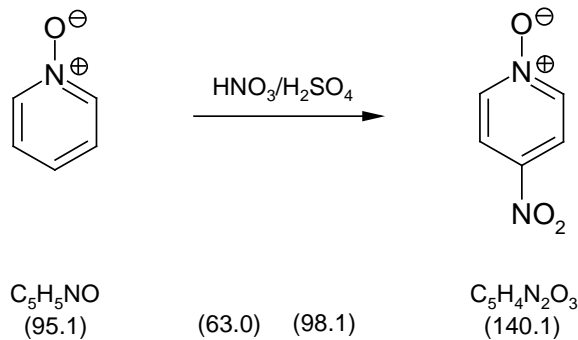


## 1004 პირიდინის-N-ოქსიდის ნიტრირება 4-ნიტროპირიდინ- N-ოქსიდამდე



### კლასიფიკაცია

#### რეაქციის ტიპები და ნაერთთა კლასები

არომატულ ბირთვში ელექტროფილური ჩანაცვლება, ნიტრირება  
 არომატული ნაერთები, ნიტროარომატული ნაერთები, ჰეტეროარომატული  
 ნაერთები.

#### სამუშაოს მეთოდები

მორევა მაგნიტურ სარეველაზე, გაცხელება უკუმაცივარზე, საწვეთი ძაბრიდან  
 წვეთწვეთობით მიმატება, გაფილტვრა, აორთქლება როტაციულ  
 ამორთქლებელზე, რეაქციის დროს გამოყოფილი აირების მოშორება, მუშაობა  
 გამრეცხ ჭურჭელთან, გაცივება ყინულის აბაზანაზე, გაცხელება ზეთის აბაზანაზე.

### მეთოდისკა (განკუთვნილია 100 მმოლი ნივთიერებისათვის)

#### ხელსაწყო

100 მლ–იანი სამყელა კოლბა, 250 მლ–იანი ერლენმეიერის კოლბა, თერმომეტრი,  
 უკუმაცივარი, გადამყვანი შლიფით, საწვეთი ძაბრი წნევის გამათანაბრებლით, 1  
 ლ–იანი ქიმიური ჭიქა, მაგნიტური სარეველა გამათბობლით, მაგნიტური ბარბაცა,  
 ბიუხნერის ძაბრი და კოლბა, როტაციული ამორთქლებელი, ექსიკატორი,  
 ყინულის აბაზანა, ზეთის აბაზანა

#### რეაქტივები

პირიდინის-N-ოქსიდი (ლღ. ტ. 61-64 °C)	9.51 გ (100 მმოლი)
კონც. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30 მლ (0.56 მოლი)
მბოლავი HNO <sub>3</sub>	12 მლ (0.29 მოლი)
ნატრუმის კარბონატი დეკაჰიდრატი	~100 გ (180 მლ ნაჯერი წყალხსნარისათვის)

2 N NaOH-ხსნარი	~ 100 მლ
აცეტონი (დუღ. ტ. 56 °C)	
ყინული	150 გ

### რეაქციის მიმდინარეობა

მანიტორირებელი ნარევის დამზადება: 250 მლ ერლენმეიერის კოლბაში ასხამენ 12 მლ (0.29 მოლ) მბოლავ  $\text{HNO}_3$  და მორევის და ყინულის აბაზანაზე გაცივების პირობებში ნელნელა ამატებენ 30 მლ (0.56 მოლი) კონც.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . ნარევის ტემპერატურა აჰყავთ 20 °C-მდე.

რეაქციისათვის საჭირო აპარატურა შედგება: 100 მლ-იანი სამყელა კოლბისაგან, რომელსაც მორგებული აქვს უკუმაცივარი, თერმომეტრი და საწვეთი ძაბრი. უკუმაცივარი შლიფიანი გადამყვანით დაკავშირებულია ხელსაწყოსთან გამოყოფილი აირების კონტროლისათვის, ხოლო ეს უკანასკნელი რეზინის მილით უერთდება გამრეცხ ჭურჭელს. გამრეცხ ჭურჭელში ასხია 100 მლ 2 N NaOH-ის წყალხსნარი.

სარეაქციო კოლბაში ათვისებენ 9.51 გ (100 მმოლი) პირიდინის N-ოქსიდს და აცხელებენ 60 °C-მდე. შემდგომი გაცხელების გარეშე, მორევის პირობებში, საწვეთი ძაბრიდან კოლბაში ნახევარი საათის განმავლობაში ამატებენ მანიტორირებელ ნარევს. ამ დროს ტემპერატურა იკლებს 40 °C-მდე. დამატების დამთვრების შემდეგ სარეაქციო ნარევს აცხელებენ 3 საათის განმავლობაში 125-130 °C გრადუსზე.

### დამუშავება

ოთახის ტემპერატურამდე გაცივების შემდეგ, სარეაქციო ნარევი გადააქვთ 1 ლ-იან ქიმიურ ჭიქაში, უმატებენ 150 გ წვრილად დამტვრეულ ყინულს და ფრთხილად (იფისება) პორციობით უმატებენ 170 მლ ნატრიუმის კარბონატის ნაჯერ ხსნარს pH- 7-8. წარმოიქმნება ყვითელი კრისტალური ნაშთი, რომელიც მიზნობრივ პროდუქტთან ერთად, შეიცავს ნატრიუმის სულფატს. ნაშთს ფილტრავენ ბიუხნერის ძაბრზე, ფილტრატს ანადგურებენ. ნედლი პროდუქტის გამოსავლიანობაა: 7.7 გ

ყვითელი ფერის ნედლ პროდუქტს ხსნიან აცეტონში და უხსნად თეთრი ფერის მარილს ამორებენ ბიუხნერის ძაბრზე გაფილტვრით. ფილტრატს აკონცენტრირებენ როტაციულ ამორთქლებელზე, გამოყოფილ პროდუქტს ამრობენ ექსიკატორში.

გამოსავლიანობა: 5.87 გ (41.9 მმოლი, 42%); ლდ. ტ. 157 °C.

საჭიროების შემთხვევაში შესაძლებელია პროდუქტის გადაკრისტალება აცეტონიდან.

**ნარჩენების შეგროვება და უტილიზაცია****რეციკლიზაცია**

როტატორზე აორთქლებულ აცეტონს აგროვებენ და ხდიან.

**უტილიზაცია**

ნაშთი	უტილიზაცია
წყლიანი ფილტრატი	ორგანული გამხსნელი–წყლის ნარევი, არ შეიცავს ჰალოგენებს
ფილტრზე დარჩენილი მარილი	მყარი ნაშთი, არ შეიცავს ვერცხლისწყალს
ხსნარი გამრეცხი კოლბიდან	წყლიანი ნაშთი, ტუტე ხსნარი

**დრო**

6-7 საათი, გაშრობის დროის გარეშე

**შესვენება**

დამუშავების წინ

აცეტონში გახსნის წინ

**სირთულის ხარისხი**

მარტივი

**მეთოდის აღწერა (განკუთვნილია 10 მმოლი ნივთიერებისათვის)****ხელსაწყო**

50 მლ–იანი სამყელა კოლბა, 25 მლ–იანი ერლენმეიერის კოლბა, თერმომეტრი, უკუმაცივარი, გადამყვანი შლიფით, საწვეთი ძაბრი წნევის გამათანაბრებლით, 400 მლ–იანი ქიმიური ჭიქა, მაგნიტური სარეველა გამათბობლით, მაგნიტური ბარბაცა, ბიუხნერის ძაბრი და კოლბა, როტაციული ამორთქლებელი, ექსიკატორი, ყინულის აბაზანა, ზეთის აბაზანა.

**რეაქტივები**

პირიდინის-N-ოქსიდი (ლ. ტ. 61-64 °C)

951 მგ (10.0 მმოლი)

კონც. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

3.0 მლ (56 მმოლი)

მბოლავი HNO<sub>3</sub>

1.2 მლ (29 მმოლი)

ნატრიუმის კარბონატი დეკაჰიდრატი	~17 გ (30 მლ ნაჯერი წყალხსნარისათვის)
2 N NaOH-ხსნარი	~ 50 მლ
აცეტონი (დუღ. ტ. 56 °C)	
ყინული	30 გ

### რეაქციის მიმდინარეობა

მანიტორირებელი ნარევის დამზადება: 25 მლ ერლენმეიერის კოლბაში ასხამენ 1.2 მლ (29 მმოლ) მბოლავ  $\text{HNO}_3$  და მორევის და ყინულის აბაზანაზე გაცივების პირობებში ნელნელა ამატებენ 3.0 მლ (56 მმოლი) კონც.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . ნარევის ტემპერატურა აკყავთ 20 °C–მდე.

რეაქციისათვის საჭირო აპარატურა შედგება: 50 მლ–იანი სამყელა კოლბისაგან, რომელსაც მორგებული აქვს უკუმაცივარი, თერმომეტრი და საწვეთი ძაბრი. უკუმაცივარი შლიფიანი გადამყვანით დაკავშირებულია ხელსაწყოსთან გამოყოფილი აირების კონტროლისათვის, ხოლო ეს უკანასკნელი რეზინის მილით უერთდება გამრეცხ ჭურჭელს. გამრეცხ ჭურჭელში ასხია 50 მლ 2 N NaOH-ის წყალხსნარი.

სარეაქციო კოლბაში ათვისებენ 951 მგ (10.0 მმოლი) პირიდინის N-ოქსიდს და აცხელებენ 60 °C–მდე. შემდგომი გაცივების გარეშე, მორევის პირობებში, საწვეთი ძაბრიდან კოლბაში ნახევარი საათის განმავლობაში ამატებენ მანიტორირებელ ნარევს. ამ დროს ტემპერატურა იკლებს 40 °C–მდე. დამატების დამთვრების შემდეგ სარეაქციო ნარევს აცხელებენ 3 საათის განმავლობაში 125-130 °C გრადუსზე.

### დამუშავება

ოთახის ტემპერატურამდე გაცივების შემდეგ, სარეაქციო ნარევი გადააქვთ 400 მლ–იან ქიმიურ ჭიქაში, უმატებენ 30 გ წვრილად დამტვრეულ ყინულს და ფრთხილად, (იფისება) პორციობით უმატებენ 30 მლ ნატრიუმის კარბონატის ნაჯერ ხსნარს pH-7–8. წარმოიქმნება ყვითელი კრისტალური ნაშთი, რომელიც მიზნობრივ პროდუქტთან ერთად, შეიცავს ნატრიუმის სულფატს. ნაშთს ფილტრავენ ბიუხნერის ძაბრზე, ფილტრატს ანადგურებენ. ნედლი პროდუქტის გამოსავლიანობაა: 7.7 გ

ყვითელი ფერის ნედლ პროდუქტს ხსნიან აცეტონში და უხსნად თეთრი ფერის მარილს ამორებენ ბიუხნერის ძაბრზე გაფილტვრით. ფილტრატს აკონცენტრირებენ როტაციულ ამორთქლებელზე, გამოყოფილ პროდუქტს ამრობენ ექსიკატორში.

გამოსავლიანობა: 700 მგ (5.00 მმოლი, 50%); ლღ. ტ. 156-157 °C.

საჭიროების შემთხვევაში შესაძლებელია პროდუქტის გადაკრისტალეზა აცეტონიდან.

### ნარჩენების შეგროვება და უტილიზაცია

#### რეციკლიზაცია

როტორზე აორთქლებულ აცეტონს აგროვებენ და ხდიან.

#### უტილიზაცია

ნაშთი	უტილიზაცია
წყლიანი ფილტრატი	ორგანული გამხსნელი-წყლის ნარევი, არ შეიცავს ჰალოგენებს
ფილტრზე დარჩენილი მარილი	მყარი ნაშთი, არ შეიცავს ვერცხლისწყალს
ხსნარი გამრეცხი კოლბიდან	წყლიანი ნაშთი, ტუტე ხსნარი

#### დრო

6-7 საათი, გაშრობის დროის გარეშე

#### შესვენება

დამუშავების წინ

აცეტონში გახსნის წინ

#### სირთულის ხარისხი

მარტივი

#### ანალიზი

##### თხელფენოვანი ქრომატოგრაფია

პირობები:

ადსორბენტი:

Macherey und Nagel Polygram SilG/UV ფოლიე, 0.2 მმ

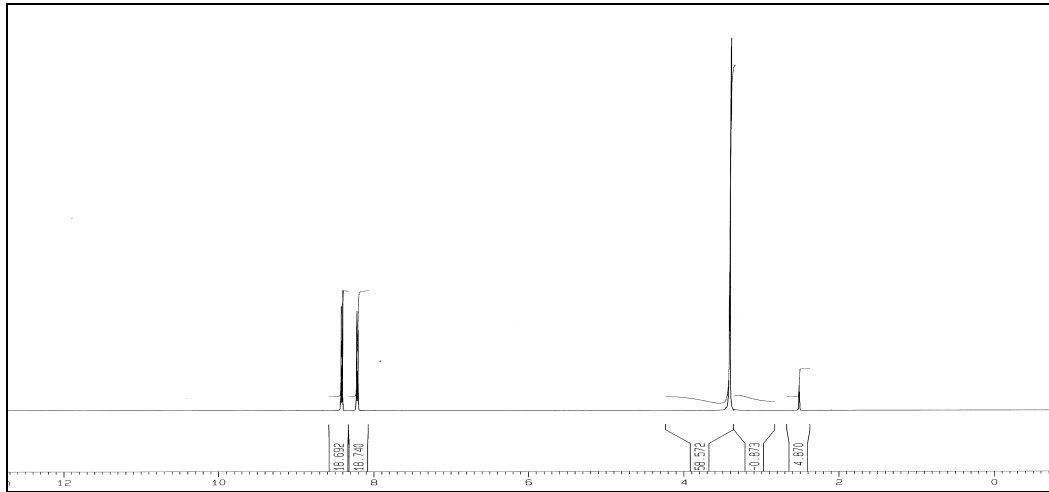
ელუენტი:

დიქლორმეთანი : ეთილაცეტატი = 5:3

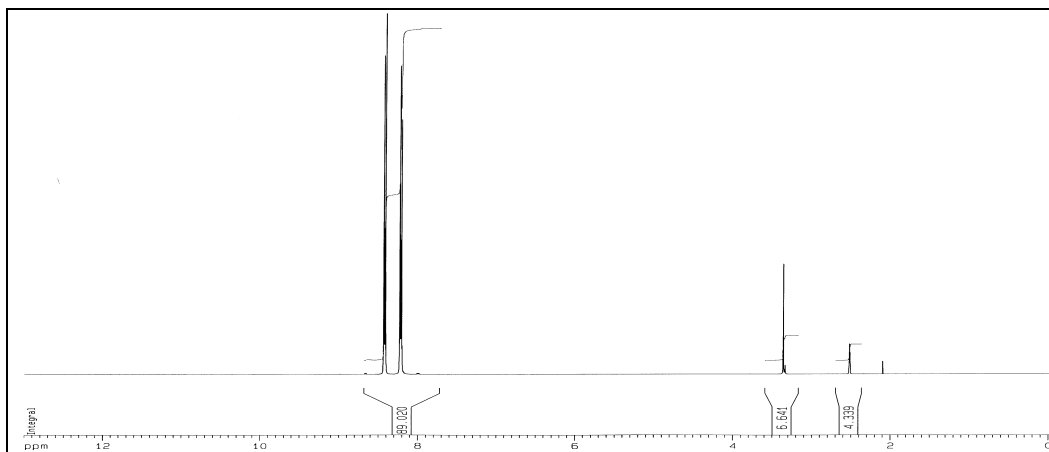
R<sub>f</sub> (პროდუქტის) 0.27

R<sub>f</sub> (პირიდინის N-ოქსიდი) 0.05

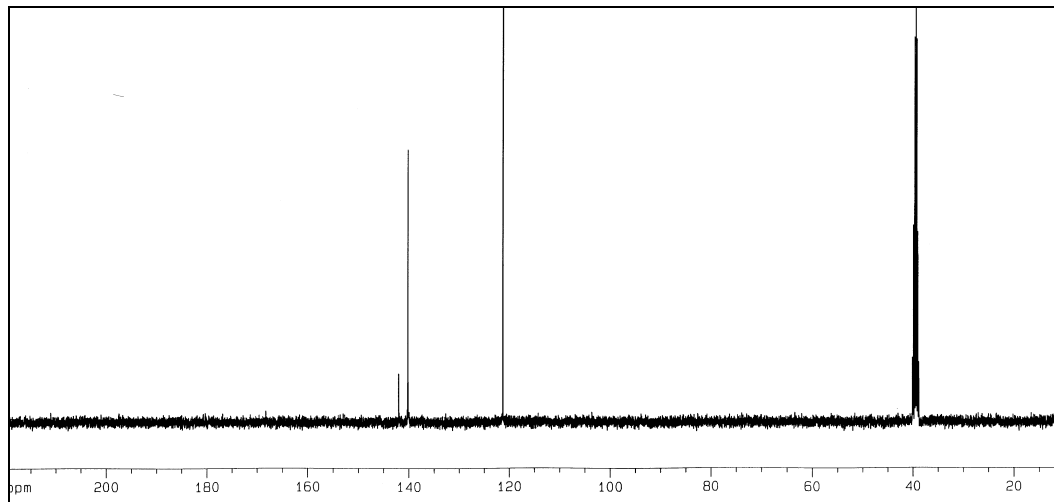
ნეღლი პროდუქტის  $^1\text{H}$  ბმრ სპექტრი (400 მჰც,  $\text{DMSO-D}_6$ )



სუფთა პროდუქტის  $^1\text{H}$  ბმრ სპექტრი (400 მჰც,  $\text{DMSO-D}_6$ )

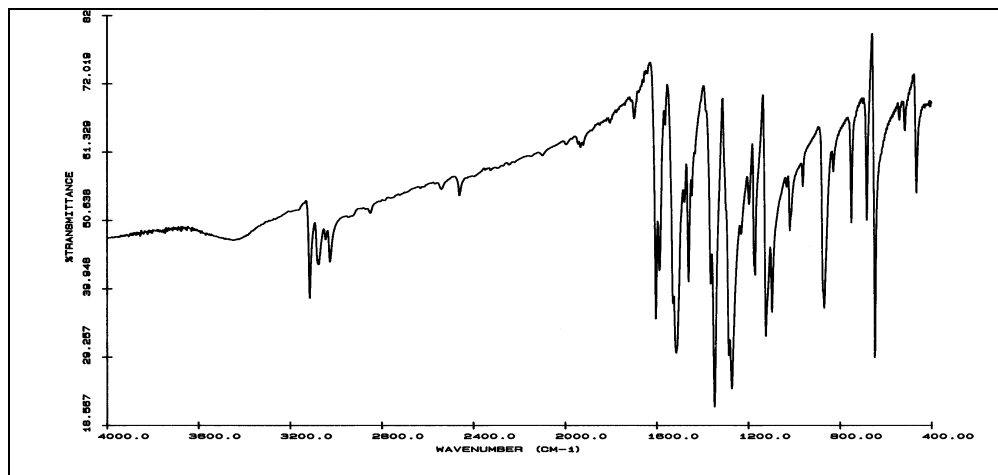


δ (ვმნ)	მუტიპლეტობა	H რაოდენობა	შესაბამისობა
8.18 - 8.23	m (AA')	2	2-H, 6-H
8.40 - 8.44	m (BB')	2	3-H, 5-H
3.3 და 2.5			წყალი და დმსო
2.1			აცეტონი

სუფთა პროდუქტის  $^{13}\text{C}$  ზმრ სპექტრი (100 მჰც, DMSO- $\text{D}_6$ )

δ (გმწ)	შესაბამისობა
121.31	C-3, C-5
140.20	C-2, C-6
142.01	C-4
39.5	გამხსნელი

## სუფთა პროდუქტის იწ სპექტრი (KBr)



$\text{cm}^{-1}$	შესაბამისობა
3115, 3080	C-H-ზმა, არომატული
1600	C=C-ზმა, არომატული
1515, 1345	N=O-ზმა, ასიმეტრიული და სიმეტრიული