

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна  
Должность: проректор по учебной работе  
Дата подписания: 19.12.2024 10:16:53  
Уникальный программный ключ:  
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

## 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  
« 11 » 01 2019 г.



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

Методические указания для студентов по направлению  
подготовки 04.03.01 Химия

Курск 2019

УДК 547.835.5: 547.873

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 подготовки 04.03.01 «Химия / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л. М. Миронович. Курск, 2019, 20 с. Библиогр.: 20 с.

Методические указания предназначены для студентов очной формы обучения, выполняющих лабораторный практикум по химии гетероциклических соединений, 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 04.03.01 «Химия».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 21.01.19

Формат 60x84 1/16

Усл. печ. л. 1,35 Уч.-изд. л. 1,05 Тираж 50 экз. Заказ. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

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

## СОДЕРЖАНИЕ

1 Вступление	4
2 Правила техники безопасности и организации работы в химической лаборатории	4
3 Лабораторные работы	8
Лабораторная работа 1. Синтез фенилантраниловой кислоты (ФАК)	8
Лабораторная работа 2. Синтез акридона-9	10
Лабораторная работа № 3. (Акрид-9-он-10-ил) уксусная кислота	12
Лабораторная работа 4. Этерификация (акрид-9-он-10-ил) уксусной кислоты	13
Лабораторная работа № 5. 6-Фенил-1,2,4-триазин-3(2 <i>H</i> )-тион-5(4 <i>H</i> )-он	15
Лабораторная работа № 6. 5,6-Диметил-1,2,4-триазин-3(2 <i>H</i> )-тион	17
Лабораторная работа № 7. 7-Амино-3- <i>трет</i> -бутил-4-оксо-6 <i>H</i> -пиразоло[5,1- <i>c</i> ][1,2,4]-триазин-8-карбонитрил	18
Литература	20

## 1 Вступление

Лабораторный практикум для студентов химического направления подготовки 04.03.01 Химия дает им возможность научиться практически осуществлять синтез гетероциклических соединений. Практикум отвечает программе курса.

Порядок выполнения:

1. Работать в химической лаборатории разрешается 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.

## 2 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 (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.

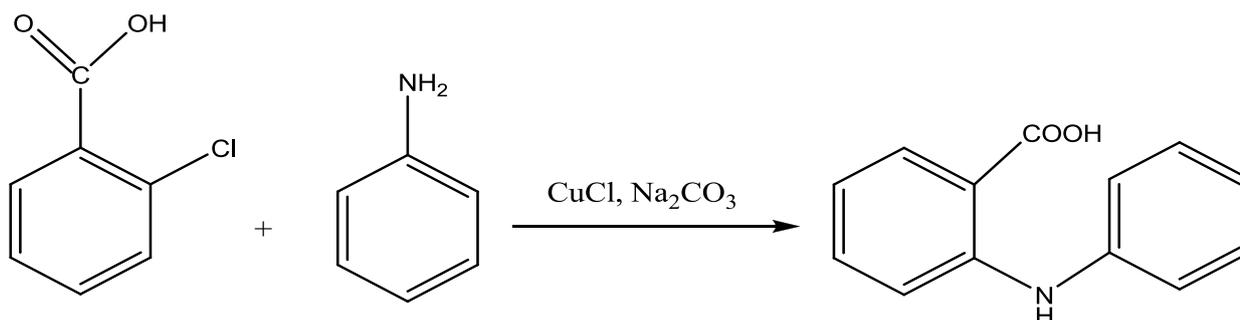
5. При порезах рук стеклом прежде всего удаляют осколки стекла пинцетом или под сильной струей воды, останавливают кровотечение 3%-ным раствором пероксида водорода, смазывают рану 5%-ным раствором йода и накладывают повязку. При капиллярном и венозном кровотечении на рану накладывают давящую повязку,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

### **3 Лабораторные работы**

#### **Лабораторная работа 1. Синтез фенилантраниловой кислоты (ФАК)**

Фенилантраниловая кислота — бесцветные или слегка серые игольчатые кристаллы (порошок);  $T_{пл}=182^{\circ} \text{C}$ . 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	$T_{пл}$ ( $T_{кип}$ )	$\nu$ , моль	$m$ , г	$V$ , мл	Примечание
<i>o</i> -Хлорбензойная кислота						
Анилин						
Карбонат натрия						
Хлорид меди (I)						
Фенилантранило- вая кислота						

**Методика синтеза:** В круглодонную трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой и термометром наливают 57 мл воды. Включают обогрев и нагревают реакционную смесь до 60°C при перемешивании. 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:

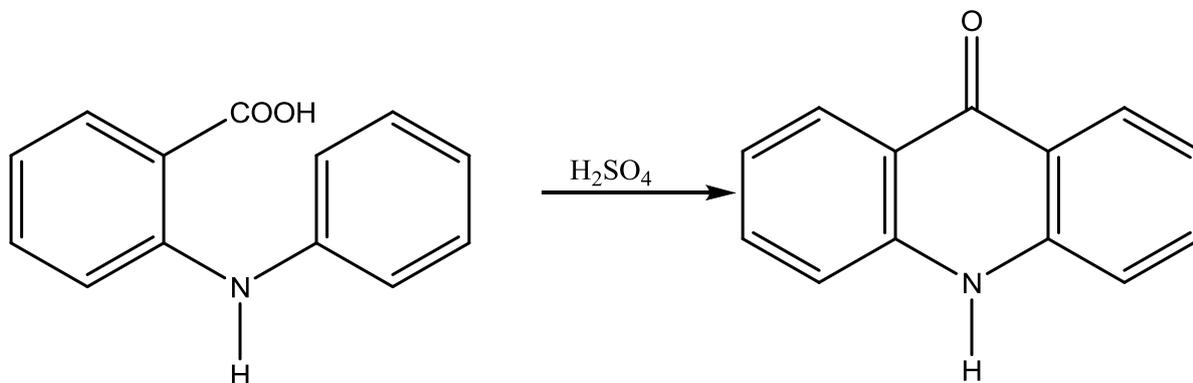
Горячую смесь переносят в стакан емкостью 2 л, в которой находится 1,1 л горячей дистиллированной воды, перемешивают. Добавляют 30 мл 30%-ного раствора гидроксида натрия до pH 10-11 (лакмусовая бумажка), вносят 18г активированного угля и кипятят 20 мин. Отфильтровывают. К горячему фильтрату прибавляют 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. Снимают ИК- и УФ спектры. УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$  (lg  $\epsilon$ ), нм: 272 (1,012), 225 (3,967), 196 (3,949). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3331, 3038, 2866, 2733, 2639, 2561, 2489

Делают вывод.

### Лабораторная работа 2. Синтез акридона-9

Акридон-9 – желтое кристаллическое вещество.



Название соединения	Мол. вес., г/моль	T <sub>пл</sub> (T <sub>кип</sub> )	п, моль	Масса, г	Объем, мл	Примечание
Фенилантранило-вая кислота						
Концентрированная серная кислота						
Поташ						
Акридон-9						Выход

### Методика синтеза:

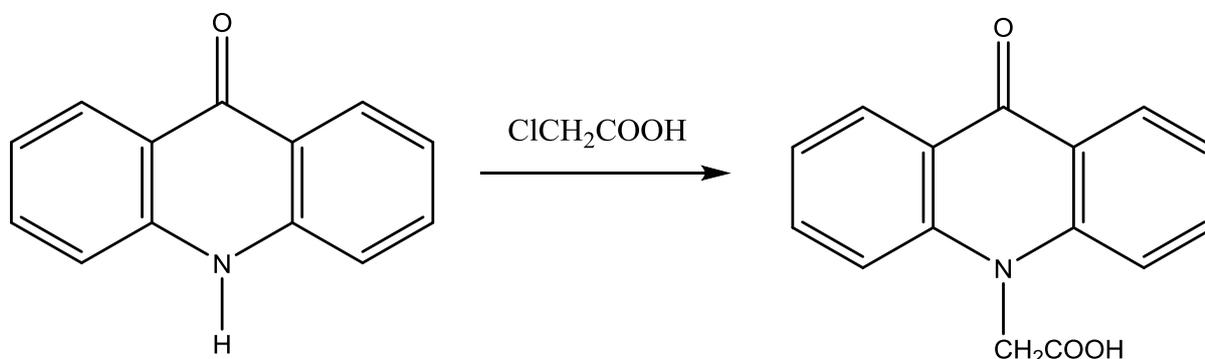
В круглодонной колбе емкостью 50 мл готовят раствор 3г фенилантраниловой кислоты в 7 мл серной кислоты (98%). Далее раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 4 ч, после чего его выливают в 100 мл кипящей дистиллированной воды. Раствор приливают по стенке сосуда во избежание вспенивания.

В течение 5 мин кипятят полученную смесь. Затем желтый осадок отфильтровывают и переносят в стакан, в который добавляют раствор 2,12 г (0,02 моль) соды в 30 мл воды. Содержимое кипятят 5 мин. После чего осадок отфильтровывают с помощью водоструйного насоса, на воронке Бюхнера. Хорошо промывают водой. Осадок сушат на воздухе.

Взвешивают массу и определяют выход реакции. Определяют температуру плавления акридона-9. Снимают УФ-, ИК-спектры. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3174, 3131, 3098, 2991, 2947, 2853, 1823, 1682, 1596, 1554, 1528, 1344, 1159, 1022, 935, 748, 706, 670, 549.

Делают вывод.

### Лабораторная работа № 3. (Акрид-9-он-10-ил) уксусная кислота



Название соединения	Мол. вес., г/моль	T <sub>пл</sub> (T <sub>кип</sub> )	п, моль	Масса, г	Объем, мл	Примечание
Акридон-9						
Монохлоруксусная кислота						
Полифосфорная кислота						
Раствор соляной кислоты						
(Акрид-9-он-10-ил) уксусная кислота.						Выход

В трехгорлую колбу устанавливают мешалку, которую приводят в движение электродвигателем. В одно горло колбы вставляют термометр для контроля над температурой в смеси и подключают обратный холодильник. В колбу загружают 10 г (0,06 моль) акридона-9 и 40 г (0,4 моль) полифосфорной кислоты и 5,64 г (0,06 моль) монохлоруксусной кислоты. Затем смесь нагревают до 100°C и выдерживают при этой температуре до окончания реакции. Через определенный промежуток времени производят

отбор проб. Контроль образовавшихся продуктов и расходование реагентов ведут методом тонкослойной хроматографии.

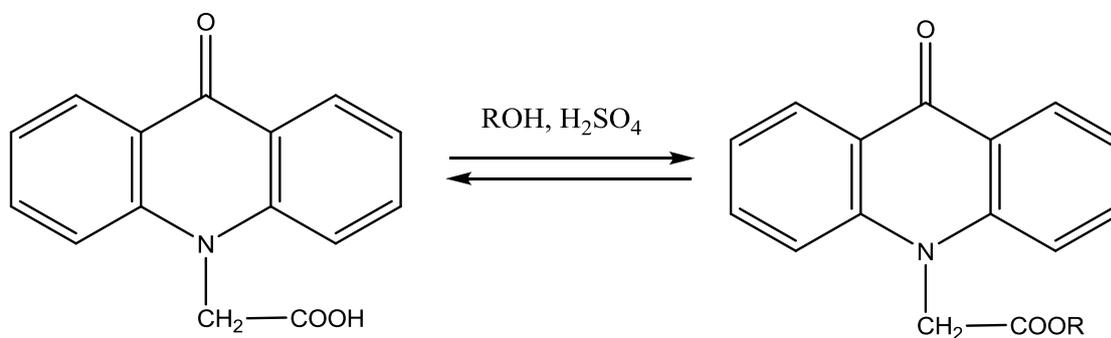
После окончания реакции смесь медленно, при интенсивном перемешивании, вливают в стакан с десятикратным избытком горячей дистиллированной воды, при этом выпадает осадок. Смесь охлаждают до 40-50°C. Осадок отфильтровывают, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции, сушат на воздухе.

Выход продукта составил 56%, т. пл. 282 °С.

УФ спектр,  $\lambda_{\text{max}}$  (lg  $\epsilon$ ), нм: 213( 2,149), 252( 2,802), 392(0,634)

ИК спектр,  $\nu, \text{cm}^{-1}$ : 2883, 2810, 2582, 2513, 1734(C=O), 1607(C=O), 1540, 1500, 1461, 1381, 1214, 1181, 951

#### Лабораторная работа 4. Этерификация (акрид-9-он-10-ил)уксусной кислоты



Название соединения	$M_r$ , г/моль	$T_{\text{пл}}$ ( $T_{\text{кип}}$ )	$\nu$ , 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 (~30-35мл). 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).

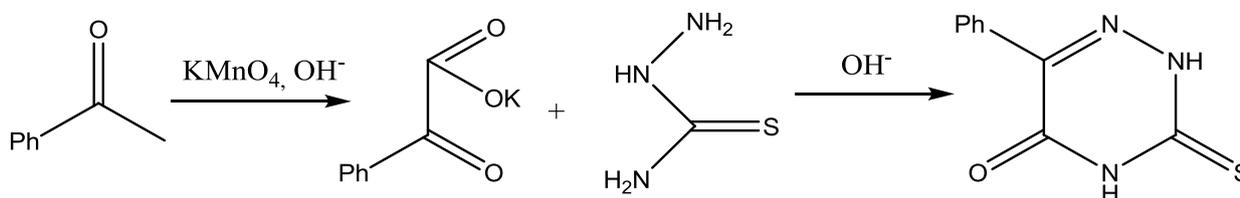
Очистку проводят следующим образом: Полученный продукт переносят в стакан, прибавляют 15-20 мл дистиллированной воды и 5 мл раствора карбоната натрия, тщательно перетирают стеклянной палочкой, контролируя pH среды (среда должна оставаться слабощелочной; при снижении pH до нейтральных значений добавить 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 № 5. 6-Фенил-1,2,4-триазин-3(2H)-тион-5(4H)-он



Название соединения	$M_r$ , г/моль	$T_{пл}$ ( $T_{кип}$ )	$\nu$ , моль	$m$ , г	$V$ , мл	Примечание
Ацетофенон						
Тиосемикарбазид						
Перманганат калия						

Едкое кали						
Соляная кислота (1:3)						
2-Пропанол						

В трехгорлую колбу, емкостью 1 л, снабженную быстроходной мешалкой помещают 12 мл (0,1 моль) ацетофенона и 200 мл воды, включают перемешивание.

Отдельно готовят раствор перманганата калия в водной щелочи. Для этого в термостойкий стакан наливают 200 мл горячей дистиллированной воды и при перемешивании добавляют 12 г КОН до полного растворения, а затем 32 г  $\text{KMnO}_4$  и перемешивают при нагревании до полного растворения перманганата калия.

Увеличивают скорость вращения мешалки в трехгорлой колбе и небольшими порциями через воронку добавляют щелочной раствор перманганата калия в суспензию ацетофенона. Следующую порцию добавляют после обесцвечивания раствора. После добавления окислительного раствора берут пробу на прохождение реакции (останавливают мешалку и стеклянной палочкой берут каплю реакционной смеси, которую переносят на фильтровальную бумагу. Бесцветное пятно указывает на полное прохождение реакции. В случае фиолетового окрашивания перемешивают реакционную смесь еще несколько минут. Затем опять берут пробу на обесцвечивание перманганата калия).

Фильтруют горячий раствор на воронке Бюхнера.

В прозрачном фильтрате находится калиевая соль фенилглиоксиловой кислоты.

Фильтрат помещают в одnogорлую колбу емкостью 500 мл, добавляют 12 г твердого КОН и перемешивают до полного растворения едкого калия, встряхивая колбу. Далее добавляют 5 г тиосемикарбазида, перемешивают до растворения. Кипятят содержимое колбы с обратным холодильником 4-4,5 ч, фильтруют горячей.

Фильтрат охлаждают и переносят в стакан емкостью 1 л. Берут приготовленный заранее раствор соляной кислоты ( $\text{HCl}$  :

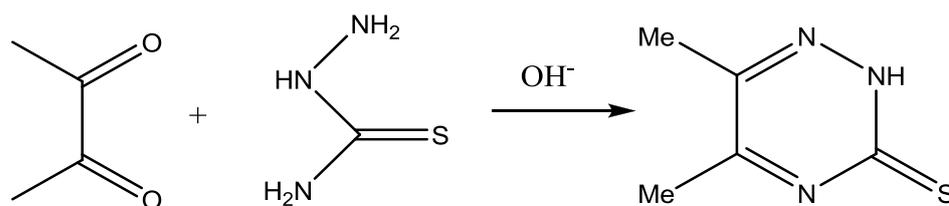
вода = 1:3) и при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой добавляют разбавленную соляную кислоту в стакан с фильтратом до pH 6-6,5. Выпадает осадок желтого цвета, который отфильтровывают и сушат на воздухе. Очистку проводят перекристаллизацией из пропанола-2.

Элюент для хроматографии хлороформ:ацетон.

Выход 75-85%. Т. пл. 258-259°C (литературные данные). Определяют выход, измеряют температуру плавления, снимают УФ- и ИК-спектр.

Делают вывод.

### Лабораторная работа № 6. 5,6-Диметил-1,2,4-триазин-3(2H)-тион



Название соединения	M <sub>r</sub> , г/моль	T <sub>пл</sub> (T <sub>кип</sub> )	ν, моль	m, г	V, мл	Примечание
Тиосемикарбазид						
Диацетил						
Едкий калий						
Соляная кислота 15%						

В одnogорлую круглодонную колбу емкостью 250 мл наливают 70 мл воды и добавляют 6,72 г (0,12 моль) КОН и при перемешивании растворяют. К полученному раствору прибавляют

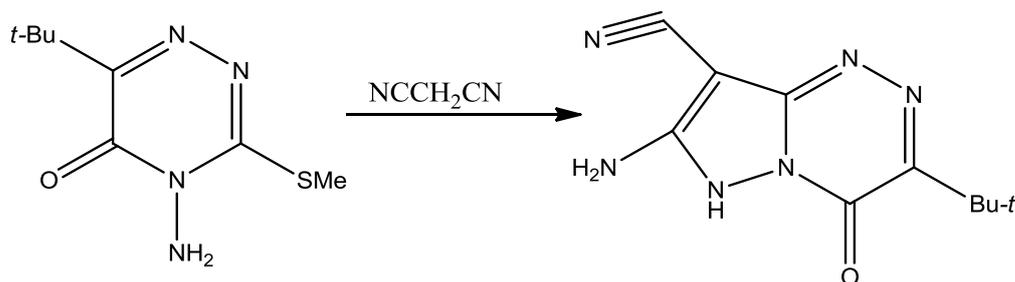
9,1 г (0,1 моль) тиосемикарбазида и снова хорошо размешивают, до полного растворения тиосемикарбазида.

Помещают в колбу кипячительные камушки и приливают к реакционной смеси 9,65 мл (0,11 моль) диацетила. Кипятят полученный раствор в течение 3-4 ч.

Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера. Осадок промывают 15%-ной соляной кислотой. Получают хроматографически чистое соединение с т. пл. 219°C. Выход 65 %. Полученное вещество – мелкокристаллический порошок коричневого цвета.

Определяют выход продукта, измеряют температуру плавления, снимают УФ- и ИК спектр.

### Лабораторная работа № 7. 7-Амино-3-*трет*-бутил-4-оксо-6*H*-пиразоло[5,1-*c*][1,2,4]-триазин-8-карбонитрил



Название соединения	M <sub>г</sub> , г/моль	T <sub>пл</sub> (T <sub>кип</sub> )	ν, моль	m, г	V, мл	Примечание
4-Амино-6- <i>трет</i> -бутил-3-метилмеркапто-1,2,4-триазин-5(4 <i>H</i> )-он						
Малондинитрил						
Пиридин						

К суспензии 3,21 г (15 ммоль) 4-амино-6-*трет*-бутил-3-метилмеркапто-1,2,4-триазин-5(4*H*)-она в 10 мл пиридина (предварительно перегнанного) прибавляют 1,13 г (21 ммоль) малонодинитрила (малонодинитрил предварительно нагревают в сушильном шкафу) и кипятят 3,5-4 ч.

Охлаждают, отфильтровывают осадок, сушат на воздухе.

Очистку проводят из пиридина.

Получают белые кристаллы массой 3,16 г с т. пл > 305°C (разл.). Выход 91%. (литературные данные)

Элюент для хроматографии – хлороформ : метанол (9:1).

Определяют выход продукта, измеряют температуру плавления, снимают УФ- и ИК спектр.

### Литература

1. Дж. Джоуль. Химия гетероциклических соединений (Пер. с англ.) / Дж. Джоуль, К. Миллс. М.: Мир. – 2004. – 728с.
2. Вацуро К. В. Именные реакции в органической химии. Справочник. / К. В. Вацуро, Г. Л. Мищенко. М.: Химия. – 1976. – 528с.
3. Дж. Дж. Ли. Именные реакции / Дж. Дж. Ли. М.: Бином. – 2006.
4. Иванский В.И. Химия гетероциклических соединений [Текст]: учеб. Пособие для вузов / В. И. Иванский. М.: Высшая школа, 1978. -559 с.