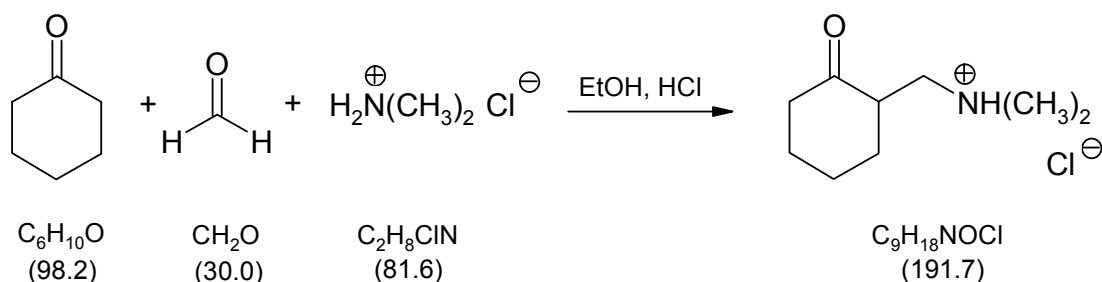


4008 Синтез гидрохлорида 2-диметиламинометил-циклогексанола



Классификация

Типы реакций и классы веществ

Реакция карбонильной группы в альдегидах, реакция Манниха
Кетоны, альдегиды, амины

Методы работы

Нагревание с обратным холодильником, перемешивание при помощи магнитной мешалки, выпаривание на роторном испарителе, фильтрование, перекристаллизация, нагревание с помощью масляной бани

Методика (размер загрузки 10 ммоль)

Оборудование

Круглодонная колба на 25 мл, обратный холодильник, воронка Бюхнера (Ø 3 см), колба Бунзена, магнитная мешалка с подогревом, роторный испаритель, эксикатор, масляная баня

Вещества

циклогексанон (т.кип. 156 °С)	0,982 г (1,03 мл, 10,0 ммоль)
переформальдегид (т.пл. 120-170 °С)	0,360 г (12,0 ммоль)
диметиламмоний хлорид	0,816 г (10,0 ммоль)
соляная кислота (конц.)	2 капли
этанол (т.кип. 78 °С)	16 мл
ацетон (т.кип. 56 °С)	50 мл

Реакция

0,982 г (1,03 мл, 10,0 ммоль) циклогексана, 0,360 г (12,0 ммоль) параформальдегида, 0,816 г (10,0 ммоль) хлорида диметиламмония и 4 мл этанола помещают в круглодонную колбу на 25 мл, оснащенную обратным холодильником и магнитной мешалкой. Прибавляют 2 капли концентрированной соляной кислоты, и смесь нагревают с обратным холодильником при перемешивании в течение 4 часов.

Выделение продукта

Горячий раствор фильтруют в круглодонную колбу и растворитель выпаривают на ротаторном испарителе. Остаток растворяют в 2 мл этанола при нагревании. К раствору при комнатной температуре прибавляют 20 мл ацетона. Для полной кристаллизации раствор оставляют в холодильнике на ночь. Кристаллы сырого продукта отсасывают на воронке Бюхнера (\varnothing 3 см) и сушат в эксикаторе над силикагелем.

Выход сырого продукта: 1,64 г; т.пл. 143-144 °С.

С целью дальнейшей очистки сырой продукт снова растворяют в примерно 10 мл этанола при нагревании с обратным холодильником, и при комнатной температуре прибавляют 30 мл ацетона. Кристаллизацию завершают в холодильнике. Продукт отсасывают и сушат в эксикаторе.

Выход: 1,45 г (7,56 ммоль, 76%); т.пл. 157-158°С.

Комментарии

Чтобы убедиться в полноте кристаллизации, маточный раствор помещают в холодильник. При этом дополнительного выделения кристаллов происходить не должно.

Организация сбора и удаления отходов**Утилизация отходов**

Отход	Тип емкости для слива
Маточные растворы	Органические растворители, содержащие галоген

Время

4-5 часов, не считая времени на кристаллизацию

Перерыв

После фильтрования горячего раствора

Степень сложности

Легкая

Методика (размер загрузки 100 ммоль)

Оборудование

Круглодонная колба на 100 мл, обратный холодильник, воронка Бюхнера (Ø 5,5 см), колба Бунзена, магнитная мешалка с подогревом, роторный испаритель, эксикатор, масляная баня

Вещества

циклогексанон (т.кип. 156 °С)	9,82 г (10,3 мл, 100 ммоль)
параформальдегид (т.пл. 120-170 °С)	3,60 г (120 ммоль)
диметиламмония хлорид	8,16 г (100 ммоль)
соляная кислота (конц.)	0,4 мл
этанол (т.кип. 78 °С)	64 мл
ацетон (т.кип. 56 °С)	180 мл

Реакция

9,82 г (10,3 мл, 100 ммоль) циклогексана, 3,60 г (120 ммоль) параформальдегида, 8,16 г (100 ммоль) хлорида диметиламмония и 4 мл этанола помещают в круглодонную колбу на 100 мл, оснащенную обратным холодильником и магнитной мешалкой. Прибавляют 0,4 мл концентрированной соляной кислоты, и смесь нагревают с обратным холодильником при перемешивании в течение 4 часов.

Выделение продукта

Горячий раствор фильтруют в круглодонную колбу, и растворитель выпаривают на роторном испарителе. Остаток растворяют в 20 мл этанола при нагревании. К раствору при комнатной температуре прибавляют 70 мл ацетона. Для полной кристаллизации раствор оставляют в холодильнике на ночь. Кристаллы сырого продукта отсасывают на воронке Бюхнера (Ø 5,5 см) и сушат в эксикаторе над силикагелем.

Выход сырого продукта: 15,6 г; т.пл. 149-150 °С.

С целью дальнейшей очистки сырой продукт снова растворяют в примерно 40 мл этанола при нагревании с обратным холодильником, и при комнатной температуре прибавляют 110 мл ацетона. Кристаллизацию завершают в холодильнике. Продукт отсасывают и сушат в эксикаторе.

Выход: 14,7 г (76,7 ммоль, 77%); т.пл. 156-157°С.

Комментарии

Чтобы убедиться в полноте кристаллизации, маточный раствор помещают в холодильник. При этом дополнительного выделения кристаллов происходить не должно.

Организация сбора и удаления отходов**Утилизация отходов**

Отход	Тип емкости для слива
Маточные растворы	Органические растворители, содержащие галоген

Время

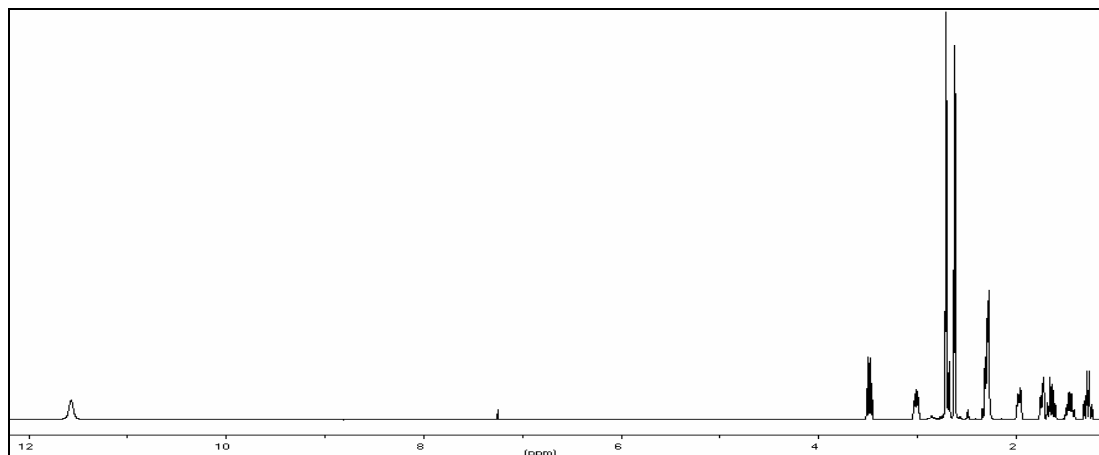
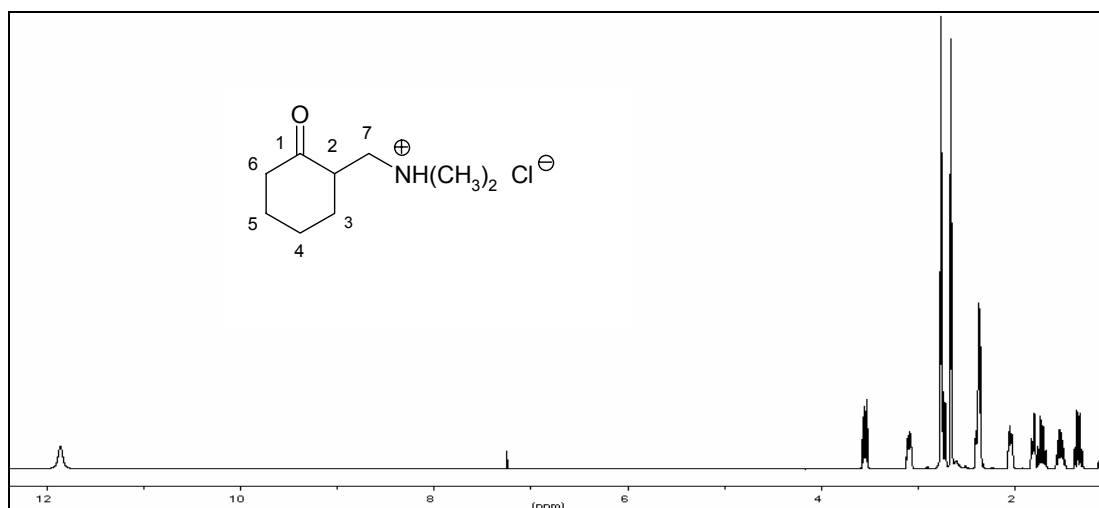
4-5 часов, не считая времени на кристаллизацию

Перерыв

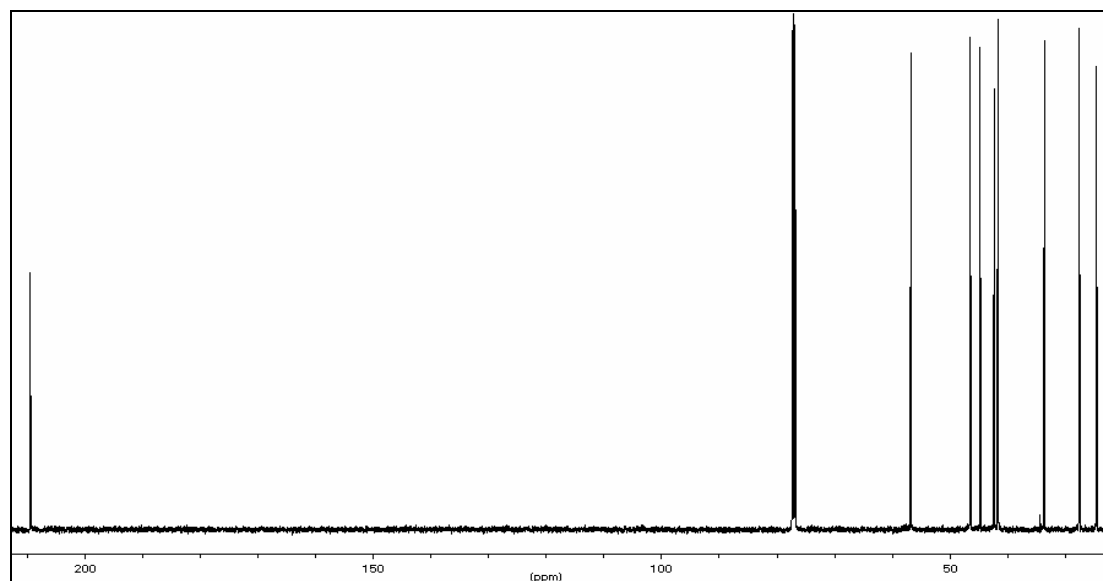
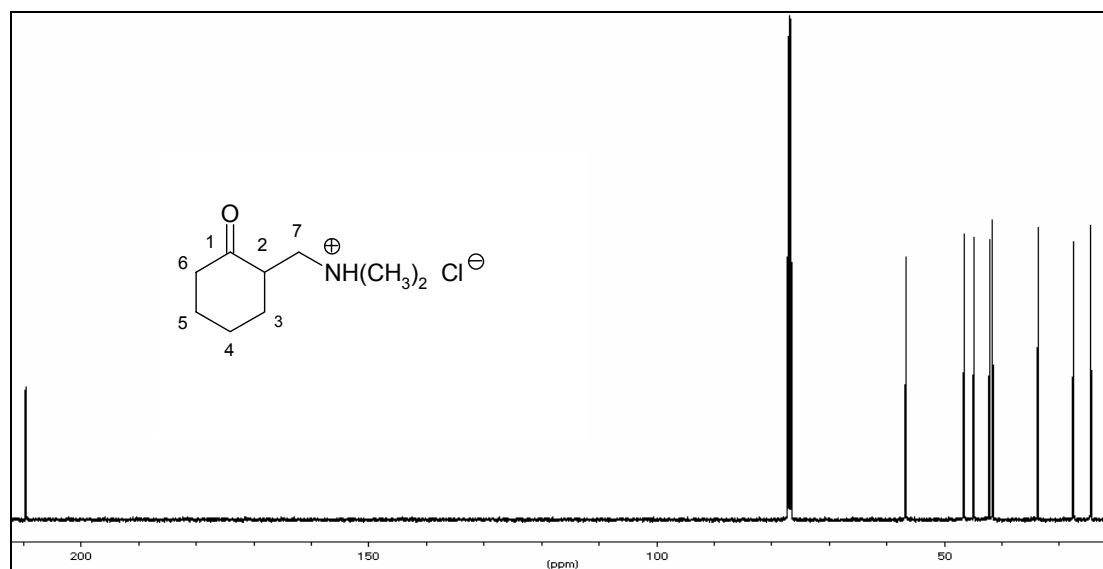
После фильтрования горячего раствора

Степень сложности

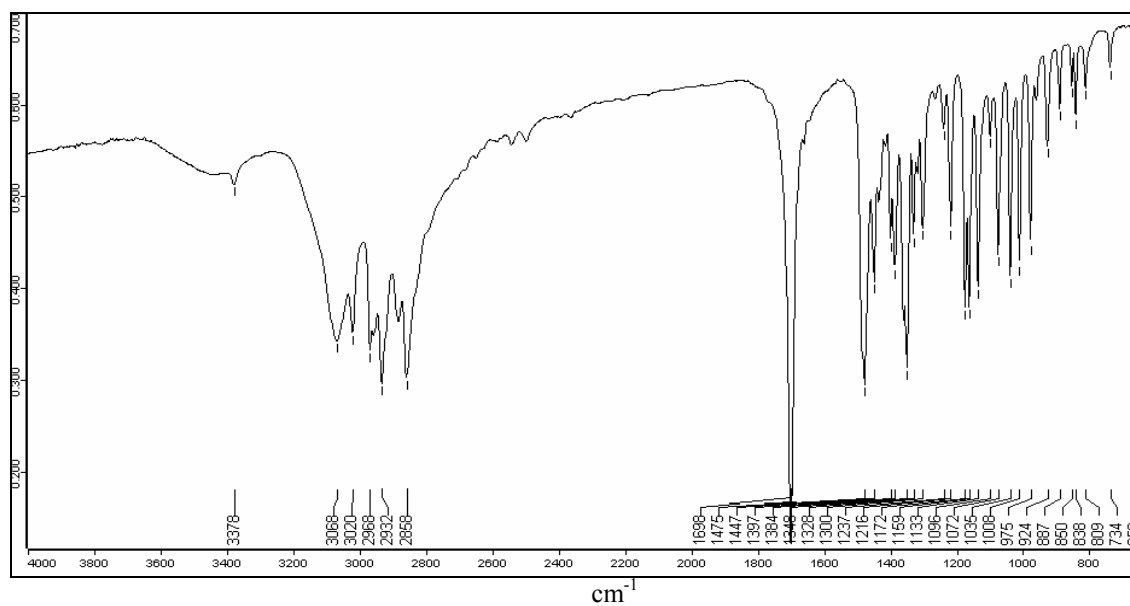
Легкая

Анализ продуктов **^1H ЯМР спектр сырого продукта (500 МГц, CDCl_3)** **^1H ЯМР спектр очищенного продукта (500 МГц, CDCl_3)**

δ (ppm)	Мультиплетность	Число H	Отнесение
1,35	m	1	
1,54	m	1	
1,73	m	1	
1,82	m	1	
2,05	m	1	
2,37	m	2	6-H
2,41	m	1	
2,67	d	3	NH-CH ₃
2,74	m	1	
2,77	d	3	NH-CH ₃
3,09	m	1	7-H
3,57		1	7-H
11,88	m	1	NH
7,26			растворитель

^{13}C ЯМР спектр сырого продукта (125 МГц, CDCl_3) **^{13}C ЯМР спектр очищенного продукта (125 МГц, CDCl_3)**

δ (ppm)	Отнесение
209,58	C-1
56,80	C-7
46,69	C-2
44,99	C-6
42,26	CH_3
41,75	CH_3
33,88	C-4
27,70	C-3
24,70	C-5
76,5-77,5	растворитель

ИК спектр очищенного продукта (пленка)

(cm^{-1})	Отнесение
3068,	N-H-связь
3020	N-H- связь
2932	C-H- связь, алкан
2858	C-H- связь, алкан
1698	C=O- связь, кетон