

О. ПАНКРАТОВА

Студентка IV курсу хімічного ф-ту

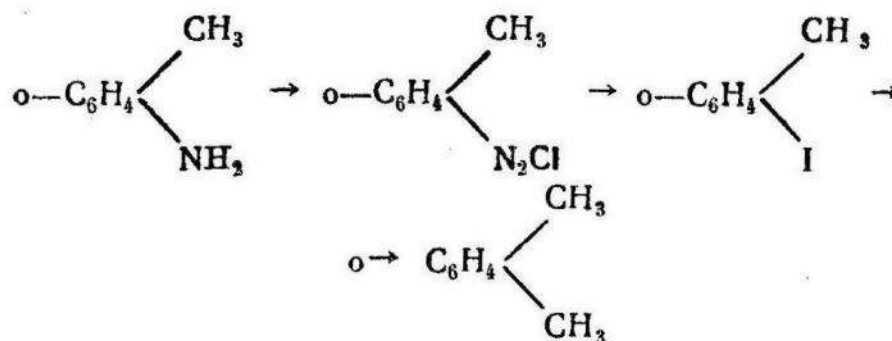
ОДЕРЖАННЯ О-КСИЛОЛУ З О-ТОЛУЇДИНУ

Для здобування хлоропохідного фталевої кислоти потрібно було одержати о-ксилол.

Описані в літературі способи одержання о-ксилолу можна поділити на 3 групи, а саме: 1) синтетичні способи, 2) одержання о-ксилолу шляхом відокремлення з суміші ізомерів ксилолів, 3) одержання поруч з іншими речовинами при піролізі деяких сполук, ароматизації парафінових вуглеводнів, дегідрогенізації поліметиленових вуглеводнів тощо.

Особливо багато робіт, що з'явилися останнім часом, відносяться саме до третьої групи. Академік Зелінський показав, що о-ксилол одержується при пропусканні о-диметилциклогексану крізь розпечені трубки з платиновим катализатором (1). Казанський та Плате одержали о-ксилол з метилциклогексану при нагріванні його з воднем в присутності катализатора платини (2). Молдавський та Камушер одержали о-ксилол поруч з іншими сполуками шляхом циклізації сполук жирного ряду при нагріванні в присутності катализаторів (3). О-ксилол було одержано шляхом пірогенізації нафталіну, а також кетонів (4) з сапропелевого бензину (5), крекінга парафіну (6) та з інших сполук.

У нашій роботі о-ксилол було одержано, виходячи з о-толуїдину через о-йодтолуол за схемою:



Слід відзначити, що одержання о-ксилолу за цією схемою натрапило на ряд труднощів в зв'язку з малою кількістю в літературі необхідних даних. Тому довелося експериментально підібрати умови, в яких реакції відбуваються з кращими наслідками; розробити рецептуру діазотування о-толуїдину, одержання з нього о-йодтолуолу, а з останнього — о-ксилолу. При одержанні о-ксилолу за реакцією Фіттіга-Вюрца встановлено, що при застосуванні як розчинника ефіру, про що є вказівки в літературі (7), реакція відбувається повільно і з малим виходом. Проведення реакції у відсутності розчинника дало значно кращі результати.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Для одержання о-ксилолу за вищенаведеною схемою потрібні були о-толуїдин та метилйодид. Останнього в нашому розпорядженні не було і його довелося синтезувати.

Метилйодид. Метилйодид одержано з метилового спирту, йоду та жовтого фосфору. Цей метод рідко застосовується в лабораторній практиці і в літературі дані про нього дуже обмежені. Метилйодид одержано за коротеньким рефератом, тому довелося експериментально підбирати співвідношення реагентів та умови реакції.

Для цього до суміші з 500 г метилового спирту та 200 г дрібнорозтертого металічного йоду було внесено невеликими шматками жовтий фосфор. Після цього добавлялось ще 1000 г йоду при ретельному перемішуванні та охолодженні. Після закінчення реакції відганявся йодистий метил. Одержано його з хорошим виходом. З 500 г метилового спирту одержано 1,130 кг метилйодиду.

О-йодтолуол. До 33 см³ концентрату HCl та 16,5 см³ води добавлялось 14 г свіжоперегнаного о-толуїдину. Суміш охолоджувалась нижче 5° і до неї добавлялось 9 г NaNO₂ в 26 см³ води.

Кінець діазотування перевірявся за допомогою йодкромального папірця.

Для одержання о-йодтолуолу до розчину діазосполуки трохи додавався розчин 20 г KI в 20 см³ води. При цьому відбувається енергійна реакція з виділенням азоту. Колба з одержаним розчином залишалася на 3,5 години у воді, що мала кімнатну температуру, після чого розчин нагрівався з зворотним холодильником до припинення виділення азоту. До хо-

лодного розчину додавався NaOH до сильно лужної реакції, йодтолуол відганявся з водяною парою, сушився CaCl_2 , знову переганявся, причому збиралася фракція з t° кипіння 203,5—207°. Одержано 16 г о-йодтолуолу.

О-ксилол. Для одержання о-ксилолу додавався металічний натрій у вигляді дроту в кількості в 1,5 рази більше, ніж за теорією, до суміші, що складається з 1 моля о-йодтолуолу та 1,25 йодистого метилу в ефірному розчині. Суміш потроху нагрівалася на водяній бані до 33°. Всього реагуюча суміш стояла 4 дні. Потім відокремлювався ефірний розчин від натрію і фракціонованою перегонкою відділявся о-ксилол. Для збільшення виходу о-ксилолу реакцію було проведено у відсутності розчинника. При цьому з 14 г о-йодтолуолу одержано 8,35 г о-ксилолу. Для очищення о-ксилол декілька разів переганявся над металічним натрієм. Одержано 6,8 г о-ксилолу.

ВИСНОВКИ

1) Підібрані умови діазотування о-толуїдину та розкладання діазосполуки з утворенням о-йодтолуолу.

2) Доведено, що утворення о-ксилолу з кращим виходом проходить без розчинника, ніж у випадку застосування етилового ефіру.

3) Підібрані співвідношення та умови одержання йодистого метилу з добрим виходом з метилового спирту йоду та жовтого фосфору.

Робота виконана на кафедрі органічної хімії під керівництвом доцента
О. А. Пономаренка.

ЛІТЕРАТУРА

1. Велінський Н. — С. 1925 I, 1435.
2. Казанський В. — Пеате А., С. 1936, II, 2895.
3. Молдавський В., Камушер Г., С. — 1937, II, 1546.
4. Іпат'єв В., Клюквін Н., С. — 1925, I, 1190.
5. Іпат'єв В., Петров Н., С. — 1927, II, 2501.
6. Караваєв Н., Рапопорт І., С. — 1933, II, 3940.

