

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Кафедра хімії

Методичні вказівки і інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Методи синтезу органічних сполук”

Лабораторна робота №3
Синтез N-бензіліденаніліну

Затверджено на засіданні кафедри хімії

(протокол № 1 від “25” серпня 2020 р.)

Завідувач кафедрую _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала _____ Федорченко С.В.

Івано-Франківськ
2020

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

1. **ТЕМА:** синтез бензіліденаніліну.

2. **МЕТА:** вивчити типи реакцій, що використовуються в органічному синтезі; реакції конденсації, захист функціональних груп.

2.1. У результаті проведення практичних (семінарських, лабораторних) занять студенти повинні:

знати

- теоретичні основи будови, ізомерії і номенклатури досліджуваних органічних сполук;
- техніку безпеки при проведенні хімічних експериментів;
- методикку проведення хімічних експериментів;
- основні фізико-хімічні властивості речовин, способи їх одержання, застосування

вміти

- працювати з хімічним посудом, органічними речовинами;

- складати установки одержання речовин;

- встановлювати будову органічних сполук, виходячи з результатів аналізу;

- складати електронні та структурні формули речовин, складати рівняння реакцій, що характеризують властивості вивчених речовин, обчислювати масу, об'єм або кількість речовини за відомими даними, вихід продукту реакції, характеризувати окремі представники досліджуваних сполук, писати ізомери, рівняння реакцій одержання, хімічних властивостей органічних сполук

- виконувати обчислення за рівняннями хімічних реакцій;
- застосовувати основні поняття, закони та моделі органічних речовин та їх реакційної здатності в хімічній технології;
- виконувати вимоги безпечної роботи з хімічними об'єктами.

2.2. Самостійна робота на занятті:

- виконання тестових або індивідуальних завдань (перевірка домашньої самопідготовки).

- виконання лабораторної роботи;
- аналіз та обговорення основних питань, корекція вихідного рівня знань ;
- обговорення та математична обробка експериментальних результатів;
- обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

3. РЕАКТИВИ І ОБЛАДНАННЯ:

3.1. Бензальдегід; анілін; 95%-вий етиловий спирт.

3.2. Круглодонна колба об'ємом 100 мл; механічна мішалка; лійка Бюхнера; вакуумний насос.

4. ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

В останні десятиріччя широко використовують тимчасове блокування (захист) функціональних груп або окремих положень молекули, які можуть брати участь у реакціях, що плануються проводити по іншим реакційноздатним групам або положенням сполуки. Методи захисту функціональних груп в органічних речовинах мають важливе значення у зв'язку з тим, що використовуючи у синтезах багатфункціональні сполуки, дослідники

постійно стикаються із необхідністю селективного використання функціональної групи. При цьому постійно виникає питання відносно методу введення захисних груп, стабільності захисту під час наступних операцій та способів усунення захисту основних функціональних груп, не займаючи інших реакційноздатних груп.

Захисна група – це функціональна група, яку тимчасово вводять в молекули субстрату для забезпечення регіоселективності проведення певної хімічної реакції, після проведення якої, захисну функціональну групу знімають.

Захисну групу вводять з метою запобігання перебігу небажаної реакції на певному визначеному реакційному центрі, який може конкурентно вступати в реакцію, що проводиться.

Обов'язковою вимогою до захисної групи, є можливість легко знімати дану захисну групу після проведення реакції, залишаючи іншу частину молекули незмінною.

Поширені приклади **захисних груп**:

- 1) захист гідроксильних груп – ацетильна, бензоїльна, бензильна;
- 2) захист аміногруп – карбобензоксильна, трет-бутилоксиксильна, ацетильна, бензильна;
- 3) захист карбонільних груп – переведення в ацеталі або кеталі, переведення в дитіани.

Звичайно захисту потребують:

- -C-H – зв'язки (ацетиленові, ароматичні та аліфатичні);
- -N-H – зв'язки та заміщені аміногрупи (первинні та вторинні аміни, гідразини, гідроксиламіни та третинні аміни);
- -O-H групи (спиртів, діолів, фенолів та пірокатехінів);
- -COOH груп;
- -S-H груп;
- -C=C- та -C≡C- зв'язків (етиленових, дієнів та ацетиленових);
- -CHO та >C=O груп та інші.

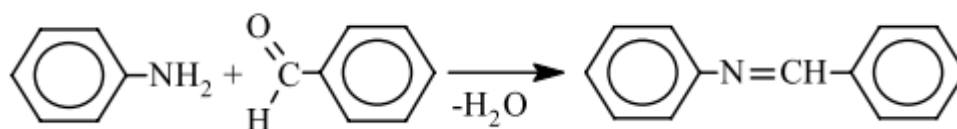
На сьогодні встановлені найбільш ефективні захисні групи та добре вивчені їх порівняльні переваги. Оpubліковані ряд монографій, у яких систематизовано встановлені знання більш ніж за 70 років. Важливим є також узагальнення основних методів зняття захисних груп. Відомі п'ять основних методів усунення захисту – кислотний та основний гідроліз, відновлення, окислення та термічне елімінування.

Основи Шиффа можна синтезувати з ароматичних амінів і карбонільних сполук: реакція відбувається через нуклеофільне приєднання аміну до карбону альдегідної групи з утворенням нестійкого 1,1-аміноспирту з подальшою його дегідратацією до іміну.

5. ЗМІСТ РОБОТИ

Синтез N-бензіліденаніліну (бензальаніліну)

Реакція захисту: утворення основ Шиффа.



У круглодонну колбу місткістю 100 мл, забезпечену механічною мішалкою, наливають 10 мл бензойного альдегіду, а потім при енергійному перемішуванні додають 9,2 мл аніліну. Через декілька секунд розпочинається реакція, що протікає з виділенням теплоти. Реакційній масі дають відстоятися протягом 15 хвилин і при хорошому перемішуванні виливають у склянку з 25 мл 95%-го етилового спирту. Розчин залишають на 10 хвилин за кімнатної температури, після чого протягом 30 хвилин охолоджують крижаною водою. Одержану кристалічну масу фільтрують на лійці Бюхнера і сушать на повітрі. Бензальанілін перекристалізують із 85 %-го спирту.

Бензальанілін (N-бензіліденанілін) – жовті голки. Не розчиняється у воді, розчинний в етиловому спирті, діетиловому ефірі та ін. органічних розчинниках.

Вихід: 15 г (83% від теоретичного); $T_{пл} = 54\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{кип} = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Яке практичне використання підстав Шиффа?
2. Основні вимоги, що ставляться до захисних груп.
3. Основні умови, коли захист функціональних груп є обов'язковим у багатостадійних синтезах.
4. Перелік функціональних груп, які найчастіше потребують захисту.
5. Методи захисту аміногрупи. Приклади реакцій.
6. Методи захисту альдегідної групи. Приклади реакцій.

ЛІТЕРАТУРА

1. Практикум з методології органічного синтезу: Матеріал прикладного характеру для студентів хімічних спеціальностей // Фізер М.М., Кривов'яз

А.О., Сливка М.В., Лендел В.Г. – Ужгород: кафедра органічної хімії ДВНЗ «УжНУ», 2019. – 92 с.

2. Голубчиков, О. А. Органический практикум: учеб. пособие / О. А. Голубчиков, Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2014. – 139 с.

3. Лабораторный практикум по синтезу промежуточных продуктов и красителей: учеб. пособие для вузов/ Под ред. А. В. Ельцова. –Л.:Химия, 1985.

4. Органикум. Практикум по органической химии. В 2 т. – М.: БИНОМ, 2008.

5. Бюлер К., Пирсон Д., Органические синтезы. В 2 т. – М.: Мир, 1973.

6. Агрономов А.Е., Шабаров Ю.С., Лабораторные работы в органическом практикуме. – М.: Химия, 1974.

7. Гитис С.С., Глаз А.И., Иванов А.В. Практикум по органической химии. – М.: Высшая школа, 1991.

8. Вейганд-Хильгетаг Ф.Х.Г. Методы эксперимента в органической химии. – М.: Химия, 1968.

9. Васильев Н.В., Смолина Т.А., Тимофеева В.К., Куплетская Н.Б., Птицына О.А. Органический синтез. – М., 1986.