

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ

«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

Кафедра органічної хімії та технології органічних речовин

ХІМІЯ ГЕТЕРОЦИКЛІЧНИХ СПОЛУК

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

з дисципліни «Хімія гетероциклічних сполук»

для студентів спеціальності 7(8).05130102

«Хімічні технології органічних речовин»

денної форми навчання

Електронне навчальне видання

Розглянуто та затверджено

на засіданні каф. ОХ та ТОР

протокол № 3 від 19.11.2012р.

Завідувач кафедри ОХ та ТОР

_____ А.А. Фокін

Київ 2013

Методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт / Укладач: ас. Шамота Т.В., ст. викл. Кушко А.О., ас. Левандовський І.А. – Київ: НТУУ «КПІ», 2013. – 50с.

**Гриф надано Вченою радою ХТФ НТУУ «КПІ»
(Протокол № _____ від _____ 201_ р.)**

Методичні рекомендації призначені для виконання лабораторних робіт студентами денної форми навчання кафедри органічної хімії та технології органічних речовин хіміко-технологічного факультету Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут».

ЕЛЕКТРОННЕ НАВЧАЛЬНЕ ВИДАННЯ

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

для студентів

спеціальності 7(8).05130102

«Хімічні технології органічних речовин»

денної форми навчання

Укладачі: Шамота Т.В., асистент.

Кушко А.О., ст. викл.

Левандовський І.А., асистент

Відповідальний редактор: Родіонов В.М., доц., к.х.н.

Рецензент: Потаскалов В.А., доц., к.т.н.

ЗМІСТ

Вступ.....	4
Лабораторна робота № 1. Етиловий естер 3,5-диметилізоксазол-карбонової-4 кислоти.....	6
Лабораторна робота № 2. 2-Аміно-4-метилпіримідин.....	11
Лабораторна робота № 3. 2,6-Диметилхінолінкарбонова-4 кислота.....	15
Лабораторна робота № 4. 4-Етоксид-4'-метоксид-6-метилфлавілія перхлорат.....	20
Лабораторна робота № 5. 7- Метилдигідрофурос[2,3-б]хінолін	24
Лабораторна робота № 6. Дипропіловий естер 4-оксогептандикарбонової кислоти.....	29
Лабораторна робота № 7. Метилловий естер індоліл-4-карбонової кислоти.....	34
Лабораторна робота № 8а. 9-ціанопентацикло[4.3.0.0 ^{2,5} .0 ^{3,8} .0 ^{4,7}]нонан-9-ацетонітрил.....	39
Лабораторна робота № 8б. Пентацикло[4.3.0.0 ^{2,5} .0 ^{3,8} .0 ^{4,7}]нонанспіро-3-пірролідін-2,5-діон.....	43
Список рекомендованої літератури.....	49

Вступ

Дисципліна *Хімія гетероциклічних сполук* разом з іншими входить до циклу професійної та практичної підготовки магістрів з даного напрямку. Струмкий розвиток сучасної органічної хімії, як науки у багатьох випадках пов'язано з потребами хімічної та фармацевтичної промисловості. Перш за все це обумовлюється створенням нових ліків, засобів захисту рослин, нових матеріалів тощо. У переважній більшості сполуки, що використовуються у цих галузях хімічної промисловості, є гетероциклічними системами, які містять один або декілька гетеро атомів; мають складну поліциклічну будову тощо. Тому загальне розуміння підходів до створення гетероциклічних систем з використанням класичних та сучасних каталітичних методів, вміння планувати складні багатостадійні перетворення є складовою частиною підготовки магістрів з хімічної технології органічних речовин.

Виконання лабораторних робіт з курсу «Хімія гетероциклічних сполук» має важливе значення для формування теоретичної та практичної підготовки інженера-технолога. Студент повинен оволодіти найбільш важливими навичками роботи в лабораторії з органічними речовинами: навчитися здійснювати перетворення однієї речовини в іншу, виділяти її з реакційної суміші, очищати, ідентифікувати та визначати чистоту отриманого продукту.

Методичні рекомендації до лабораторного практикуму з хімії гетероциклічних сполук для студентів спеціальності 7(8).05130102 «Хімічні технології органічних речовин» містять лабораторні методики синтезу похідних гетероциклічних сполук, стислі теоретичні основи фізико-хімічних перетворень, що мають місце при виконанні лабораторної роботи, необхідні заходи з техніки безпеки для її проведення, перелік

контрольних запитань, писок рекомендованої та додаткової літератури.

При підготовці до лабораторної роботи кожний студент, використовуючи наведені методичні рекомендації, довідкові данні, рекомендовану та додаткову літературу, повинен самостійно підготувати протокол лабораторної роботи. Також необхідно додатково опрацювати потрібні розділи теоретичного курсу та з'ясувати які основні та побічні реакції відбуваються при здійсненні синтезу, розрахувати необхідну кількість реагентів для проведення синтезу та теоретичний вихід основної реакції.

Після підготовки протоколу лабораторної роботи необхідно:

1. Визначити послідовність виконання експериментальних операцій.
2. Звернути особливу увагу на заходи з техніки безпеки.
3. Для перевірки засвоєння матеріалу належить відповісти на контрольні запитання.

Перед виконанням синтезу викладачем проводиться контрольне опитування студентів: обговорюється теоретична частина, перевіряються розрахунки кількостей вихідних речовин, знання плану виконання експерименту, правил техніки безпеки. Викладач дає дозвіл студенту до виконання лабораторної роботи, якщо студент демонструє достатній рівень знань. Студенти, які не засвоїли необхідні заходи з техніки безпеки при проведенні лабораторної роботи та надання першої медичної допомоги категорично не допускаються до її виконання.

Під час синтезу до протоколу заносяться результати спостережень, а також результати зважування, визначення температури кипіння, температури топлення, спектральні дані, розчинність, тощо. Завершується лабораторна робота розрахунком виходу продукту, порівнянням його з наведеним в методиці та проведенням детального аналізу виконання роботи, результати якого записуються у висновки.

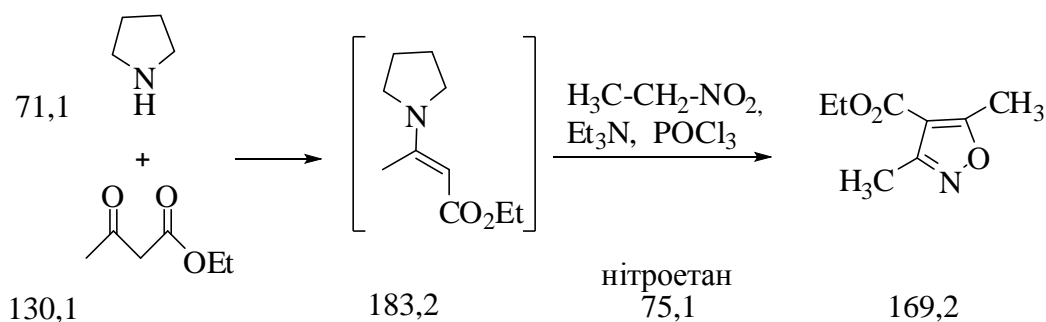
Лабораторна робота № 1

Етиловий естер 3,5-диметилізоксазолкарбонової-4 кислоти

Мета роботи. Одержання етилового естеру 3,5-диметилізоксазолкарбонової-4 кислоти

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з рідкими речовинами, навчитися проводити вакуумну перегонку, висушування органічних речовин. Вміти визначити температуру кипіння та оцінити чистоту отриманого продукту.

Тривалість виконання: 10 годин.



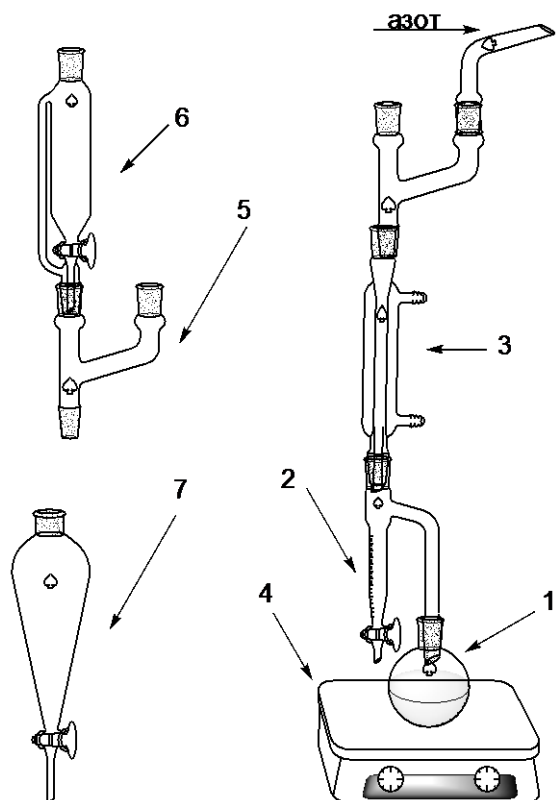
Реакція. Синтез ізоксазола через 1,3-диполярне циклоприєднання нітрилоксиду до енаміну з наступним елімінуванням аміну. Принцип

побудови гетероциклу

Реактиви	Кількість
ацетооцтовий естер	26,0 г (0,20 моль)
пірролідін	14,2 г (0,20 моль)
сухий бензол	80 мл
нітроетан	17,4 г (0,22 моль)

хлороформ	200мл+40 мл
сухий триетиламін	80 мл
POCl_3	34,0 г (0,22 моль)
крижана вода	200 мл
6М HCl	70 мл
насичений розчин NaCl	100 мл
5%-вий розчин NaOH	100 мл

Для даного дослідю			
	мл	г	моль
ацетооцтовий естер			
пірролідін			
безводний бензол			
нітроетан			
безводний триетиламін			
хлороформ			
POCl_3			
Крижана вода			
6М HCl			
насичений розчин NaCl			
5%-вий розчин NaOH			



Прилад:

1. одnogорла колба,
2. насадка Діна-Старка,
3. Зворотній холодильник із системою для продування азотом,
4. Мішалка та нагрівальний прилад,
5. Ч-подібна насадка,
6. Крапельна лійка,
7. Ділільна лійка.

Хід роботи

Розчин 26,0 г (0,20 моль) етилового естеру ацетооцтової кислоти (ацетооцтовий естер) та 14,2 г (0,20 моль) пірролідину в 80 мл безводного бензолу (*обережно!*) кип'ятять у атмосфері азоту з насадкою Діна-Старка. Після 45 хв відділяються 3,8 мл води.

Потім бензол відгоняють у вакуумі та залишок [етиловий естер (3-пірролідінкротонової кислоти, 36,6 г (100%)] змішують з 17,4 г (0,22 моль) нітроетану та 80 мл безводного триетиламіну в 200 мл хлороформа. Після цього при 5°C (температура реакційної суміші) протягом 1,5 годин при перемішуванні прикапують 34,0 г (0,22 моль) POCl_3 у 40 мл хлороформа та після закінчення додавання суміш перемішують ще 5 годин при кімнатній температурі.

Темну реакційну суміш повільно вносять у 200 мл крижаної води, органічну фазу відокремлюють і промивають поступово 70 мл 6 М HCl ,

100 мл 5%-вого NaOH та 100 мл насиченого розчину NaCl. Після висушування розчину над Na₂SO₄ розчинник відгоняють у вакуумі, а залишок фракціонують у вакуумі. При т. кип. 60-61°C/0,5 мм рт. ст. відганяються 20,7 г (61%) етилового естеру 3,5-диметилізоксазолкарбонової-4 кислоти у вигляді безбарвної рідини з характерним запахом, n_D^{24} 1,4612.

Доповнення. Ацетооцтовий естер (т. кип. 75-76°C/18 мм рт. ст.) і POCl₃, (кип. 104-105°C/760 мм рт. ст.) варто використовувати перегнаними. Пірролідін треба просушити над KOH і перегнати (т. кип. 87-88°C/760 мм рт. ст.).

Спектральні дані

ІК(плівка): 1720 (C=O), 1615 см⁻¹ (C=N).

¹H ЯМР(CDCl₃): δ, 4,26 (кв, *J* 7 Гц; 2H, OCH₂), 2,71, 2,38 (с; 3H, CH₃) (т, *J* 7 Гц; 3H, CH₃).

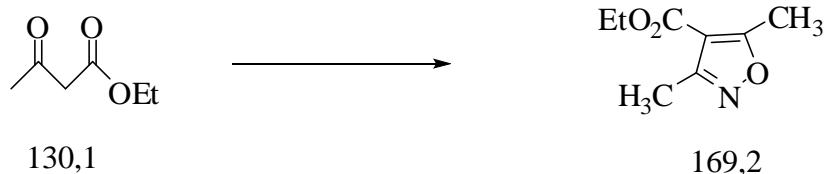
Спостереження:

Маса приймача – г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного дослідю
Теоретичний вихід у розрахунку на вихідний ацетооцтовий естер 130,1 г/моль – 169,2 г/моль 26 г – X X = 33,81 г Практичний вихід – 20,7 г Процент виходу від теоретичного X = $(20,7/33,81) * 100 = 61,22 \%$	Теоретичний вихід 130,1 г/моль – 169,2 г/моль – X X = Практичний вихід – г Процент виходу від теоретичного X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні соляної кислоти на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 5 %-им розчином соди або розчином аміаку.
3. При потраплянні розчину NaOH на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 1 %-им розчином оцтової кислоти.
4. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.

2. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?
3. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
4. Як застосовується отримана речовина?
5. Яким способом очищують отриману сполуку?
6. Як визначають температуру кипіння?

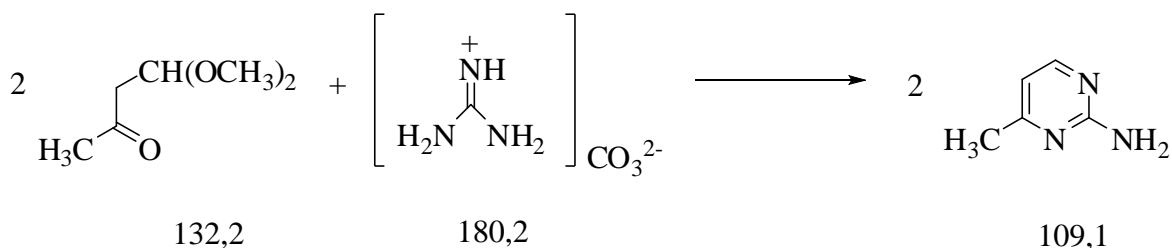
Лабораторна робота № 2

2-Аміно-4-метилпіримідин

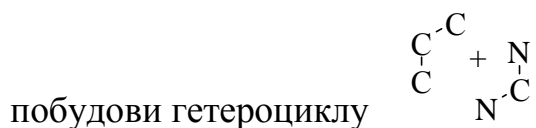
Мета роботи. Добування 2-Аміно-4-метилпіримідину

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з рідкими та твердими речовинами, навчитися проводити возгонку, перекристалізацію речовин. Вміти визначити температуру плавлення та оцінити чистоту отриманого продукту.

Тривалість виконання: 5 годин.



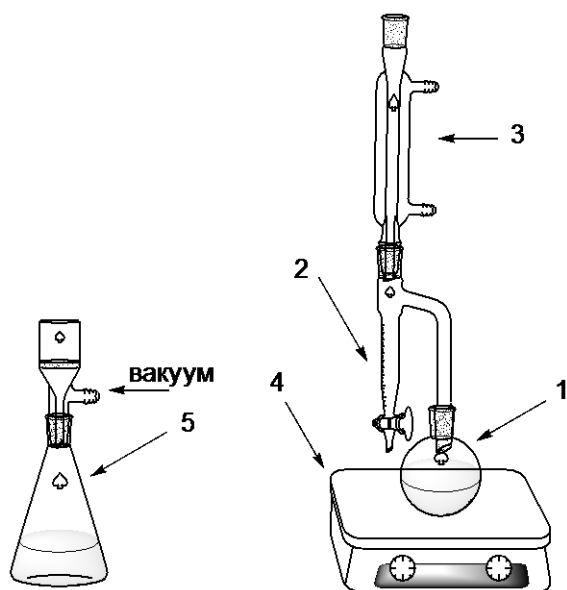
Реакція. Синтез піримідину «циклоконденсацією» 1,3-дикарбонільної сполуки з сечовиною, гуанідином або амідом; принцип



Піримідинові та пуринові похідні являються компонентами рибо- та дезоксирибонуклеїнових кислот, які мають фундаментальне значення у біології.

Реактиви	Кількість
диметилацеталь ацетилацетальдегіду	13,2 г (0,10 моль)
карбонат гуанідинію	9,01 г (50 ммоль)
ксилол	150 мл
н-пентан	60 мл
толуол	100 мл

Для даного досліджу			
	мл	г	моль
диметилацеталь ацетилацетальдегіду			
карбонат гуанідинію			
ксилол			
н-пентан			
толуол			



Прилад:

1. Одногорла колба,
2. Насадка Діна-Старка,
3. Зворотній холодильник,
4. Мішалка та нагрівальний прилад,
5. Прилад для фільтрування

Хід роботи

Суміш 13,2 г (0,10 моль) диметилацеталю ацетилацетальдегіду та 9,01 г (50 ммоль) карбонату гуанідиніа в 150 мл ксилолу повільно при перемішуванні нагрівають від 70 до 150° С. При цьому відгоняються метанол і вода. Приблизно через 3 години реакція закінчується. Ксилол, що відігнався, містить невелику кількість продукту, про що свідчить утворення «туману» з HCl. Усього збирається близько 40 мл дистилату.

Декантують ще гарячий розчин з темного залишку, залишають на 15 годин, кристали, що випали, відфільтровують і промивають *n*-пентаном. Після висушування у вакуумі отримують ~ 8,2 г неочищеного продукту з т. топл. 154-156°С. Ще 0,4 г продукту отримують кип'ятінням залишка після декантації з ксилолом. Продукт очищують возгонкою при 0,1 мм рт. ст. і після цього перекристалізують з ~ 100 мл толуолу, що дає 7,83 г (72%) 2-аміно-4-метилпіримідину в вигляді довгих безкольорових голок з т. топл. 156-157° С.

Спектральні дані

ІЧ (KBr): 3320, 3160. 1660. 1580, 1560, 1470 cm^{-1} .

¹H ЯМР(CF₃COOH): δ 8.45. 7,08, (д, *J* 6 Гц; 1 H, H⁶, H⁵), 2,73 (с; 3 H, CH₃).

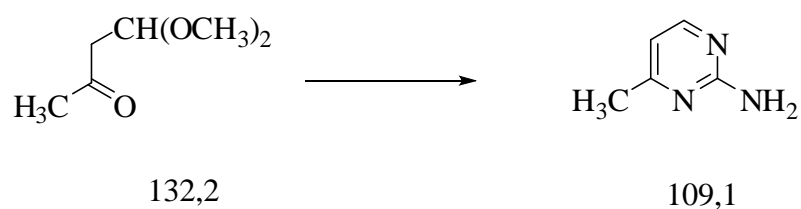
Спостереження:

Маса приймача – Г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – _____ г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного досліджу
Теоретичний вихід	Теоретичний вихід
132,2 г/моль – 109,1 г/моль	132,2 г/моль – 109,1 г/моль
13,2 г – X	г – X
X = 10,89 г	X =
Практичний вихід – 7,83 г	Практичний вихід – г
Відсоток виходу від теоретичного	Відсоток виходу від теоретичного
X = (7,83/10,89) * 100 = 72,3 %	X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні розчину КОН на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 1 %-им розчином оцтової кислоти.
3. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.
2. Назвіть фактори зміщення рівноваги реакції взагалі та для нашого синтезу.
3. У чому полягає процес перекристалізації?
4. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
5. Яким способом очищують отриману сполуку?
6. Як визначають температуру плавлення?

Лабораторна робота № 3

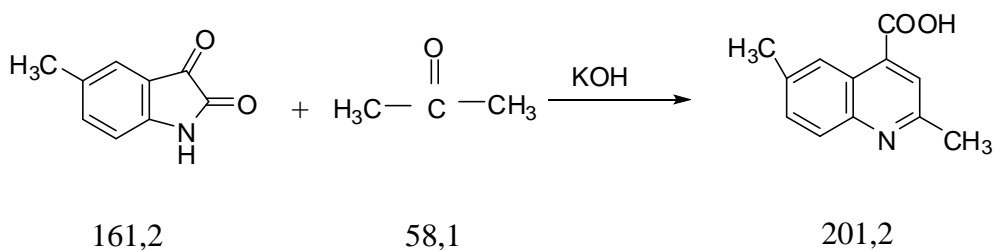
2,6-Диметилхінолінкарбонова-4 кислота

Мета роботи. Добування 2,6-Диметилхінолінкарбонова-4 кислота.

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами, навчитися проводити процес фільтрування, висушування

твердих органічних речовин. Вміти визначити температуру плавлення та оцінити чистоту отриманного продукту.

Тривалість виконання: 3 години.



Реакція. Синтез похідного хінолінкарбонової-4 кислоти з ізатіну та метилкетону у лужному середовищі (Синтез хіноліну по Пфитцингеру). При цьому іде розкриття ізоїнової системи з утворенням аніону 0-аміноарілгліоксалевої кислоти, який конденсується з метилкетоном в умовах лужного каталізу, даючи хінолін.

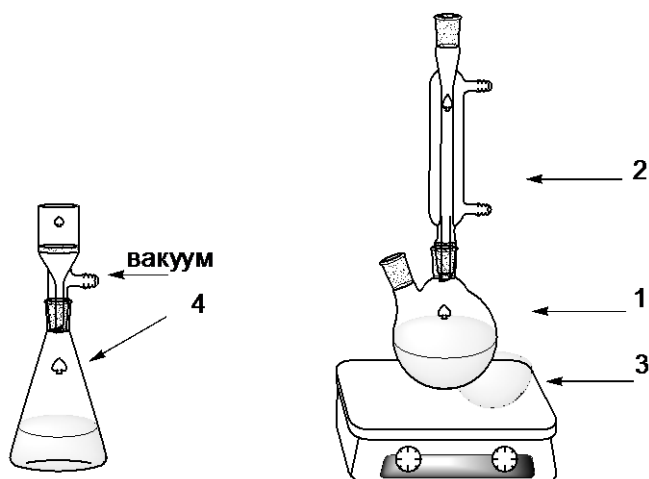
Реактиви	Кількість
5-метилізатін	10,0 г (68,0 ммоль)
ацетон	100 мл
КОН	60 г 33% -ного розчину
Вода для перекристалізації	100 мл
концентрована соляна кислота	60 мл
діетиловий етер	2*100 мл

Для даного досліду			
	мл	г	моль
5-метилизатин			
ацетон			
КОН			

Вода	для			
перекристалізації				
концентрована	соляна			
кислота				
діетиловий етер				

Прилад:

1. двогорла колба ємністю 1 л,
2. зворотній холодильник,
3. нагрівальний прилад,
4. крапельна лійка,
5. прилад для фільтрування.



Хід роботи

Суміш 10,0 г 5-метилізатину, 100 мл ацетону та 60 г 33%-вого гідроксиду калію кип'ять з зворотнім холодильником протягом 2 годин. Після охолодження суміш виливають на 200 г льоду і залишок, що не розчинився в лузі, екстрагують, стряхуючи з етером (2*100 мл). Водний шар підкислюють концентрованою соляною кислотою до рН 6-7. Осад хінолінкарбонової кислоти відфільтровують, промивають крижаною

водою та перекрystalізують з води, отримуючи 10,6 г продукту у вигляді жовто-коричневих листочків з Т. Пл. 265°C (розклад.).

Спектральні дані

ИЧ (KBr): 3200-2600 (OH), 1725 (C=O), 1645, 1600 cm^{-1} .

$$^1\text{H ЯМР}(\text{CDCl}_3 + \text{CF}_3\text{COOH}): \delta \text{ 8,8-7,8 (м; 4 H, хінолін. H), 3,07, 2,62 (с; 3 H, CH}_3\text{)}.$$

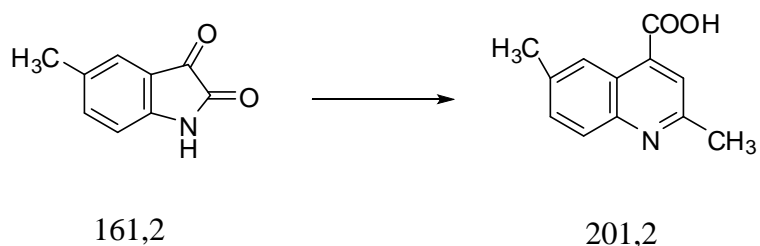
Спостереження:

Маса приймача – Г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – Г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного досліджу
Теоретичний вихід	Теоретичний вихід
161,2 г/моль – 201,2 г/моль	161,2 г/моль – 201,2 г/моль
10,0 г – X	– X
X = 12,48 г	X =
Практичний вихід – 10,6 г	Практичний вихід – г

Відсоток виходу від теоретичного у розрахунку на вихідний 5-метилізатін $X = (10,6/23,75) * 100 = 78 \%$	Відсоток виходу від теоретичного $X =$
---	---

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні соляної кислоти на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 5 %-им розчином соди або розчином аміаку.
3. При потраплянні розчину КОН на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 1 %-им розчином оцтової кислоти.
4. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.
5. Діетиловий етер – легкозаймиста речовина. Вибухонебезпечні суміші з повітрям містять 1,2-50% етеру. Застосування відкритого полум'я **категорично забороняється.**

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.
2. Назвіть фактори зміщення рівноваги реакції взагалі та для нашого синтезу зокрема.

3. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
4. Яким способом очищують отриману сполуку?
5. Як визначають температуру плавлення?

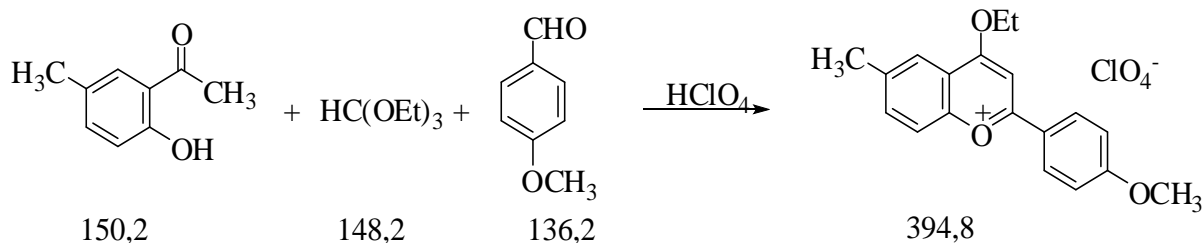
Лабораторна робота № 4

4-Етоксиг-4'-метоксиг-6-метилфлавілія перхлорат

Мета роботи. Добування 4-етоксиг-4'-метоксиг-6-метилфлавілія перхлорату.

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами, навчитися проводити процес фільтрування, висушування органічних речовин, перекристалізацію. Вміти визначити температуру топлення та оцінити чистоту отриманного продукту.

Тривалість виконання: 9 годин.

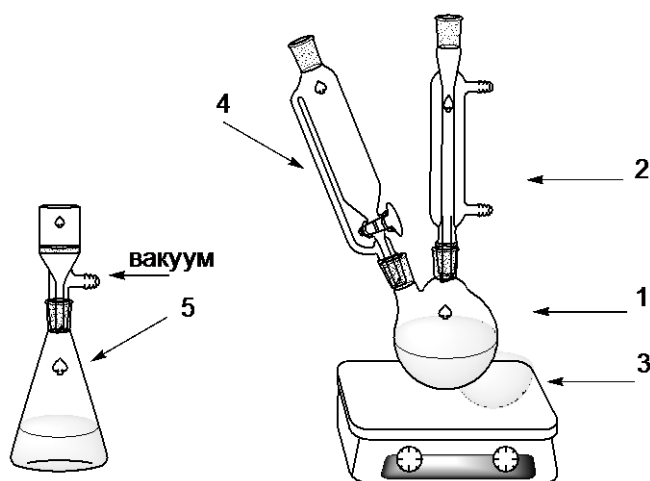


Реакція. Простий синтез катіонів бензопірилія з о-ацетилфенолів, ортомурашиного етеру та альдегідів (4-метоксигбензальдегід) під дією сильних кислот. Солі полігідроксифлавілія (антоціанідіни) у вигляді глікозидів являються компонентами фарбуючих сполук квітів (колір від червоного до синього).

Реактиви	Кількість
----------	-----------

2-ацетил-4-метил-фенол	1,50 г (10 ммоль)
4-метоксибензальдегіду	4,10 г (30,0 ммоль)
триетиловий етер ортомурашиної кислоти	14,8 г (100 ммоль)
70%-вого розчину хлорної кислоти	1,45 г (10,0 ммоль)
діетиловий етер	100 мл
оцтова кислота	80 мл

Для даного досліду			
	мл	г	моль
2-ацетил-4-метил-фенол			
4-метоксибензальдегід			
триетиловий етер ортомурашиної кислоти			
70%-вого розчину хлорної кислоти			
діетиловий етер			
оцтова кислота			



Прилад:

1. двогорла колба ємністю 0,5 л,
2. зворотній холодильник,
3. магнітна мішалка,
4. крапельна лійка,
5. прилад для фільтрування.

Хід роботи

До суміші, виготовленої з 1,50 г (10 ммоль) 2-ацетил-4-метилфенолу, 4,10 г (30,0 ммоль) 4-метоксибензальдегіду та 14,8 г (100 ммоль) тріетилового етеру ортомурашиної кислоти, при кімнатній температурі та енергійному перемішуванні повільно прикапують 1,45 г (10,0 ммоль) 70%-вого розчину хлорної кислоти. При цьому розчин спочатку забарвлюється у темно-червоний колір, який потім переходить у помаранчевий, а температура підіймається до $\sim 50^{\circ}\text{C}$. Через 2 хвилини після початку додавання кислоти починається осадження кристалів солі флавілія.

Реакційну суміш залишають на 5 години при кімнатній температурі, осад відфільтровують і декілька разів промивають етером. Отриманий продукт перекристалізують з 10 мл оцтової кислоти (з повторним промиванням етером), отримуючи 2,60 г (66%) чистого продукту в вигляді світло-жовтих голок з т. пл. $209-211^{\circ}\text{C}$.

Спектральні дані

ІЧ (KBr): 1525, 1240, 1075 cm^{-1} .

^1H ЯМР(CF_3COOH): δ 8,57, 0 (м; 8 H, аром. H + H³), 4,87 (кв. J 7 Гц; 2 H OCH₂), 3,99 (с; 3 H. OCH₃), 2,62 (с; 3 H, CH₃), 1,77 (т, J 7 Гц; 3 H, CH₃).

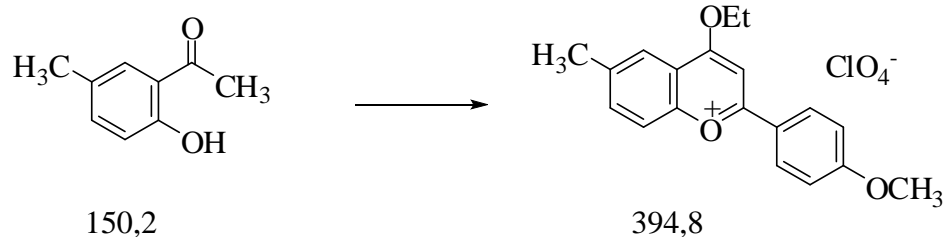
Спостереження:

Маса приймача – г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного досліду
Теоретичний вихід	Теоретичний вихід
150,2 г/моль – 394,8 г/моль	150,2 г/моль – 394,8 г/моль
1,5 г – X	– X
X = 3,9 г	X =
Практичний вихід – 2,6 г	Практичний вихід – г
Відсоток виходу від теоретичного	Відсоток виходу від теоретичного
X = (2,6/3,9) * 100 = 66 %	X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні кислоти на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 5 %-им розчином соди або розчином аміаку.
3. При потраплянні розчину КОН на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 1 %-им розчином оцтової кислоти.
4. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.

5. Діетиловий етер – легкозаймиста речовина. Вибухонебезпечні суміші з повітрям містять 1,2-50% етеру. Застосування відкритого полум'я **категорично забороняється**.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.
2. Назвіть фактори зміщення рівноваги реакції взагалі та для нашого синтезу.
3. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?
4. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
5. Яким способом очищують отриману сполуку?
6. Як визначають температуру плавлення?
7. Наведіть правила роботи з діетиловим етером.

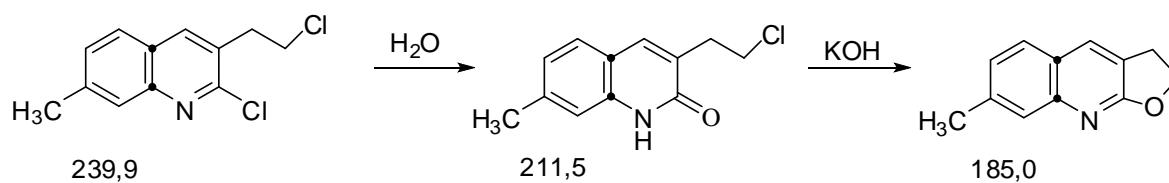
Лабораторна робота № 5

7- Метилдигідрофуоро[2,3-б]хінолін

Мета роботи. Добування 7- Метилдигідрофуоро[2,3-б]хінолін.

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з рідкими речовинами, навчитися проводити вакуумну перегонку, висушування органічних речовин. Вміти визначити температуру топлення та оцінити чистоту отриманого продукту.

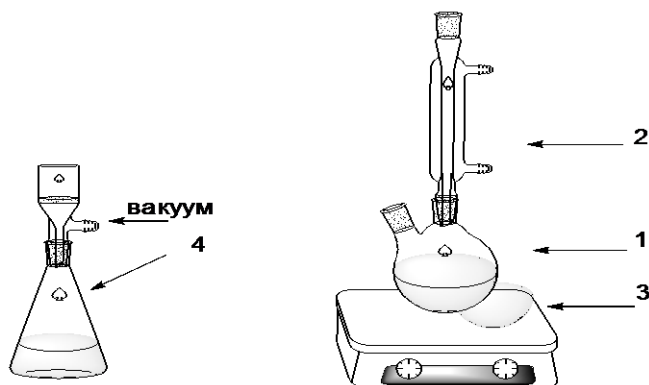
Тривалість виконання: 9 годин.



Реакція. Гідроліз 2-галогенхіноліну до 2-хінолону; О-алкілювання 2-хінолінової систем із утворенням 2-(О-алкіл)хіноліну.

Реактиви	Кількість
2-хлорхінолін	4,80 г (20 ммоль)
Оцтова кислота	30 мл
Вода	1 мл + 2-3 мл
Етанол для перекристалізації	Приблизно 60 мл

Для даного досліду			
	мл	г	моль
2-хлорхінолін			
Оцтова кислота			
Вода			
Етанол для перекристалізації			



Прилад:

1. двогорла колба ємністю 0,5 л,
2. зворотній холодильник,
3. магнітна мішалка,
4. прилад для фільтрування.

Хід роботи

1. Суміш 4,80 г (20,0 ммоль) 2-хлорхіноліну в 30 мл оцтової кислоти та 1 мл води кип'ятять зі зворотнім холодильником протягом 3 годин.

Після охолодження та додавання 2-3 мл води продукт реакції випадає в осад. Його відфільтровують, промивають водою та висушують у вакуумі при 100°C, потім перекристалізують з етанолу, що дає 4,20 г (95%) 7-метил-3-(β-хлоретил)-2-хінолону у вигляді безкольорових голочок з Т топл. 211-212°C.

Спектральні дані

ІЧ (КВГ): 2820 (шир.; NH), 1665 (C=O), 1575 cm^{-1} .

^1H ЯМР(ДМСО- d_6): δ 11,6 (с; шир.; 1 H, NH), 7,7-6,7 (м; 4 H. хіноліл. H), 3,80, 2,87 (т.; J 6,5 Гц; 2 H, CH_2), 2,33 (с.; 3 H, CH_3).

2. Суміш 2,22 г 7-метил-3-(β-хлоретил)-2-хінолону, отриманого у попередньому пункті, та 3,0 г гідроксиду калію в 42,5 мл MeOH зі зворотнім холодильником протягом 2 годин.

До отриманої суміші додають 3 мл води и потім охолоджують до 0°C, що призводить до кристалізації продукту в вигляді тонких листочків. Його відфільтровують, промивають невеликими порціями води, сушать у вакуумі та перекристалізують із н-гексану. Отримано 1,65 г продукту з Т топл. 138-139°C.

Спектральні дані

ІЧ (КВГ): 2920, 1645, 1000 cm^{-1} .

^1H ЯМР(CDCl_3): δ 7,8-7,0 (м; 4 Н. хіноліл. Н), 4,62, 3,27 (т.; J 8 Гц; 2 Н, CH_2), 2,43 (с.; 3 Н, CH_3).

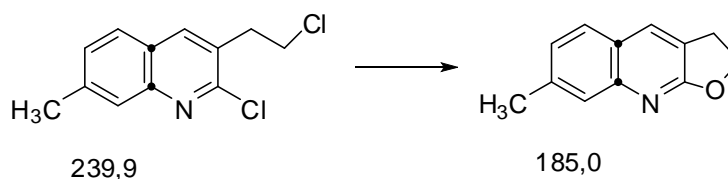
Спостереження:

Маса приймача – г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного досліду
Теоретичний вихід 239,9 г/моль – 185,0 г/моль 4,8 г – X X = 1,65 г Практичний вихід – 3,7 г Відсоток виходу від теоретичного у розрахунку на 2-хлорхінолін X = $(1,65/3,7) * 100 = 44,6 \%$	Теоретичний вихід 239,9 г/моль – 185,0 г/моль – X X = Практичний вихід – г Відсоток виходу від теоретичного X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні розчину NaOMe на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 1 %-им розчином оцтової кислоти.
3. Перш ніж відбирати пробу реакційної суміші потрібно припинити нагрівати прилад. Відбираючи пробу, не нахиляйтесь над колбою.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.
2. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?

3. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
4. Яким способом очищують отриману сполуку?
5. Як визначають температуру плавлення?
6. Як застосовується отримана сполука?

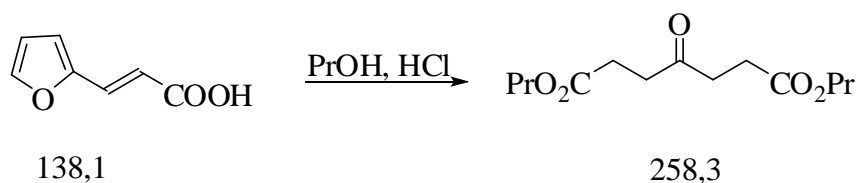
Лабораторна робота № 6

Дипропіловий естер 4-оксогептандикарбонової кислоти

Мета роботи. Добування дипропілового естеру 4-оксогептандикарбонової кислоти

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з рідкими речовинами, навчитися працювати з газоподібним HCl та проводити вакуумну перегонку, висушування органічних речовин. Вміти визначити температуру кипіння та оцінити чистоту отриманого продукту.

Тривалість виконання: 8 годин.

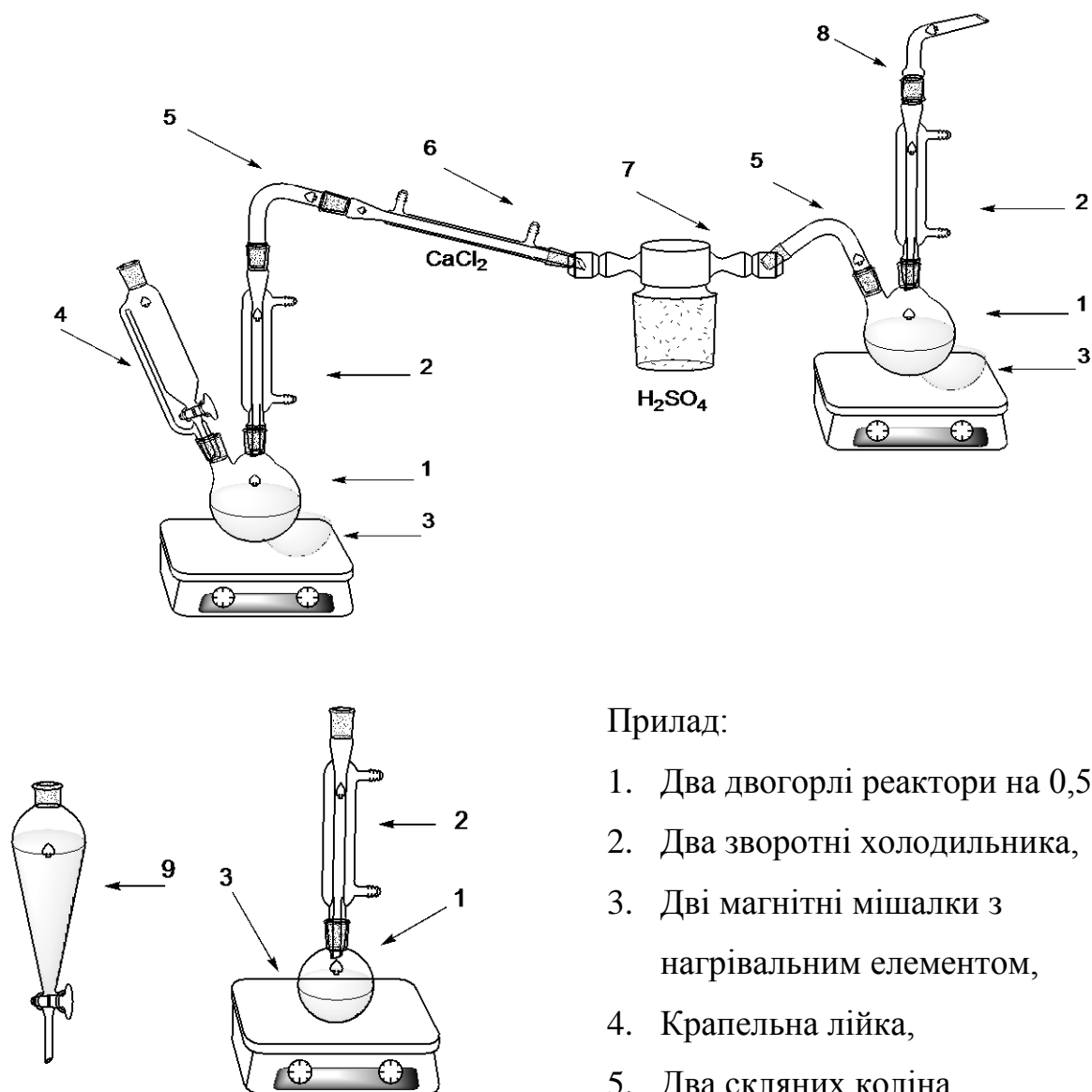


Реакція. Розкриття фуранового циклу під дією кислоти (розкриття по Марквальду з одночасною естерифікацією карбоксильних груп).

Реактиви	Кількість
2-фурилакрилова кислота	23,6 г (0,17 моль)
<i>n</i> -пропанол	95 мл
вода	5 мл

NaCl	300 г
H ₂ SO ₄	100 мл
Na ₂ CO ₃	15 г
вода	100 мл
бензол	150 мл

Для даного дослідю			
	мл	г	моль
2-фурилакрилова кислота			
<i>n</i> -пропанол			
вода			
NaCl			
H ₂ SO ₄			
Na ₂ CO ₃			
вода			
бензол			



Прилад:

1. Два двогорлі реактори на 0,5 л,
2. Два зворотні холодильника,
3. Дві магнітні мішалки з нагрівальним елементом,
4. Крапельна лійка,
5. Два скляних коліна,
6. Трубка з хлоридом кальцію,
7. Ловушка з сірчаною кислотою,
8. Хлоркальцієва трубка,
9. Ділільна лійка,
10. Одногорла колба на 0,5 л.

Хід роботи

Розчин 23,6 г (0,17 моль) 2-фурилакрилової кислоти в 95 мл *n*-пропанола та 5 мл води нагрівають до кипіння, пропускаючи повільний потік HCl (обережно!). Приблизно через 30 хвилин розчин стає

насиченим (лічильник бульбашок!). Його нагрівають ще 1 годину при повільному пропусканні HCl і потім перемішують 2 години при кімнатній температурі.

Після відгонки розчинника у вакуумі залишок змішують із розчином 15 г Na₂CO₃ у 100 мл води та суміш енергично перемішують (при цьому має спостерігатися лише слабе виділення CO₂). Реакційну суміш екстрагують бензолом (2 x 100 мл) (*обережно!*). Об'єднанні бензольні фази промивають водою (2 x 200 мл) та висушують над Na₂SO₄. Розчинник відганяють у вакуумі та отримують коричневу олію, яку перегоняють у вакуумі, отримуючи 35,9 г (82%) жовтуватої олії з т. кип. 112-114°C/0,01 мм рт. ст. і n_D^{20} 1,4438.

Спектральні дані

ІЧ (плівка): 2980, 1730 (C=O), 1185 см⁻¹ (шир. C-O- C).

¹H ЯМР(CDC1₃): δ 3,92 (т, J 7 Гц; 4 Н, OCH₂), 2,6 (м; 8 Н, CO—CH₂), 1,65 (секстет, J 1 Гц; 4 Н, CH₂), 0,90 (т, J 1 Гц; 6 Н, CH₃).

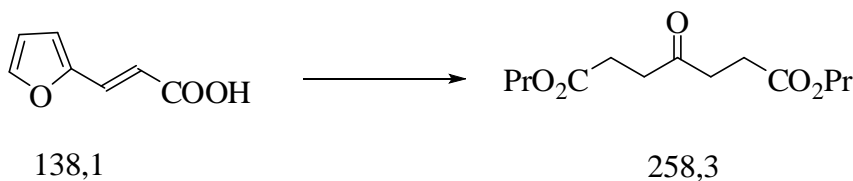
Спостереження:

Маса приймача — г

Маса приймача з продуктом — г

Маса продукту — г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного дослідю
Теоретичний вихід 138,1 г/моль – 258,3 г/моль 23,6 г – X X = 44,14 г Практичний вихід – 35,9 г Відсоток виходу від теоретичного X = $(35,9/44,14) * 100 = 82 \%$	Теоретичний вихід 138,1 г/моль – 258,3 г/моль – X X = Практичний вихід – г Відсоток виходу від теоретичного X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні соляної кислоти на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 5 %-им розчином соди або розчином аміаку.
3. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.
4. У ловушці з сірчаною кислотою рідина не має засмоктуватися у трубку.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.
2. Як отримують соляну кислоту ?

3. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
4. Для чого у зібраному приладі потрібні ловушка з сірчаною кислотою та трубка з хлористим кальцієм?
5. Яким способом очищують отриману сполуку?
6. Як визначають температуру плавлення?
7. Які характерні сигнали можна побачити на спектрі ПМР продукту?

Лабораторна робота № 7

Метилловий естер індоліл-4-карбонової кислоти

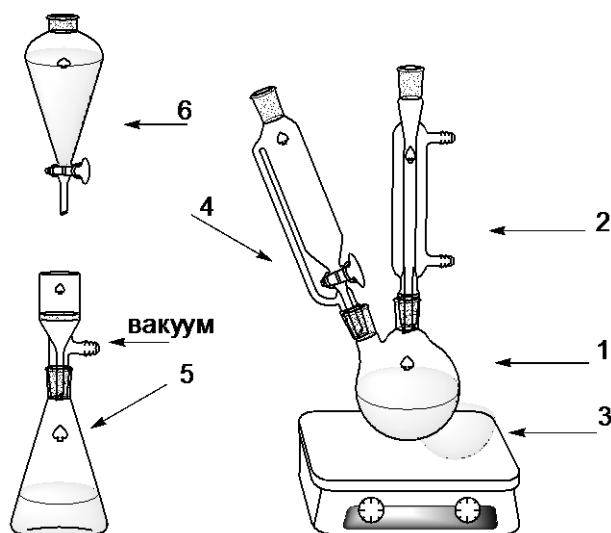
Мета роботи. Добування метилового естеру індоліл-4-карбонової кислоти

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими та рідкими речовинами, навчитися проводити процес фільтрування та екстракцію, висушування органічних речовин. Вміти визначити температуру кипіння та оцінити чистоту отриманного продукту.

Тривалість виконання: 5 годин.

Реакція. Синтез індолу, заміщеного по четвертинному положенню. Відновлення ароматичної нітрогрупи до аміногрупи з наступним внутрішньомолекулярним приєднанням до енаміну (утворення аміналю) та елімінуванням диметиламіну з утворенням індолу. Індоли, заміщені по четвертинному положенню - важливі інтермедіати у синтезі алкалоїдів спорин'ї. Наведений метод найбільше підходить для синтезу сполук цього класу.





Прилад:

1. двогорла колба ємністю 0,5 л,
2. зворотній холодильник,
3. магнітна мішалка,
4. крапельна лійка,
5. прилад для фільтрування,
6. ділільна лійка.

Хід роботи

Суспензію 12,5 г (50,0 ммоль) метилового ефіру 2-(2-диметиламіноетил)-3-нітробензойної кислоти в 200 мл розведеного розчину аміаку ($\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_3$ 20:1) додають до суспензії гідроксиду заліза(II) [виготовленого з 83,4 г (0,30 моль) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ та 40 мл концентрованого розчину аміаку в 300 мл води]. Суміш доводять до кипіння протягом 30 хвилин при енергійному перемішуванні; при цьому забарвлення розчину стає блакитним, потім червоним і, нарешті, чорним.

Після охолодження утворений гідроксид заліза (III) відфільтровують і декілька разів промивають водою та ефіром. Водну фазу екстрагують ефіром, об'єднанні ефірні фази висушують над Na_2SO_4 і фільтрують крізь шар (товщиною 4 см) крупнозернистого силікагелю (розмер частиц 0,2-0,5 мм). Після відгонки розчинника у вакуумі отримують 6,80 г (78%) хроматографічно чистого продукту в вигляді жовтої олії, яка кристалізується при розчиненні у невеликій кількості етеру з утворенням безбарвних кристалів з т. пл. 67-69°C.

Спектральні дані

ІЧ (KBr): 3500, 3400 (NH). 3050 (аром. CH), 1710 (C=O), 1440, 1330, 1290, 1200, 1150, 920 cm^{-1} .

^1H ЯМР(CDCl_3): 5 8,75 (м; 1 H, NH), 7,5 (м; 5 H, аром. H), 3,90 (с; 3 H, COOCH_3).

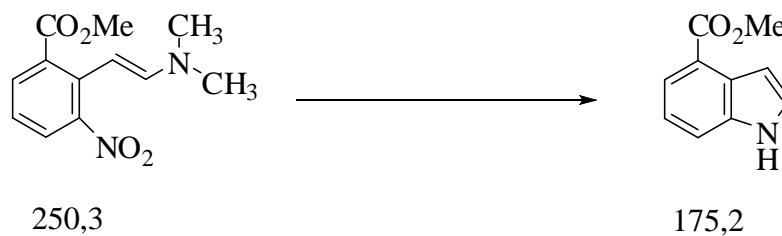
Спостереження:

Маса приймача – г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного дослідю
Теоретичний вихід	Теоретичний вихід
250,3 г/моль – 175,2 г/моль	250,3 г/моль – 175,2 г/моль
12,5 г – X	– X
X = 8,75 г	X =
Практичний вихід – 6,8 г	Практичний вихід – г
Відсоток виходу від теоретичного	Відсоток виходу від

$X = (6,8/8,75) * 100 = 78 \%$	теоретичного
	$X =$

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.
3. Перш ніж відбирати пробу реакційної суміші потрібно припинити нагрівати прилад. Відбираючи пробу, не нахиляйтесь над колбою.
4. Діетиловий етер – легкозаймиста речовина. Вибухонебезпечні суміші з повітрям містять 1,2-50% етеру. Застосування відкритого полум'я *категорично забороняється.*

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції.
2. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?
3. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
4. Яким способом очищують отриману сполуку?
5. Де застосовується отримана сполука?
6. Як визначають температуру плавлення?

Лабораторна робота № 8 а

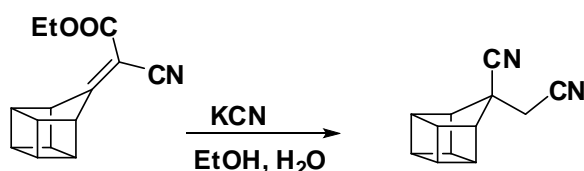
9-ціанопентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонан-9-ацетонітрил

Мета роботи. Добування 9-ціанопентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонан-9-ацетонітрил.

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами, навчитися проводити екстрагування, висушування органічних речовин. Вміти визначити температуру топлення та оцінити чистоту отриманого продукту.

Тривалість виконання: 8 годин.

Обробка етилціано(пентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нон-9-іліден)-ацетату ціанідом калію у киплячому EtOH у присутності 4-5 еквівалентів води дає безпосередньо 9-ціанопентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонан-9-ацетонітрил.

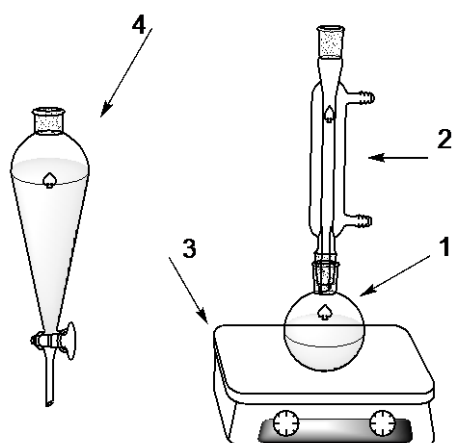


Реакція проходить практично кількісно, втрати продукту з`являються лише на стадії обробки реакційної суміші.

Реактиви	Кількість	Основна апаратура	Об'єм
Етилціано(пентацикло-[4.3.0.0 ^{2,5} .0 ^{3,8} .0 ^{4,7}]нон-9-іліден)-ацетат	3,3 г, 14,5 ммоль	Холодильник повітряний Колба круглодонна	100 мл

		одногорла Якір магнітний середній Ділільна лійка	на 250 мл
Ціанід калію	0,95 г, 14,6 ммоль		
Етиловий спирт	55 мл		
Вода	2,2 мл		
Хлороформ	150 мл		
1N КОН	30 мл		

Для даного досліджу			
	мл	г	моль
Етилціано(пентацикло- [4.3.0.0 ^{2,5} .0 ^{3,8} .0 ^{4,7}]нон-9- іліден)-ацетат			
Ціанід калію			
Етиловий спирт			
Вода			
хлороформ			
1N КОН			



Прилад:

1. Одногорла колба на 250 мл,
2. Зворотній холодильник,
3. Мішалка з нагрівальним елементом,
4. Ділільна лійка.

Хід роботи

У одnogорлий реактор місткістю 250 мл, оснащений повітряним зворотнім холодильником, вміщують 3,3 г (14,5 ммоль) етилціано(пентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нон-9-іліден)ацетат, 0,95 г (14,6 ммоль) ціаніду калію у 55 мл етанолу¹ та 2,2 мл води. Реакційну суміш кип'ятять протягом 4 годин при безперервному перемішуванні, потім охолоджують до кімнатної температури. Після цього реакційну суміш переносять у ділільну лійку, додають 30 мл води та промивають 3 рази по 50 мл хлороформом, об'єднанні органічні шари промивають 1 раз 1N КОН і водою до нейтральної реакції, сушать над безводним сульфатом натрія, осушник відфільтровують, розчинник випаровують на вакуумному роторному випарнику до постійної маси. Отримують 2,46 г (93%) жовтуватої кристалічної речовини, яка кристалізується з часом. Т. пл. 155-160°C.

Спектральні дані

Спектр ЯМР ¹H (CDCl₃): δ = 3,63 м (2H, CH₂), 3,52 ш.с (4H, CH), 3,28 ш.с (2H, CH), 2,4 с (2H, CH).

Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м.д.: 17,31, 39,54, 42,47, 43,27, 51,34, 54,87, 115,95, 118,45.

Масс-спектр, *m/z*, (*I*_{відн.}, %): 182 (60) [*M*]⁺, 166 (5), 154 (87) [*M* – CH₂N], 140 (50), 128 (25), 115 (100) [*M* – C₃H₃N₂], 102 (6), 89 (10), 78 (10), 63 (10), 52 (13).

Спостереження:

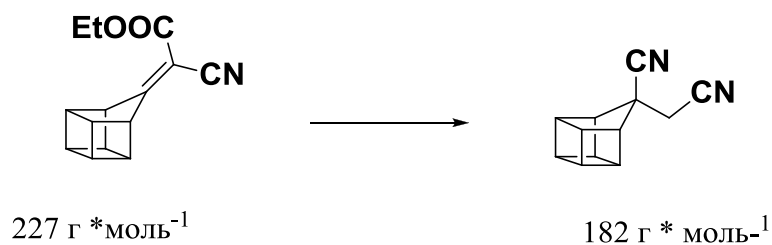
Маса приймача –

г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного дослідю
Теоретичний вихід	Теоретичний вихід
227 г/моль – 182 г/моль	227 г/моль – 182 г/моль
3,3 г – X	– X
X = 2,65 г	X =
Практичний вихід – 2,46 г	Практичний вихід – г
Відсоток виходу від теоретичного	Відсоток виходу від
X = (2,46/2,65) * 100 = 93 %	теоретичного
	X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. Ціанід калію – **отрута**.

3. При потраплянні розчину КОН на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 1 %-им розчином оцтової кислоти.
4. При екстрагуванні ділільна лійка повинна бути заповнена менше, ніж на 2/3 об'єму. При струшуванні потрібно відкривати лійку, щоб вирівняти тиск.
5. Перш ніж відбирати пробу реакційної суміші потрібно припинити нагрівати прилад. Відбираючи пробу, не нахилитись над колбою.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції Міхаеля для кетонів .
2. Назвіть фактори зміщення рівноваги реакції взагалі та для нашого синтезу.
3. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?
4. Що є вирішальним у виборі холодильника (водяний чи повітряний) для реакції?
5. Яким способом очищують отриману сполуку?
6. Як визначають температуру плавлення?

Лабораторна робота № 8 б

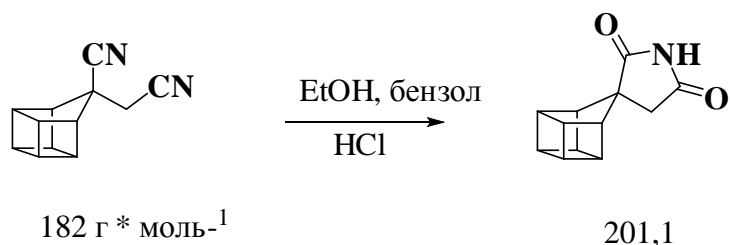
Пентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонанспіро-3-пірролідін-2,5-діон

Мета роботи. Добування пентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонанспіро-3-пірролідін-2,5-діон.

Основні завдання роботи. При виконанні роботи потрібно синтезувати речовину, оволодіти прийомами роботи з твердими речовинами, навчитися проводити екстрагування, висушування органічних

речовин. Вміти визначити температуру плавлення та оцінити чистоту отриманного продукту.

Тривалість виконання: 10 годин.

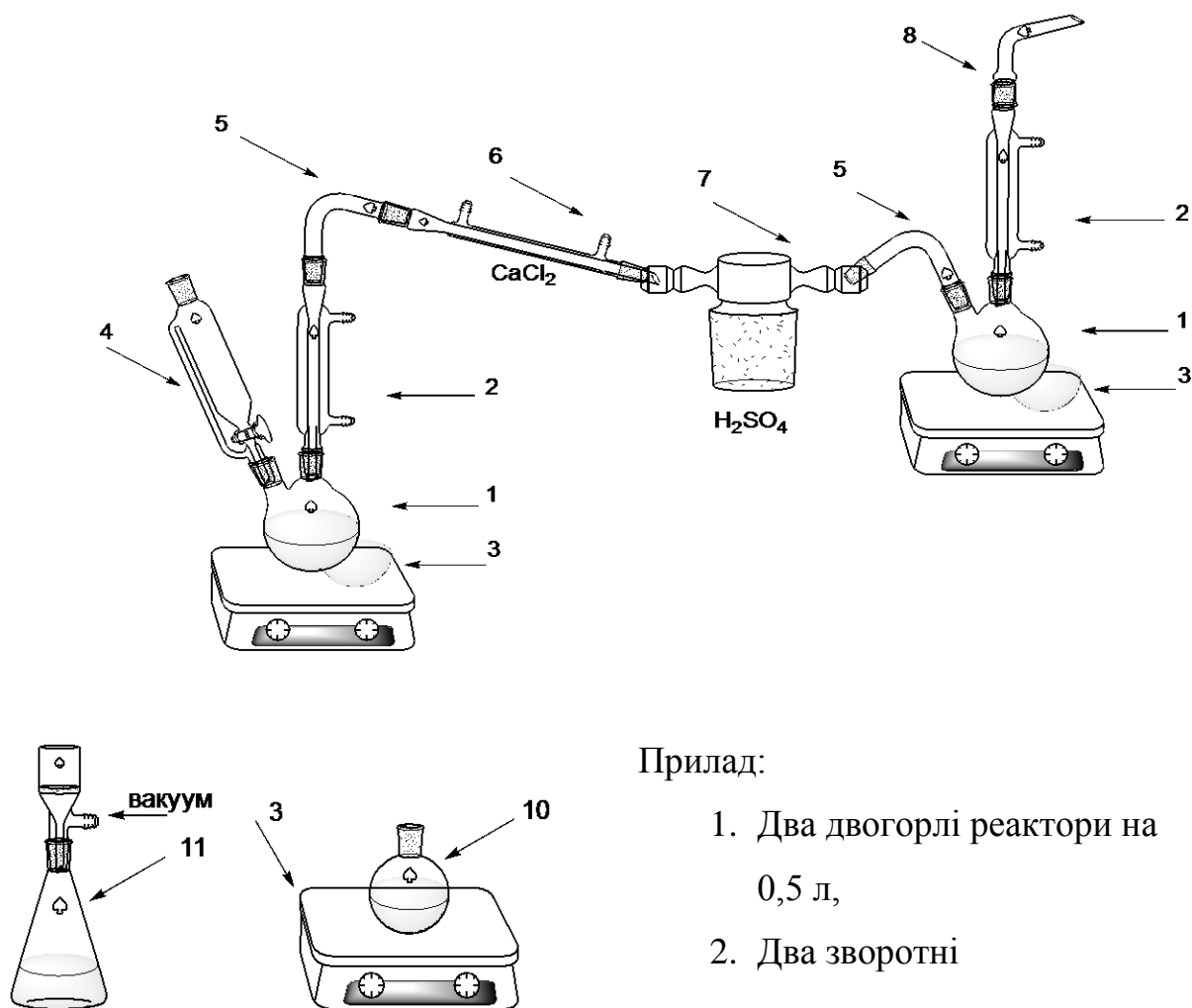


Пентацикло[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонано-3-пірролідин-2,5-діон отримують з біснітрилу реакцією Піннера з абсолютним етиловим спиртом у присутності газоподібного хлористого водню. За ходом реакції легко спостерігати з допомогою спектроскопії ЯМР ¹H.

Реактиви	Кількість	Основна апаратура	Місткість
(9-Ціанопентацикло-[4.3.0.0 ^{2,5} .0 ^{3,8} .0 ^{4,7}]нонан)-ацетонітрил	1 г (5,5 ммоль)	Холодильник повітряний Колба круглодонна одностороння Якір магнітний середній Ділільна лійка	100 мл на 250 мл
абсолютний етанол	25 мл		
сухий бензол	25 мл		
NaCl	2,2 мл		
H ₂ SO ₄	150 мл		
діетиловий етер	50 мл		
холодна дистильована вода	30 мл		
1N HCl	приблизно 5 мл		

Для даного дослідження			
	мл	г	моль
(9-Ціанопентацикло-[4.3.0.0 ^{2,5} .0 ^{3,8} .0 ^{4,7}]нонан)-ацетонітрил			
абсолютний етанол			
сухий бензол			

NaCl			
H ₂ SO ₄			
діетиловий етер			
холодна дистильована вода			
1N HCl			



Прилад:

1. Два двогорлі реактори на 0,5 л,
2. Два зворотні холодильники,
3. Дві магнітні мішалки з нагрівальним елементом,
4. Крапельна лійка,
5. Два скляних коліна,
6. Трубка з хлоридом кальцію,
7. Ловушка з сірчаною кислотою,
8. Хлоркальцієва трубка,

9. Ділільна лійка,

10.Одногорла колба на 0,5 л.

Хід роботи

У двогорлий реактор місткістю 250 мл, оснащений зворотнім холодильником і трубкою для підведення газу, яка доходить майже до дна реактора, вміщують 1 г (5,5 ммоль) (9-ціанопентацикло-[4.3.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]нонан)-ацетонітрилу (дінітрилу), 25 мл абсолютного етанолу та 25 мл сухого бензолу. Отриманий розчин охолоджують на крижаній бані при перемішуванні до 0-5°C і пропускають повільний потік сухого хлористого водню протягом 4 годин. Після цього реактор міцно закривають і залишають при кімнатній температурі на протязі 5 годин. Після цього з реакційної суміші при температурі 40-45°C відгоняють у вакуумі етанол, HCl і бензол. Залишок переносять на фільтр і промивають його діетиловим етером, після чого утворюється твердий осад жовтуватого кольору. Ці кристали розчиняють у 30 мл холодної дистильованої води і доводять рН середовища до 1,5, додаючи по краплям 1N HCl. Реакційну суміш при безперервному перемішуванні при кімнатній температурі витримують дві доби. Утворений осад відфільтровують і промивають дистильованою водою. Блідо-коричневі кристали сушать на повітрі. Отримують 0,66 г (87%).

Спектральні дані

Спектр ЯМР ¹H (CDCl₃): 8,42 ш.с (1H, COOH), 3,55-3,23 м (8H, 8CH), 2,45 с (2H, CH₂). Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃), δ, м.д.: 33,37 (C¹⁰), 39,89 (C), 43,92 (C), 45,09 (C), 52,64 (C), 66,32 (C), 176,13 (C), 180,39 (C).

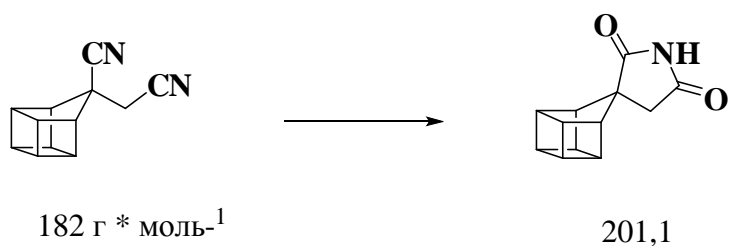
Спостереження:

Маса приймача – г

Маса приймача з продуктом – г

Маса продукту – г

Розрахунок виходу:



За методикою	Для даного дослід
Теоретичний вихід	Теоретичний вихід
182 г/моль – 182 г/моль	227 г/моль – 182 г/моль
3,3 г – X	– X
X = 2,65 г	X =
Практичний вихід – 2,46 г	Практичний вихід – г
Відсоток виходу від теоретичного	Відсоток виходу від теоретичного
X = $(2,46/2,65) \cdot 100 = 93 \%$	X =

Висновок:

Техніка безпеки

1. Досліди проводять у витяжній шафі.
2. При потраплянні соляної кислоти на шкіру промити уражене місце водою та нейтралізувати 5 %-им розчином соди або розчином аміаку.
3. Перш ніж відбирати пробу реакційної суміші потрібно припинити перемішування реакційної маси. Відбираючи пробу, не нахилитись над колбою.

Контрольні запитання та завдання

1. Наведіть механізм реакції Піннера.
2. Назвіть фактори зміщення рівноваги реакції взагалі та для нашого синтезу.
3. Чому треба використовувати сухі розчинники?
4. Які речовини використовують як осушники органічних речовин? Як вони діють?
5. Для чого у приладі присутні ловушка з сірчаною кислотою та хлоркальцієва трубка?
6. Як абсолютують етанол та сушать бензол?
7. Яким способом очищують отриману сполуку?
8. Як визначають температуру плавлення?

Список рекомендованой литературы

1. Р. Маки, Д. Смит. Путеводитель по органическому синтезу. М. «Мир», 1985.
2. В. Смит, А. Бочков, Р. Кейпл. Органический синтез. Наука и искусство. М. «Мир», 2001.
3. E.J. Corey, X.-M. Cheng. The Logic of Chemical Synthesis. John Wiley&Sons, New York, 1989.
4. П. Ласло. Логика органического синтеза. Т.т 1-2. М. «Мир»б 1998.
5. Т. Джилкрист. Химия гетероциклических соединений. М. «Мир», 1996.
6. R. Larock. Comprehensive Organic Transformations. A Guide to Functional Group Preparation. VCH, 1989.
7. Н. Hopf. Classics in Hydrocarbon Chemistry. Willey-VCH. 2000.
8. Дж. Коллмен, Л. Хигедас, Дж. Нортон, Р. Финке. Металлорганическая химия переходных металлов. Т.т.1-2, М. «Мир», 1989.
9. Joule J.A. Heterocyclic Chemistry/ J.A. Joule, K. Mills.- A John Wiley & Sons Ltd., 2010.- 608 p.
10. Quin L.D. Fundamentals of Heterocyclic Chemistry: Importance in Nature and in the Synthesis of Pharmaceuticals/ L.D. Quin, J.A. Tyrell .- A John Wiley & Sons Ltd., 2010.-704 p.
11. Katritzky A.R. Handbook of Heterocyclic Chemistry/ A.R. Katritzky, J. M. Lagowski .- Elsevier, 2010.- 765 p.
12. Дж. Джоуль, К. Миллс, Химия гетероциклических соединений. М. «Мир», 2004.-834 с.
13. Джилкрист Т. Химия гетероциклических соединений/ Т.Джилкрист: М. «Мир».-1996.-758 с.

14. Титце Л. Препаративная органическая химия/ Л. Титце , Т. Айхер : М. «Мир».- 2004. -704 с.
- 15.Nakamura I. Transition-Metal-Catalyzed Reactions in Heterocyclic Synthesis/ I.Nakamura, Y.Yamamoto// Chem. Rev. -2004.- Vol. 104.- P. 2127-2198.
- 16.Cacchi S. Synthesis and Functionalization of Indoles Through Palladium-Catalyzed Reactions/ S. Cacchi, G. Fabrizi// Chem. Rev.-2011.- Vol. 111.- P. 215–283.
- 17.Bull J. A. Synthesis of Pyridine and Dihydropyridine Derivatives by Regio- and Stereoselective Addition to N-Activated Pyridines/ J. A Bull , J. J. Mousseau, G. Pelletier, A. B. Charette // Chem. Rev.- 2012.- Vol. 112.-P. 2642–2713.
- 18.Sridharan V. Advances in the Chemistry of Tetrahydroquinolines/ V. Sridharan, P. A. Suryavanshi, J. C. Menendez // Chem. Rev.- 2011.- Vol. 111.- P. 7157–7259.