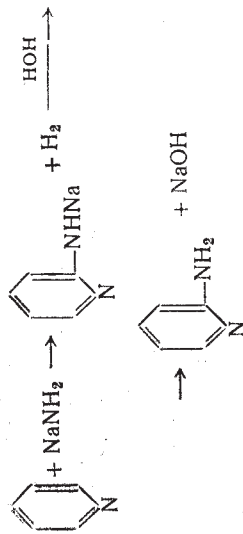


Фениламиноуксусная кислота возгоняется, не плавясь, при 255—256°.

Выход около 5,5 г.

2-аминопиридин \*



пиридина . . . . .	15,8 г
амида натрия . . . . .	16 г
кислота . . . . .	50 мл
10%-ного раствора соды . . . . .	50 мл

В круглодонную колбу (на 250 мл), снабженную двурогим форштосом с обратным холодильником и капельной воронкой, помещают 15,8 г пиридина, высушенного сплавленным едким кали и перегнанным с кусочком металлического натрия, 50 мл сухого ксилола, перегнанного над металлическим натрием и 16 г расстертого под ксилолом амида натрия (примечание). Верхний конец трубки обратного холодильника закрывают пробкой с изогнутой под острым углом и опущенной вниз стеклянной трубкой, к которой присоединяют склянку Тищенко с небольшим количеством ксилола или серной кислоты (счетчик пузырьков).

Реакционную смесь нагревают 7—8 часов на масляной бане при 125—145°, регулируя нагревание таким образом, чтобы при возможно низкой температуре имело место равномерное и непрерывное выделение пузырьков водорода. После прекращения выделения водорода реакцию смесь охлаждают и осторожно по каплям при охлаждении и размешивании прибавляют из капельной воронки 35 мл 10%-ного раствора соды до полного разложения натриевого производного 2-аминопиридина и не вошедшего в реакцию амида натрия, а затем еще некоторое количество соды до разделения жидкости на два прозрачных слоя. Водный слой насыщают твердым едким натром, переливают содержащее колбы в делительную воронку и после отстаивания отделяют ксиловый слой. Из водного раствора 2-аминопиридин несколько раз извлекают ксилолом. Соединенные ксиловые вытяжки вы-

\* А. Е. Ч и ч и б а б и н и О. А. З е й д е. ЖРФХО, 46, 1216 (1914).

сушивают сплавленным едким кали. После отгонки ксилола 2-аминопиридин перегоняют в вакууме из колбы с воздушным холодильником или из колбы с саблевидной отводной трубкой, отбрасывая погон в интервале 94—97° (13 мм) или 117—120° (36 мм). Полученный таким путем 2-аминопиридин перекристаллизовывают из лигроиона.

2-аминопиридин—бесцветные листочки: т. пл. 57°; т. кип. 96° (13 мм).

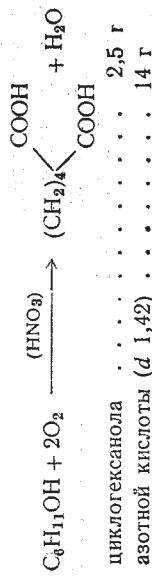
Выход 11—11,5 г.

Примечание. При работе с амидом натрия надо соблюдать осторожность! Амид натрия взвешивают в стаканчике под ксилолом, пересыт в ступку с ксилолом и осторожно растаивают под ксилолом, раздавливая кусочки пестиком.

Нельзя употреблять амид натрия, покрытый желто-бурым налетом из-за его особой взрывоопасности.

Х. ОКИСЛЕНИЕ

Адипиновая кислота



В круглодонную колбу на 25—50 мл, снабженную двурогим форштосом, обратным холодильником и капельной воронкой, наливают 14 г азотной кислоты (d 1,42). Азотную кислоту и азотную воду кипятят по каплям (примечание) и при постоянном кипении прибавляют по каплям 2,5 г циклогексанола со скоростью 8—10 капель в минуту. В начале реакция протекает очень бурно, поэтому циклогексанол следует прибавлять осторожно.

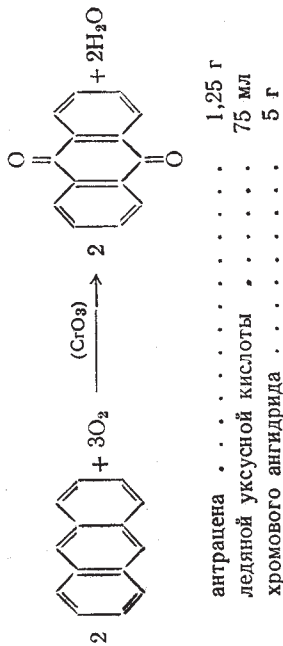
После прибавления всего циклогексанола реакционную смесь кипятят еще 10—15 минут, выливают в стакан, охлаждают льдом и отфильтровывают выпавшую адипиновую кислоту, хорошо отжимая ее. Адипиновую кислоту сушат на воздухе. Выход около 1 г.

Сурую адипиновую кислоту перекристаллизовывают из концентрированной азотной кислоты (d 1,42); т. пл. 153°.

Примечание. Азотная кислота должна быть нагрета до кипения, для того чтобы окисление началось с момента попадания первых капель циклогексанола в кислоту.

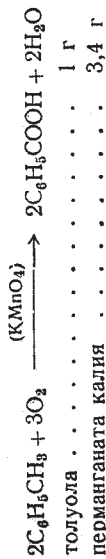
Если до начала капения было уже добавлено некоторое количество циклогексанола, то может последовать сильный взрыв!

### Антрахинон



В круглодонной колбе, снабженной двурогим форштосом с обратным холодильником и капельной воронкой, растворяют при кипячении 1,25 г тонко растертого антрацена в 55 мл ледяной уксусной кислоты и в течение часа при постоянном кипении прибавляют из капельной воронки раствор 5 г хромового ангидрида в 5 мл воды и 20 мл ледяной уксусной кислоты. После охлаждения реакционную смесь разбавляют 150 мл воды, через час отфильтровывают выпавший антрахинон, промывают его водой, разбавленным раствором соды, снова водой и сушат на воздухе. Полученный сырой антрахинон перекристаллизовывают из ледяной уксусной кислоты. Выход около 1 г. Чистый антрахинон — желтые иглы с т. пл. 273°.

### Бензойная кислота



В круглодонной колбе, снабженной двурогим форштосом с обратным холодильником, нагревают на кипящей водяной бане 1 г толуола и 75 мл воды. В течение часа в реакционную колбу при взбалтывании вносят порциями 3,4 г перманганата калия. Нагревание продолжают при частом взбалтывании еще 4 часа, до обесцветивания раствора (примечание).

После отгонки не вошедшего в реакцию толуола (из той же колбы, заменив обратный холодильник нисходящим) отфильтровывают выпавшую двуокись марганца (на воронке Бюхнера) и дважды промывают ее кипящей водой (по 10—15 мл). Фильтраты соединяют, выпаривают их на водяной бане до объема 10—15 мл, отфильтровывают от выпавшей двуокиси марганца и вновь промывают осадок двуокиси марганца на воронке очень небольшим количеством горячей воды.

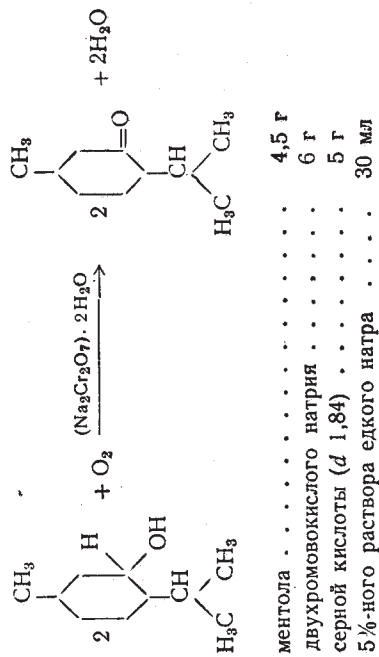
Промывные воды соединяют с упаренным раствором бензойного калия, выпаривают до объема 7—10 мл и осаждают бензойную кислоту разбавленной (1 : 1) соляной кислотой, прибавляя последнюю по каплям. Бензойную кислоту отфильтровывают и промывают на воронке очень малым количеством ледяной воды. После высушивания на воздухе бензойная кислота плавится при 120—121°.

Выход около 1 г.

Бензойная кислота летуча с водяным паром. Бензойную кислоту очищают возгонкой: т. пл. 121°.

Примечание: Если реакционная смесь остается окрашенной, обесцветивание достигается прибавлением нескольких капель этилового спирта.

### Ментон



В коническую колбу помещают 6 г растертого двухромовокислого натрия (или эквивалентное количество двухромовокислого калия) и приливают к нему раствор 5 г концентрированной серной кислоты (d 1,84) в 30 мл воды.

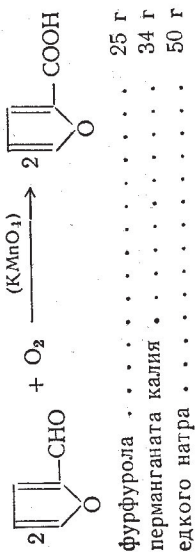
К этой смеси при помешивании термометром прибавляют в три или четыре порции 2,5 г ментола (примечание 1). Происходит разогревание, и температура реакционной массы повышается до 55° (примечание 2).

По окончании реакции температура падает. Масло, всплывшее по охлаждению, экстрагирует равным ему объемом эфира, отделяют эфирный слой и трижды промывают его 5%-ным раствором едкого натра (порциями по 10 мл); темно-коричневый раствор становится светло-желтым. Эфирный раствор высушивают безводным сульфатом натрия или магния. После отгонки эфира из микроколбочки для перегонки в вакууме перегоняют ментон при 18 мм/Hg в интервале 98—100°. Выход около 3 г.

**Примечание 1.** При прибавлении ментола образуется черная губчатая масса, которая затем размягчается и в конце опыта превращается в темно-коричневое масло.

**Примечание 2.** Температура может не повыситься до 55°. Тогда смесь слабо нагревают на водяной бане. Смесь надо нагреть и в том случае, если реакция начинается слишком медленно.

### Пирролиновая кислота



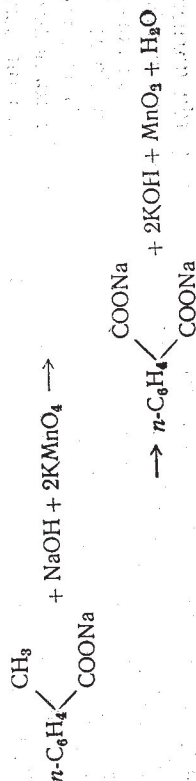
В двухлитровый стакан, снабженный механической мешалкой и термометром, вливают раствор 50 г едкого натра в 500 мл воды, прибавляют 25 г свежеперегнанного фурфуrola и начинают перемешивание. Затем постепенно из капельной воронки при сильном перемешивании приливают раствор 34 г перманганата калия в 600 мл воды. Температура в реакционной массе должна быть 10—15°, для чего время от времени прибавляют кусочки льда. Вводя весь раствор перманганата калия, перемешивание продолжают еще минут пять, а затем впускают водяной пар и нагревают им содержимое стакана почти до кипения. После этого отсасывают осадок двуокиси марганца, прибавляют к фильтрату соляной кислоты до нейтральной или слабощелочной реакции и выпаривают его в фарфоровой чашке, сначала довольно быстро (на сетке)—до 500 мл, а затем на водяной бане—до 250 мл.

Раствор охлаждают и прибавлением концентрированной соляной кислоты выделяют пирролиновую кислоту. Ее отсасывают, промывают 50 мл ледяной воды и высушивают. Из фильтрата экстракцией эфиром и последующим испарением его получают еще некоторое количество кислоты. Кислота может быть очищена перекристаллизацией из горячей воды.

Пирролиновая кислота плавится при 133—134°.

Выход 20 г.

### Террефталева кислота



*n*-толуиловой кислоты . . . . . 1 г  
 перманганата калия . . . . . 2,4 г  
 разбавленного раствора едкого натра . . . . . 10 мл

В круглодонной колбе (на 100 мл), снабженной двурогим воронкообразным с капельной воронкой и обратным холодильником, растворяют 1 г *n*-толуиловой кислоты в разбавленном растворе едкого натра и при кипячении постепенно прибавляют из капельной воронки раствор 2,4 г перманганата калия в 50 мл воды.

Если красный цвет раствора перманганата калия не исчезнет после продолжительного кипячения, то капельную воронку заменят газопроводной трубкой и пропускают в раствор сернистый ангидрид, который окисляется двуокисью марганца, образуя растворимый сульфат марганца. Сернистый газ пропускают до тех пор, пока не исчезнет вся двуокись марганца и в осадке останется террефталева кислота в виде белого мелкокристаллического порошка, имеющего вид песка (примечание). Кислоту отфильтровывают, промывают водой и высушивают. Она возгоняется, не плавясь, при 300°, не растворяется в воде и в спирте.

Выход около 1,1 г.

**Примечание.** Можно обесцветить раствор, прибавляя по каплям спирт. Тогда отсасывают двуокись марганца (на фильтр сливают сначала раствор, а затем переносят осадок двуокиси марганца), дважды промывают горячей водой (по 5 мл), присоединяют промывные воды к раствору соли террефталевой кислоты и, нагрев его почти до кипения, осаждают террефталевою кислоту из раствора концентрированной соляной кислотой (для кислой реакции на конго). Нагревание способствует образованию более крупнозернистого осадка, который лучше отсасывается. Террефталевою кислоту промывают и высушивают на водяной бане.

Выход около 1,1 г.

### Хинон

$$3\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2 + \text{KBrO}_3 \rightarrow 3\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2 + \text{KBr} + \text{H}_2\text{O}$$

гидрохинона . . . . .	10 г
бромноватокислого калия . . . . .	5,5 г
5 н. серной кислоты . . . . .	5 мл

В колбу (на 200 мл) вносят 100 мл воды, 5,5 г бромноватокислого калия и 5 мл 5 н. серной кислоты (примечание), перемешивают, прибавляют 10 г гидрохинона и, поместив в смесь термометр, нагревают до 60°. Твердые вещества растворяются и мгновенно начинается реакция, с образованием в качестве промежуточного соединения почти черного кристаллического хингидрона. Без дальнейшего подогрева температура самопроизвольно повышается до 75°. Через 10—15 минут окисление закончено, причем черный цвет реакционной массы изменяется до ярко-желтого цвета XI

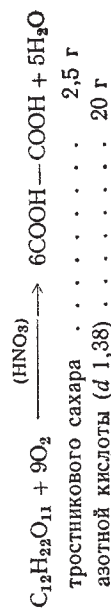
Реакционную смесь нагревают при 80° до полного растворения хинона, затем охлаждают до 0°, отфильтровывают хинон, промывают небольшим количеством ледяной воды и сушат.

При получении хинона по приведенной реакции никаких побочных продуктов не образуется. Хинон получается чистым с т. пл. 116°.

Выход почти количественный.

Примечание. Реакция катализируется небольшими количествами серной кислоты.

### Щавелевая кислота



В колбе на 100 мл нагревают под тягой (примечание) 2,5 г растертого в порошок тростникового сахара с 20 г азотной кислоты (d 1,38). Как только начнется бурное выделение окислов азота, нагревание прекращают. Когда выделение бурых паров прекратится, жидкость выливают в чашку и выпаривают на водяной бане до объема 20 мл.

При охлаждении раствора щавелевая кислота выкристаллизуется; ее отфильтровывают и перекристаллизовывают из воды. Получается около 1 г чистой щавелевой кислоты.

Щавелевая кислота кристаллизуется с двумя молекулами воды: т. пл. 101,5°. Безводная щавелевая кислота плавится при 186—187° (с разложением).

Примечание. Работу проводят в вытяжном шкафу. Выделяющиеся окислы азота очень ядовиты.

Не вдыхать!

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие . . . . .	3
Выпуск второй	
ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ	
I. Общие положения . . . . .	5
Меры предупреждения и предотвращения несчастных случаев . . . . .	7
Работа с взрывоопасными веществами и приборами . . . . .	7
Работа с горючими веществами . . . . .	9
Тушение местного пожара и горящей одежды . . . . .	10
Первая помощь при ожогах, отравлении . . . . .	11
II. Пониженное давление и правила работы на вакуум-установках . . . . .	11
Правила работы на вакуум-установке . . . . .	13
III. Сжатые газы и пользование ими . . . . .	14
Сжатые и сжиженные промышленные газы . . . . .	15
Баллоны для сжатых газов . . . . .	20
Вентили к баллонам для сжатых газов . . . . .	22
Редукционные вентили для пользования газами из баллонов . . . . .	24
Отбор газа из баллона . . . . .	25
Работа со сжатыми газами в лаборатории . . . . .	26
Основные правила техники безопасности при работе с баллонами со сжатыми газами . . . . .	27
IV. Калибрование термометров . . . . .	29