

МИНОБРНАУКИ 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.

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ХИМИИ
ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ. Ч 2.**

Методические указания для студентов по направлению
04.03.01 «Химия», 04.04.01 «Химия» и специальности
04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

Курск 2016

УДК 547.835

Составитель: Л.М.Миронович

Рецензент:

доктор химических наук, профессор А.М.Иванов

Лабораторный практикум по химии гетероциклических соединений. Ч 2: методические указания для студентов по направлению 04.03.01, 04.04.01 «Химия» и специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.М.Миронович. Курск, 2016, 22 с. Библиогр.: 3 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 органической и аналитической химии.

Методические указания соответствуют требованиям программы, утвержденной учебно-методическим объединением по курсу химия для студентов направления подготовки 04.03.01, 04.04.01 «Химия», 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 Лабораторная работа 1. Синтез- 4-метокси- антраниловой кислоты | 8 |
| 3 Лабораторная работа 2. Синтез (децилового эфира 1- карбоксиакрид-9-он)сульфокислоты | 10 |
| 4 Лабораторная работа 3. Синтез (2-карбоксиакрид-9- он)сульфокислоты. | 12 |
| 5 Лабораторная работа 4. Синтез фенилантраниловой кислоты (ФАК). | 13 |
| 6.Лабораторная работа 5. Акридон-9. | 15 |
| 7 Лабораторная работа 6. Этерификация (акрид-9-он-10- ил)уксусной кислоты. | 16 |
| 8. Лабораторная работа 7. Гидразид (акрид-9-он-10- ил)уксусной кислоты. | 18 |
| 9. Лабораторная работа 8. 9-хлоракридин. | 19 |
| 10. Лабораторная работа 9. 9-Аминоакридин. | 20 |
| Литература. | 22 |

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.

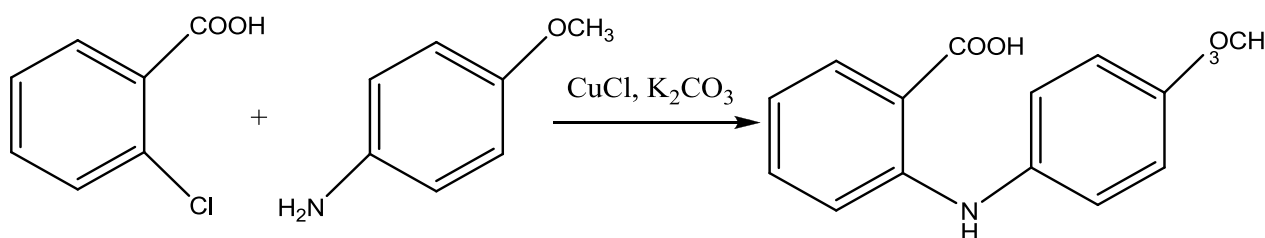
2. При попадании кислот на кожу нужно быстро промыть обожженное место струей воды, а затем – 2 – 3%-ным раствором соды. При ожоге едкими щелочами надо также хорошо промыть обожженное место водой, затем – 2 – 3%-ным раствором уксусной кислоты. При случайном попадании кислоты или щелочи в глаза тотчас 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.
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

Синтез- 4-метоксиантраниловой кислоты

4-Метоксиантраниловая кислота кристаллическое вещество темно-серого цвета, после кислотнo-щелoчной обработки приобретает желтоватый оттенок.



| Название соединения | Мол. вес., г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | п, моль | Масса, г | Объем, мл | Примечание |
|---------------------|-------------------|------------------------|---------|----------|-----------|------------|
| | | | | | | |

| | | | | | | |
|------------------------------------|--|--|--|--|--|-------|
| <i>орто</i> -Хлорбензойная кислота | | | | | | |
| <i>пара</i> -Анизидин | | | | | | |
| Поташ | | | | | | |
| Хлорид меди | | | | | | |
| Уксусная кислота (лед) | | | | | | |
| Раствор соляной кислоты | | | | | | |
| Этанол | | | | | | |
| 4-метоксиантраниловая кислота | | | | | | Выход |

Методика синтеза: в трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, термометром и обратным холодильником, заливают 90 мл воды и нагревают до 70°C. Затем, при непрерывном перемешивании засыпают смесь 112,1 г (0,81 моль) поташа и 113,4 г (0,73 моль) *о*-хлорбензойной кислоты. После добавления смеси перемешивают 5 мин реакционную смесь и добавляют 105 г (0,85 моль) *п*-анизидина, а затем 47,5 г хлорида меди. В случае пенообразования приливают 5-6 мл этанола. Перемешивают реакционную смесь при температуре 100°C до окончания пенообразования (~ 4 ч). Выключают обогрев, мешалку и реакционную смесь переносят в стакан, добавляют 600 мл воды и кипятят 10-15 мин с 15 г активированного угля. Горячий раствор фильтруют. Фильтрат подкисляют 15 % раствором 15% HCl при 80°C до pH=4,35-4,45. Осадок отфильтровывают, промывают до нейтральной реакции промывных вод и сушат.

Осадок направляют на кислотно-щелочную очистку: в стакан емкостью 1 л помещают неочищенный осадок, добавляют 600 мл воды, 70 мл 30% щелочи (NaOH) и кипятят полученный раствор с 15 г активированного угля. Горячий раствор фильтруют, подкисляют фильтрат 15% раствором HCl, выпавший осадок отфильтровывают и получают 4-метоксиантраниловую кислоту.

Осадок сушат на воздухе. Измеряют температуру плавления. Очистку проводят методом перекристаллизации.

Методика перекристаллизации: Навеску неочищенной кислоты (50 г) переносят в стакан и приливают 200 мл уксусной кислоты. Нагревают на плитке до кипения и полного растворения кислоты. Фильтруют горячей. Фильтрат охлаждают до комнатной температуры при постоянном перемешивании, для исключения образования комков при кристаллизации кислоты. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают 70 мл уксусной кислоты до полного обесцвечивания промывных вод. Затем фильтрат переносят в стакан на 300 мл, а кристаллы кислоты промывают водой до нейтральной реакции промывных вод. Полученные кристаллы сушат до постоянной массы.

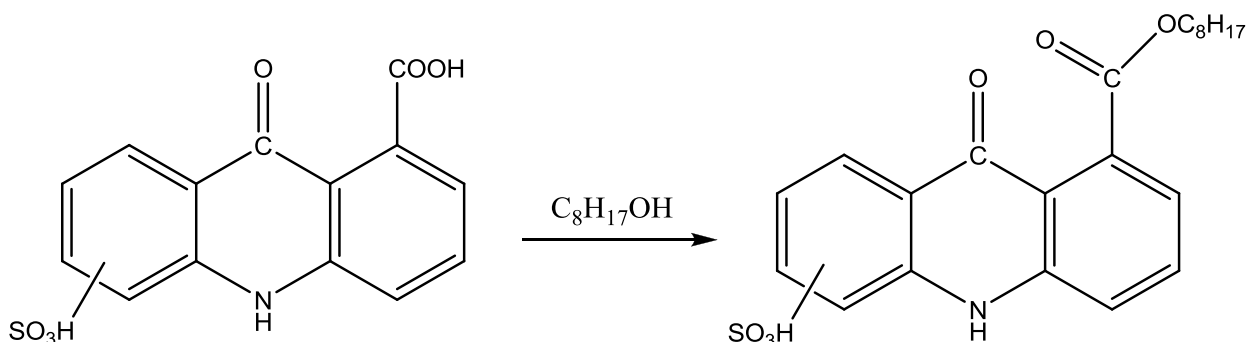
Для увеличения выхода кислоты, водную и уксусную вытяжки соединяют, и приливают небольшими порциями дистиллированной воды до полного выпадения кислоты. Осадок отфильтровывают. Сушат и при необходимости проводят перекристаллизацию как описано выше.

Взвешивают массу полученной кислоты и определяют выход реакции. Определяют температуру плавления 4-метоксиантракиноновой кислоты.

Делают вывод.

Лабораторная работа 2. Синтез (децилового эфира 1-карбоксиакрид-9-он)сульфо­кислоты

Дециловый эфир 1-карбоксиакрид-9-онсульфо­кислоты, $C_{22}H_{25}O_6NS$, кристаллическое вещество жёлтого цвета.



| Название соединения | M_r г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , МОЛ Ь | m , г | V , мл | Примечание |
|---|-----------------|---------------------------|---------------------|------------|-------------|------------|
| (1-Карбокси-акрид-9-он)сульфо-кислота | | | | | | |
| Дециловый спирт | | | | | | |
| Гексанон | | | | | | |
| Дециловый эфир (1-карбоксиакрид-9-он)сульфо-кислоты | | | | | | |

Методика синтеза: в двухгорлую колбу, снабженную обратным холодильником, помещают 2 г (6 ммоль) (1-карбоксиакрид-9-он)сульфо-кислоты и 30 мл (0,231 моль) децилового спирта, кипящий камешек и выдерживают ~15 час при температуре 160° С на масляной или глицериновой бане. В конце реакции начинают отбирать пробы для хроматографического контроля за ходом реакции (в реакционной смеси перестанет обнаруживаться исходная сульфокислота) методом ТСХ.

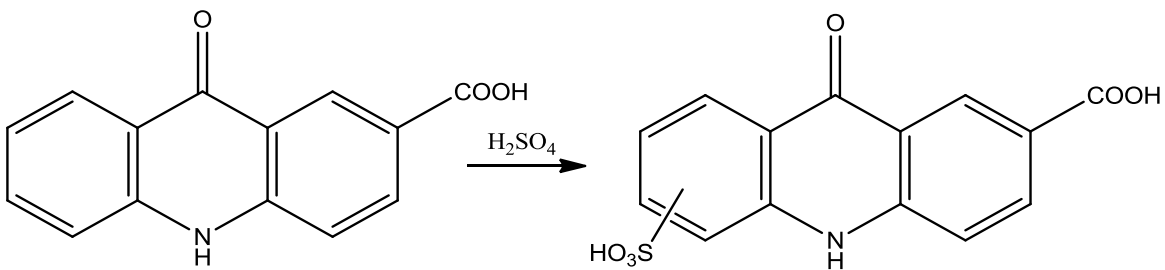
После прохождения реакции, меняют обратный холодильник на нисходящий и отгоняют в вакууме избыток децилового спирта (30-35 мл). Охлаждают. Фильтруют, к фильтрату добавляют 20 мл гексанона, выпавшие кристаллы отфильтровывают. Сушат на воздухе. Взвешивают сухие кристаллы. Определяют выход продукта. Измеряют температуру плавления.

Делают вывод.

Лабораторная работа 3

Синтез (2-карбоксиякрид-9-он)сульфокислоты

(1-Карбоксиякрид-9-он)сульфокислота, $C_{14}H_9O_6NS$, $T_{пл}$ 221 °С (с разложением) - кристаллическое вещество коричнево-зеленого цвета, хорошо растворима в воде, водные растворы имеют кислую реакцию. При разбавлении в ультрафиолете флуоресцируют синим свечением, в отличие от исходного 1-карбоксиякрид-9-она.



| Название соединения | M_r г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , МОЛЬ | m , г | V , мл | Примечание |
|-------------------------------------|-----------------|---------------------------|-----------------|------------|-------------|------------|
| 2-Карбоксиякрид-9-он | | | | | | |
| Кислота серная (конц) | | | | | | |
| Ледяная уксусная кислота | | | | | | |
| Пропанон-2 | | | | | | |
| (2-карбоксиякрид-9-он)сульфокислоты | | | | | | |

Методика синтеза: в двухгорлую круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником, помещают 5 г (0,021 моль) 2-карбоксихризоксина и 15 мл (0,153 моль) концентрированной серной кислоты, кипящий камешек. Включают обогрев и нагревают на масляной или глицериновой бане при 180° С до тех пор, пока в реакционной смеси перестанет обнаруживаться исходный 1-карбоксихризоксин (контроль за ходом реакции осуществляется методом ТСХ: отбирают пипеткой пробы из реакционной колбы).

После окончания реакции, реакционную смесь охлаждают и выливают в стакан с 50 мл ледяной уксусной кислоты. Оставляют стоять на воздухе 8-10 час. Осадок отфильтровывают, многократно промывают порциями ледяной уксусной кислоты (до 10 мл), затем 25 мл пропанона-2. Сушат в сушильном шкафу при 90° С.

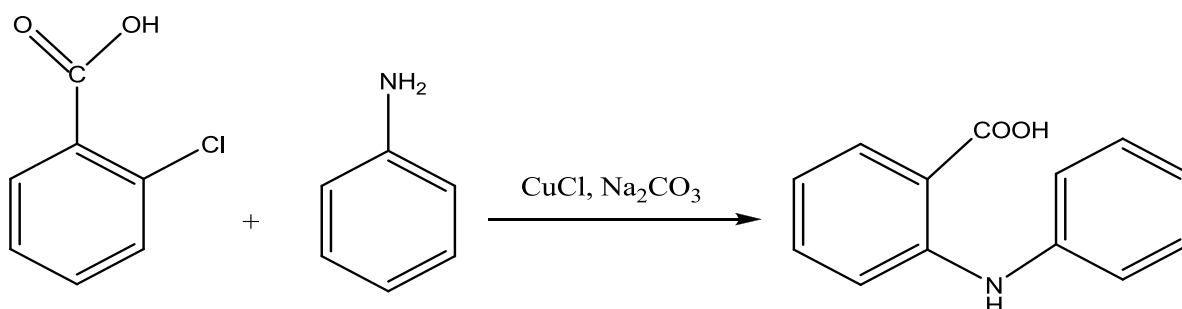
Взвешивают и рассчитывают выход реакции. Определяют температуру плавления.

Делают вывод.

Примечание: Концентрированная серная кислота вызывает ожоги, поэтому работать надо осторожно и под тягой.

Лабораторная работа 4 Синтез фенилантраниловой кислоты (ФАК)

Фенилантраниловая кислота — бесцветные или слегка серые игольчатые кристаллы (порошок); $T_{пл}=182^{\circ}$ С. Нерастворима в холодной воде и очень мало растворима в горячей воде. Хорошо растворима в этаноле при нагревании и в водных растворах щелочей. Мало растворима в эфире и бензоле. Наименьшая растворимость в воде при рН от 0 до 2. Очищают осаждением из этанола водой.



| Название соединения | M_r , г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , моль | m , г | V , мл | Примечание |
|---------------------------------|-------------------|---------------------------|-----------------|------------|-------------|------------|
| <i>o</i> -Хлорбензойная кислота | | | | | | |
| Анилин | | | | | | |
| Карбонат натрия | | | | | | |
| Хлорид меди(I) | | | | | | |
| Фенилантранилов- вая кислота | | | | | | |

Методика синтеза: в круглодонную трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой и термометром, помещенную в масляную баню, наливают 57 мл воды. Включают обогрев и нагревают реакционную смесь до 60°C. Прибавляют 27,7 г (0,26 моль) безводного карбоната натрия, 75 г (0,48 моль) хлорбензойной кислоты (ХБК) при непрерывном перемешивании.

Реакционную смесь перемешивают до прекращения выделения углекислого газа. Далее повышают температуру в колбе до 78-80°C. При достижении заданной температуры вносят дополнительно 27,8 г (0,26 моль) безводного карбоната натрия, 45 г (44 мл, 0,48 моль) анилина, 2,5 г (3,3% от массы ХБК) хлорида меди (I). Перемешивают при указанной температуре в течение 5 ч.

Затем температуру реакционной смеси повышают до 98-100°C. Перемешивают реакционную смесь при данной температуре 1 ч.

Выделение фенилантраниловой кислоты:

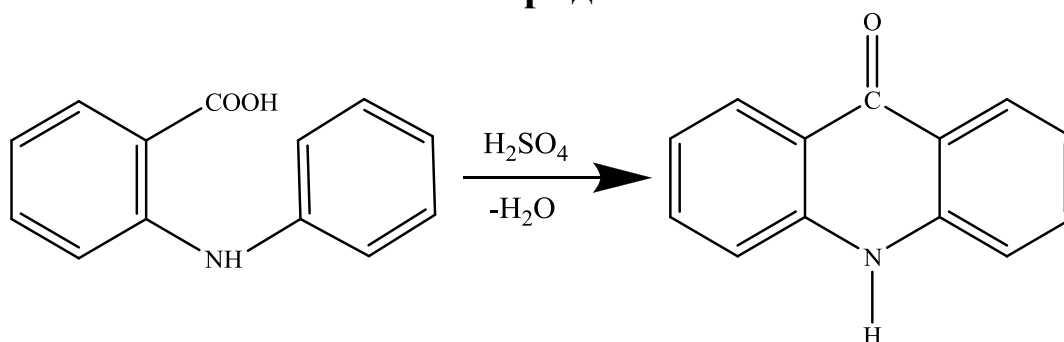
Горячую смесь переносят в стакан емкостью 2 л, в которой находится 1,1 л горячей дистиллированной воды, перемешивают. Добавляют 30 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия до рН 10-11 (лакмусовая бумажка), вносят 18 г активированного угля и кипятят 20 мин. Отфильтровывают. К горячему фильтрату прибавляют раствор соляной кислоты до кислой реакции среды (лакмусовая бумажка). Выпавший осадок фенилантраниловой кислоты отделяют фильтрованием, промывают осадок на фильтре горячей дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод (~700 мл). Проверяют наличие салициловой

кислоты по отсутствию окраски с хлоридом железа (III). В случае окраски проводят промывание дистиллированной водой до исчезновения окраски (проба на салициловую кислоту, ~500 мл). Осадок фенилантраниловой кислоты (ФАК) на фильтре отжимают и сушат в сушильном шкафу с циркуляцией воздуха при температуре 80-90°C.

Взвешивают высушенный продукт реакции. Вычисляют выход. Определяют температуру плавления.

Делают вывод.

Лабораторная работа 5 Акридон-9

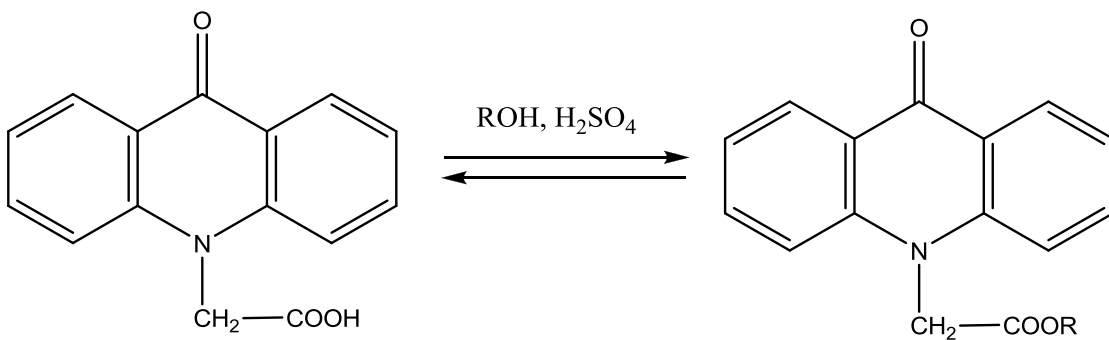


| Название соединения | M_r , г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , моль | m , г | V , мл | Примечание |
|---------------------------|-------------------|---------------------------|-----------------|------------|-------------|------------|
| Фенилантраниловая кислота | | | | | | |
| Серная кислота | | | | | | |
| Карбонат натрия | | | | | | |
| Акридон-9 | | | | | | |

Методика синтеза: в круглодонной колбе емкостью 50 мл приготовлен раствор 3 г N-фенилантраниловой кислоты в 7 мл серной кислоты (98 %) и раствор нагревался на кипящей водяной бане в течение 4-х ч, после чего его вылили в 100 мл кипящей воды (раствор приливали по стенке сосуда). Раствор кипятили в течение 5 минут, желтый осадок отфильтровывали. Влажный осадок прокипятили в течение 5 мин с раствором 2,12 г (0,02 моль) соды в 30 мл воды, после чего его отсосали с помощью водоструйного

насоса, колбы Бунзена и воронки Бюхнера и хорошо промыли дистиллированной водой. Затем влажный осадок был высушен на воздухе. Выход вещества составил 1,78 г (или 74 % от теоретического). Температура плавления вещества 344°C.

Лабораторная работа 6
Этерификация (акрид-9-он-10-ил)уксусной
кислоты



| Название соединения | M_r , г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , моль | m , г | V , мл | Примечание |
|------------------------------------|----------------|------------------------|--------------|---------|----------|------------|
| (Акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты | | | | | | |
| Изопропиловый спирт | | | | | | |
| Этиловый спирт | | | | | | |
| Изоамиловый спирт | | | | | | |
| Бутиловый спирт | | | | | | |
| Изобутиловый спирт | | | | | | |
| Кислота серная (конц) | | | | | | |
| Эфир (акрид-9-он-10-ил)уксусной | | | | | | |

| | | | | | | |
|---------|--|--|--|--|--|--|
| КИСЛОТЫ | | | | | | |
|---------|--|--|--|--|--|--|

Задание на лабораторную работу:

1. Провести расчет необходимого количества реагентов для заданного количества (акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты (АУК) спирта, выданного по заданию.
2. Взвесить и отмерить рассчитанные количества реагентов.
3. Собрать установку.
4. Провести синтез эфира АУК; по ходу реакции отбирать пробы через каждые 30 мин для контроля содержания исходной АУК в реакционной смеси методом ТСХ.
5. Выделить полученный эфир.
6. Осуществить перекристаллизацию полученного соединения.
7. Определить температуру плавления полученного эфира.

Методика синтеза: в двухгорлую колбу, снабженную обратным холодильником, помещают 12,65 г (акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты (АУК), 50 мл спирта (по указанию преподавателя), вносят 1 мл концентрированной серной кислоты и кипятят на масляной или глицериновой бане до тех пор, пока в реакционной смеси перестанет обнаруживаться исходная АУК (контроль за ходом реакции осуществляется методом ТСХ).

Заменяют обратный холодильник на нисходящий и отгоняют избыток спирта (~30-35 мл). Охлаждают содержимое до комнатной температуры.

Остаток от отгонки спирта переносят из колбы в стакан емкостью 200 мл, прибавляют 30-35 мл дистиллированной воды. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, промывают водой до нейтральной реакции промывных вод (лакмусовая бумажка).

Очистку проводят следующим образом: Полученный продукт переносят в стакан, прибавляют 15-20 мл дистиллированной воды и 5 мл раствора карбоната натрия, тщательно перетирают стеклянной палочкой, контролируя рН среды (среда должна оставаться слабощелочной; при снижении рН до нейтральных значений

добавить 1-2 мл раствора карбоната натрия), фильтруют. Осадок сушат на воздухе.

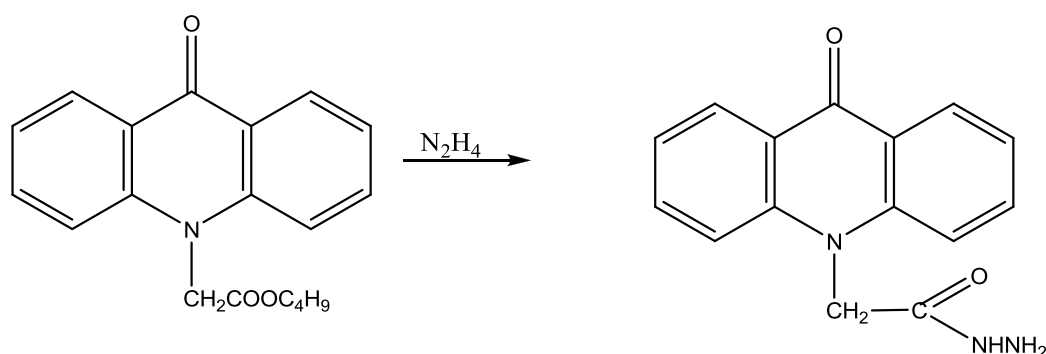
Очистку проводят перекристаллизацией из этанола.

Взвешивают высушенный продукт. Рассчитывают выход продукта реакции. Определяют температуру плавления.

Делают вывод.

Лабораторная работа 7

Гидразид (акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты

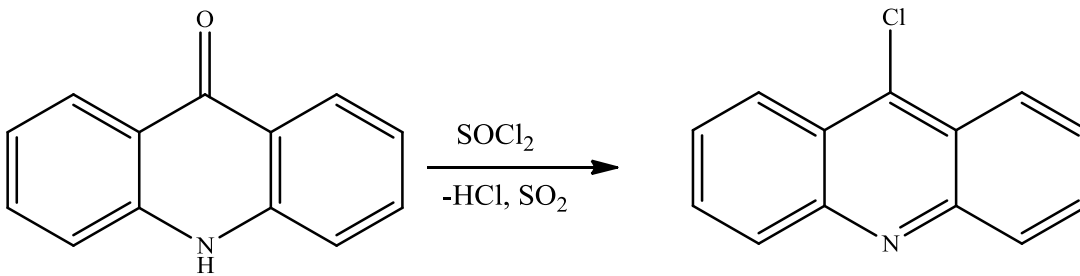


| Название соединения | M_r , г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , моль | m , г | V , мл | Примечание |
|--|----------------|------------------------|--------------|---------|----------|------------|
| Эфир (акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты | | | | | | |
| Гидразингидрат | | | | | | |
| 2-Пропанол | | | | | | |
| Гидразид(акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты | | | | | | |

Методика синтеза: в круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником, загрузили (0,0004 моль, 40 ммоль) эфира N-акридонуксусной кислоты, затем добавили 5 мл ИПС. После растворения эфира в ИПС добавили по каплям 1 мл гидразина 85%-ного (N_2H_4). Раствор кипятили в течение 2 ч. На стенках и дне колбы образовался желтый осадок гидразида N-акридонуксусной

кислоты. Осадок отфильтровали на воронке Бюхнера и высушили на воздухе.

Лабораторная работа 8 9-хлоракридин

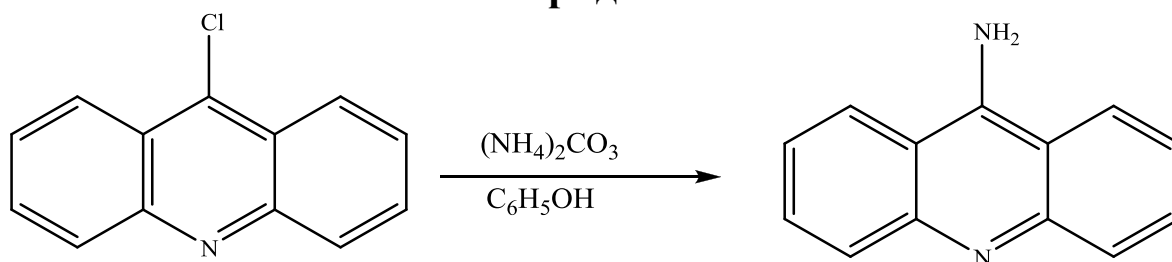


| Название соединения | M _г , г/МОЛЬ | T _{пл} (T _{кип}) | ν, МОЛЬ | m, г | V, мл | Примечание |
|----------------------|----------------------------|--|------------|---------|----------|------------|
| Акридон-9 | | | | | | |
| Хлористый тионил | | | | | | |
| Диоксан | | | | | | |
| Пиридин | | | | | | |
| 12-% раствор аммиака | | | | | | |
| 9-Хлоракридин | | | | | | |

Методика синтеза: в колбу, снабженную обратным холодильником, загружают 19.5 г (0.1 моль) акридона, 70 мл 1,4-диоксана и 2 мл пиридина. При перемешивании добавляют 43 мл (71.4 г, 0,6 моль) тионил хлорида и кипятят 4-5 ч. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, выливают на лёд и фильтруют. Фильтрат переносят в стакан и добавляют 12% раствор аммиака до слабо-щелочной среды. Осадок отфильтровывают, промывают водой до нейтральной среды. Сушат в эксикаторе над хлористым кальцием. Получают мелкокристаллическое вещество желтого цвета T_{пл} = 117-118°C.

Примечание: 9-хлоракридин раздражает слизистые оболочки и кожу, при работе с ним следует использовать перчатки и очки.

Лабораторная работа 9 9-Аминоакридин



| Название соединения | M_r , г/моль | $T_{пл}$ ($T_{кип}$) | ν , моль | m , г | V , мл | Примечание |
|---------------------|----------------|------------------------|--------------|---------|----------|------------|
| 9-Хлоракридин | | | | | | |
| Фенол (безводный) | | | | | | |
| Углекислый аммоний | | | | | | |
| Ацетон | | | | | | |
| Гидроксид натрия | | | | | | |
| 9-Аминоакридин | | | | | | |

Методика синтеза: в закреплённый в штативе стакан емкостью 1 л, снабжённый мешалкой и термометром, помещают 6.4 г (0.03 моль) 9-хлоракридина и 200 г (0.3 моль) безводного фенола. Содержимое стакана нагревают, перемешивая 15-20 мин при 70°C, и к полученному расплаву постепенно прибавляют 30 г (0.096 моль) углекислого аммония с такой скоростью, с какой позволяет обильное выделение углекислого газа. Затем температуру смеси быстро поднимают до 120°C и выдерживают при этой температуре 2 ч, не прекращая перемешивания.

Реакционную массу охлаждают до 30°C и выливают в 100 см³ ацетона, помещенного в охлаждаемый льдом стакан. Через 30-40 мин выпавший осадок гидрохлорида 9-аминоакридина отфильтровывают и промывают 10 мл ацетона, который

присоединяют к основному фильтрату. (Фильтрат перегоняют и повторно используют в следующем опыте).

Осадок сырого гидрохлорида 9-аминоакридина кипятят со 100 мл дистиллированной воды. Горячую водную вытяжку отфильтровывают. Фильтрат нагревают для перевода выпавшего осадка в раствор. К горячему раствору добавляют раствор 1,2 г гидроксида натрия в 27 мл дистиллированной воды. Образовавшуюся суспензию охлаждают до 15°C, выпавший осадок отфильтровывают и промывают водой до отсутствия ионов хлора. Осадок сушат при 80°C.

Получают желтое кристаллическое вещество с $T_{пл} = 223-234$ °C. Растворимо в ацетоне, этаноле.

Литература

1. Дж. Джоуль, К. Миллс. Химия гетероциклических соединений (Пер. с англ.). М.: Мир. – 2004. – 728с.
2. Вацуро К.В., Мищенко Г.Л. Именные реакции в органической химии. Справочник. М.: Химия. – 1976. – 528с.
3. Дж. Дж. Ли. Именные реакции. М.: Бином. – 2006.

