием, отгоняют растворитель и осадок перегоняют в вакууме (96-97 °С / 5 мм. рт. ст.). Получают кристаллическое вещество с $T_{пл} = 57-73$ °С. Выход 4.2 г (94%).

Оксим фурфурола существует в виде 2 изомеров: *син* ($T_{пл} = 91-92$ °С) и *анти* ($T_{пл} = 76-76$ °С).

Лабораторная работа № 3 Фурфуриловый спирт



Оборудование: четырёхгорлая круглодонная колба 250 мл, механическая мешалка, обратный холодильник, капельная воронка, термометр, баня со льдом, прибор для перегонки в вакууме.

Реактивы: фурфурол, формалин, дистиллированная вода, едкий натр, диэтиловый эфир, безводный сернокислый натрий.

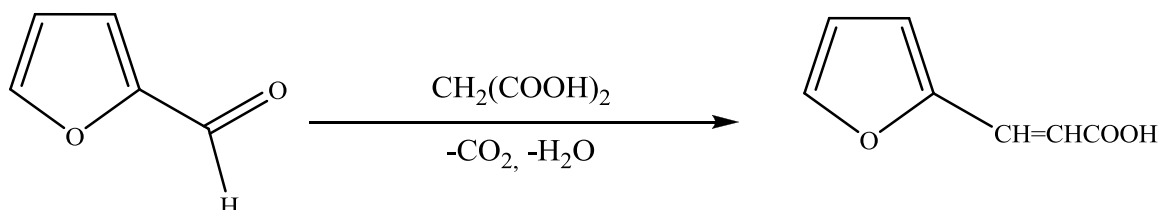
Методика

В четырёхгорлую круглодонную колбу, снабжённую мешалкой, капельной воронкой, термометром и обратным холодильником помещают 9.6 г (0.1 моль) фурфурола, 25 мл дистиллированной воды и 25 мл 40 % раствора формальдегида. Смесь охлаждают до 5°C, после чего постепенно в течение 15-20 мин, при непрерывном перемешивании, прибавляют из капельной воронки 23 г 50 % водного раствора едкого натра (0.28 моль), поддерживая при этом температуру в колбе в пределах 15-20°C, что достигается наружным охлаждением колбы ледяной водой и регулированием скорости прибавления щелочи.

После прибавления всего количества раствора едкого натра, смесь нагревают при непрерывном перемешивании в течение 5 ч при 40-45 °C и оставляют стоять при комнатной температуре 15-18 ч. После чего экстрагируют пятью порциями эфира по 15 см³ каждая. Из соединённых эфирных вытяжек, после высушивания над безводным серноокислым натрием, отгоняют растворитель и осадок перегоняют в вакууме. Т кип = 75-76°C / 15 мм. рт. ст. Выход 8 г (81.6 %).

Фурфуриловый спирт – бесцветная жидкость со своеобразным запахом, хорошо растворимый в воде, спирте и эфире (d^{22}_4 1.1282, n_D^{22} 1.4851).

Лабораторная работа № 4 Фурилакриловая кислота



Оборудование: одnogорлая круглодонная колба 100 мл, обратный холодильник, баня со льдом, прибор для фильтрования, стакан 250 мл, эксикатор с хлористым кальцием.

Реактивы: фурфурол, малоновая кислота, пиридин, аммиак конц., дистиллированная вода, соляная кислота.

Методика

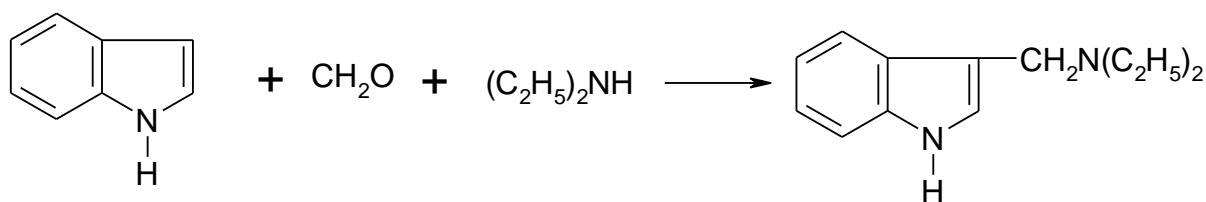
В колбу, снабженную обратным холодильником, помещают 19.2 г (0.2 моль) фурфурола, 20.8 г (2 моль) высушенной малоновой кислоты и 9.6 мл (0.12 моль) высушенного над едким кали пиридина. Реакционную смесь нагревают в течение 2 ч на кипящей водяной бане. Охлаждают до комнатной температуры и добавляют 20 мл дистиллированной воды. Далее при интенсивном перемешивании прибавляют к реакционной смеси концентрированный водный раствор аммиака до практически полного растворения кислоты.

Раствор отфильтровывают и промывают фильтр небольшим количеством воды. Фильтрат помещают в стакан и при перемешивании подкисляют разбавленной соляной кислотой до кислой реакции среды (индикатор - конго). Оставляют реакционную смесь стоять на 2 ч в ледяной бане, отфильтровывают выпавший осадок, промывают её тремя порциями воды по 8 мл и сушат в эксикаторе над хлористым кальцием. Получают 25,4 г (92 %) бесцветных игольчатых кристаллов с $T_{пл} = 141\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Фурилакриловая кислота хорошо растворяется в эфире, ледяной уксусной кислоте, несколько хуже в спирте и горячей воде.

Лабораторная работа № 5

β -(Диметиламинометил)-индол (гряин).



Оборудование: трехгорлая колба емкостью 250 мл, мешалка с затвором, обратный холодильник, прибор для фильтрования, стакан.

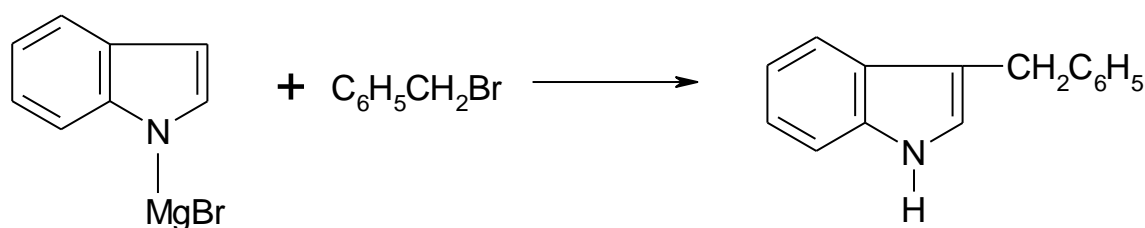
Реактивы: индол, метиловый спирт, солянокислый диметиламин, параформ, едкий натр, дистиллированная вода.

Методика

В трехгорлую круглодонную колбу емкостью 250 мл, снабженную мешалкой с затвором и обратным холодильником, помещают 11,7 г (0,1 моля) индола, растворенного в 100 мл метилового спирта, 12,3 г (0,15 моля) солянокислого диметиламина и 4 г (0,13 моля, считая на формальдегид) параформа. Смесь при перемешивании кипятят на водяной бане 4—5 ч. После охлаждения до комнатной температуры, содержимое колбы выливают в 400 мл дистиллированной воды, отфильтровывают и фильтрат подщелачивают прибавлением избыточного количества концентрированного раствора едкого натра до сильнощелочной реакции. Выпавший грамин отфильтровывают, трижды промывают дистиллированной водой (по 50 мл) и высушивают. Выход 15,5—16,1 г или 89,0- 92,5%; т. пл. 130—131°C.

Лабораторная работа № 6

3-Бензилиндол



Оборудование: одnogорлая колба емкостью 100 мл, обратный холодильник, хроматографическая колонка.

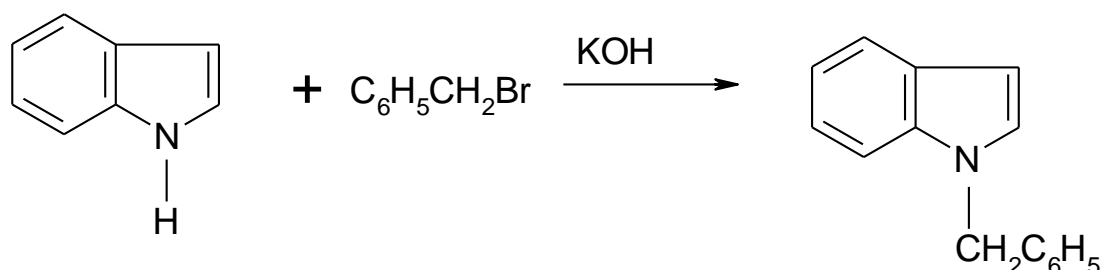
Реактивы: бромистый этил, магниевые стружки, индол, диэтиловый эфир, бромистый бензил, хлористый аммоний, сульфат магния.

Методика

К индолилмагнией бромиду, приготовленного при кипячении в течение 2 ч в 25 мл диэтилового эфира с этилмагний бромидом (из 21,8 г бромистого этила и 3,6 г магния в эфире), охлажденному в ледяной бане при перемешивании реакционной смеси приливают малыми порциями раствор 17,1 г перегнанного бромистого бензила в 25 мл эфира. Кипятят 1 ч, охлаждают и по охлаждении приливают 10% водный раствор хлористого аммония. Продукт извлекают диэтиловым эфиром, экстракт сушат безводным сульфатом магния

и после упаривания растворителя получают 3-бензилиндол в виде масла, которое пропускают черва колонку о силикагелем в смеси бензола и легкого петролейного эфира (2:3). Вещество кристаллизуют из водного спирта и получают 12,4 г (60%) продукта в виде бесцветных игл, т.пл. 110°C.

Лабораторная работа №7 N-Бензилиндол



Оборудование: одnogорлая колба на 250 мл, мешалка, обратный холодильник.

Реактивы: диметилсульфоксид, едкий калий, индол, бромистый бензил, дистиллированная вода, хлорид кальция, диэтиловый эфир.

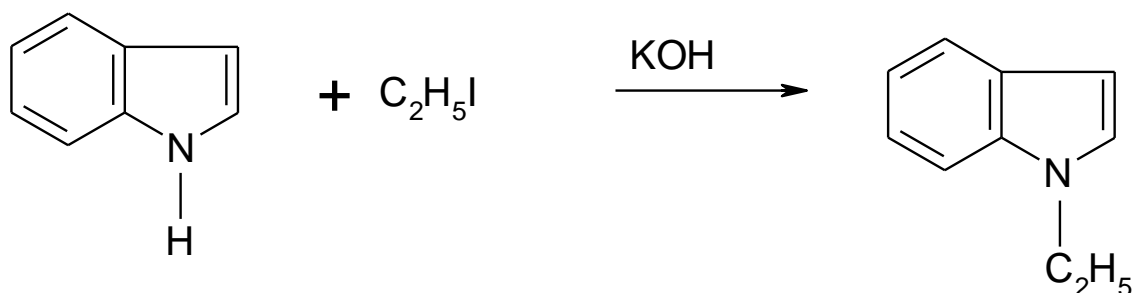
Методика

Смесь 200 мл абсолютного диметилсульфоксида и 22,4 г (0,4 моль) толченого едкого кали, перемешивают 5 мин, после чего добавляют 11,7 г (0,1 моль) индола. Перемешивают 45 мин. В реакционную смесь вводят 34,2 г (0,2 моль) бромистого бензила, затем быстро охлаждают и перемешивают еще 45 мин, после чего разбавляют 200 мл дистиллированной водой. Извлекают эфиром (3x100 мл), каждый экстракт промывают водой (3x100 мл). Объединенные экстракты сушат хлористым кальцием, затем полностью упаривают (в конце - при пониженном давлении). Выход 19,6 г (95%). Т. кип. 133-135°C (0.3 мм), т. пл. 43°C (из спирта).

N-Метилиндол получают аналогично, используя 0,2 моль иодистого метила. Выход 43%.

Лабораторная работа № 8

N-Этилиндол



Оборудование: стакан, перемешивающее устройство, установка для простой перегонки.

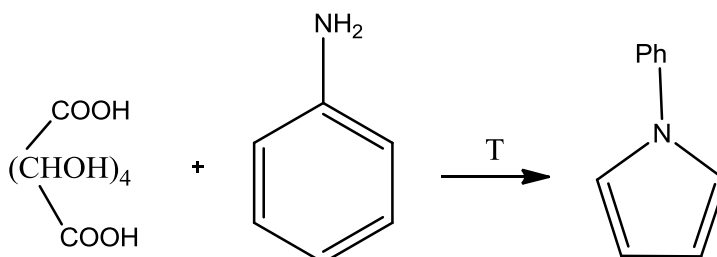
Реактивы: индол, йодистый этил, ацетон, едкий калий, бензол, хлорид натрия

Методика

В охлаждаемый раствор 496 мг (4,24 ммоль) индола в 12 мл ацетона при интенсивном перемешивании вводят 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°/21 мм.рт.ст.

Лабораторная работа № 9

N-фенилпиррол



Оборудование: двухгорлая колба емкостью 100 мл, мешалка, обратный и нисходящий холодильники, установка для перегонки под вакуумом.

Реактивы: слизевая кислота, анилин, диэтиловый эфир, 10-20%-ный раствор соляной кислоты, 5-10%-ный раствор карбоната натрия, дистиллированная вода, этанол.

Методика

К нагретому до 150°C 12,1 г (0,13 моль) свежеперегнанного анилина в один прием добавляют 12,6 г (0,06 моль) слизиной кислоты. Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником при перемешивании 3-4 ч. Заменяют холодильник на нисходящий и отгоняют из колбы практически всю жидкость.

Дистиллят экстрагируют эфиром (3x80 мл). Эфирную вытяжку промывают 10-20%-ной соляной кислотой, затем 5-10%-ным раствором Na₂CO₃, дистиллированной водой и сушат над хлористым кальцием.

После отгонки эфира продукт перегоняют в вакууме собирая фракцию с т. кип. 110-116°C (9 мм. рт. ст.) или 127-135°C (30 мм. рт. ст.).

Перекристаллизовывают из смеси этиловый спирт-дистиллированная вода (3:1), сушат на воздухе. Выход 3,6-4,3 г (42-50%), белое кристаллическое вещество с т.пл. 58-60°C.

Литература:

1. Джилкрист Т. Химия гетероциклических соединений [Текст]: / Т. Джилкрист // Перевод с англ. – М: Мир. – 1996. – 464 с.
2. Джоуль Дж. Основы химии гетероциклических соединений [Текст]: / Дж. Джоуль, Г. Смит // Перевод с англ. – М: Мир. – 1975. – 399 с.
3. Катрицкий А. Химия гетероциклических соединений [Текст]: / А. Катрицкий, Дж. Лаговская // Перевод с англ. – М: Ин. литература. – 1963. – 288 с.
4. Травень В.Ф. Органическая химия[Текст]: учебное пособие для вузов. Т.3. – М.: Бинум. Лаборатория знаний. – 2013. – 338 с.
5. Джоуль Дж., Миллс К. [Текст]: Химия гетероциклических соединений. М.: Мир, 2004. - 728 с.
6. Пожарский А. Ф. Теоретические основы химии гетероциклов [Текст]: /А.Ф.Пожарский/ - М.: Химия, 1985. – 280 с.
7. Вацуро К.В., Мищенко Г.Л. Именные реакции в органической химии. Справочник. М.: Химия. – 1976. – 528 с.
8. Сильверстейн Р. Спектрометрическая идентификация органических соединений: Учебное издание / Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. - БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012.- 560с.

