

Характеристика основного сырья

2,4-Бензальдегиддисульфокислоты натриевая соль, с содержанием основного вещества 57%.

Этил-*o*-толуидин, с содержанием основного вещества 99%. Марганец перекись, ч., ГОСТ 4470—48.

Условия получения

Конденсация натриевой соли 2,4-бензальдегиддисульфокислоты и этил-*o*-толуидина. В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником, термометром и мешалкой, загружают 36 г (0,26 M) этил-*o*-толуидина, 26 мл воды, 13,3 мл серной кислоты и 72 г (0,13 M) 2,4-бензальдегиддисульфокислоты. Смесь нагревают при перемешивании 6 часов при 60° и 12 часов при 100°. К полученной кристаллической массе добавляют 150 мл кипящей воды, перемешивают, а затем смесь подщелачивают ~ 25 г соды до слабощелочной реакции по бриллиантовой желтой бумажке. От щелочного раствора отгоняют с паром не вошедший в реакцию этил-*o*-толуидин. Объем отгона составляет около 1,5 л. Отгонку прекращают тогда, когда в пробе (10 мл отгона, смешанные с 1 г хлористого натрия) не будет видно маслянистых капелек этил-*o*-толуидина. Полученное лейкосоединение охлаждают до комнатной температуры. Получают около 300 г голубоватой кристаллической массы.

Окисление лейкосоединения и выделение красителя. В фарфоровый стакан, снабженный мешалкой, загружают получен-

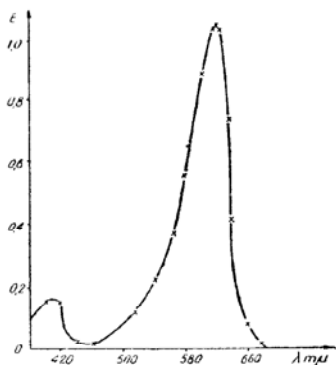


Рис. 1. Кривая поглощения 0,01 %-ного водного раствора ксиленцианолового ФФ

ное лейкосоединение, добавляют 160 мл 10%-ной уксусной кислоты, 240 мл 10%-ной серной кислоты, 360 мл воды и нагревают смесь до 95° при размешивании. Затем добавляют частями в течение 10 минут 28 г (0,32 M) перекиси марганца. Смесь кипятят еще 10 минут и фильтруют через нагретую воронку Бюхнера. Фильтрат, содержащий краситель, нагревают до 80°, добавляют к нему хлористого натрия (10% от объема фильтрата, около 100 г), перемешивают до растворения соли и оставляют на ночь. На следующий день выпавший краситель отфильтровывают, хорошо стжимают и сушат при 60—70°. Выход красителя составляет 42—44 г (59—62% теорети). Качество красителя характеризуется кривой поглощения с λ_{max} 598 мμ.

Литература

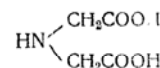
1. K. Ring, *Analyst*, 72, 742 (1952); K. Linder, *Z. Lebensmittel Untersuch. und Forschung*, 102, 37 (1955).
2. И. М. Козан, «Химия красителей», стр. 260. Госхимиздат, 1956.

Поступила в июле 1962 г.

ИРЕА.

ИМИНОДИУКСУСНАЯ КИСЛОТА

Р. П. ЛАСТОВСКИЙ, В. Я. ТЕМКИНА, Н. П. ФАДЕЕВА



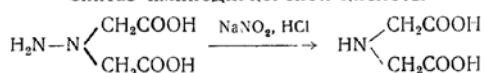
$\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$

М. в. 133,11

Ранее [1] нами было описано получение иминодиуксусной кислоты взаимодействием нитрилтриуксусной и серной кислот.

В связи с выпуском в настоящее время промышленностью 1,1-гидразиндиуксусной кислоты [2, 3] нами проверен и уточнен описанный в литературе способ получения иминодиуксусной кислоты из 1,1-гидразиндиуксусной [4]. Данный способ, в связи с его большой простотой, представляет интерес для лабораторного получения иминодиуксусной кислоты, несмотря на то, что он дает меньший выход по сравнению с ранее описанной методикой [1].

СИНТЕЗ ИМИНОДИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ



Характеристика основного сырья

1,1-Гидразиндиуксусная кислота, ч., СТУ 36—13—609—61.
Нитрит натрия, ч., ГОСТ 4197—48.

Условия получения

В стеклянный стакан емкостью 250 мл, снабженный механической мешалкой, помещают 16 г (0,108 M) 1,1-гидразиндиуксусной кислоты, 120 мл воды и при температуре 10—15° и перемешивании постепенно прибавляют раствор 8 г (0,116 M) нитрита натрия в 40 мл воды. Смесь выдерживают при той же температуре в течение 20—30 минут до полного растворения осадка, после чего подкисляют 3,2 мл концентрированной соляной кислоты, обрабатывают при нагревании активированным углем и упаривают до объема 50—60 мл. К полученному раствору, имеющему pH 3,5—4,0, прибавляют 7—8 мл концентрированной соляной кислоты до pH 2. Через сутки выпадают белые кристаллы иминодиуксусной кислоты, которые отфильтровывают и промывают 40 мл этилового спирта.

Получают 6,4 г (45% теорин).

Найдено %: N 10,20; N 10,47.

$\text{C}_4\text{H}_8\text{NO}_4$. Вычислено %: N 10,53.

Литература

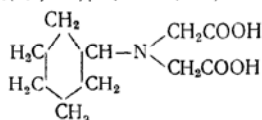
1. Р. П. Ластовский, В. Я. Темкина, «Химические реактивы и препараты», вып. 1, стр. 39, ИРЕА, 1960.
2. T. Curtius, L. Hussong, J. Prakt. chem., (2), 83, 271 (1911).
3. Р. П. Ластовский, В. Я. Темкина, Е. И. Миронова, «Методы получения химических реактивов и препаратов», вып. 3, стр. 39, ИРЕА, 1961 г.
4. J. Bailey, N. Read, J. Amer. Chem. Soc., 36, 1759 (1914).

Поступила в июле 1962 г.

ИРЕА

ЦИКЛОГЕКСИЛАМИН-N,N-ДИУКСУСНАЯ КИСЛОТА

Р. П. ЛАСТОВСКИЙ, И. Д. КОЛПАКОВА, Н. И. ИВАНОВА



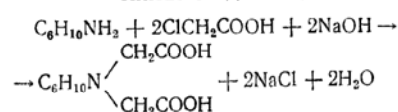
$\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{NO}_4$

М. в. 215,24

60

Циклогексиламиндиуксусная кислота синтезирована и предложена ИРЕА в качестве комплексона. Это соединение представляет интерес для полярографического определения примесей Pb^{2+} и Tl^+ в щелочной среде [1].

СИНТЕЗ СОЕДИНЕНИЯ



Характеристика основного сырья

Циклогексиламин, свежеперегнанный, т. кип. 133°/760 мм.
 n_D^{20} 1,4593.

Монохлоруксусная кислота, ОСТ 5836—51.

Условия получения

В трехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, обратным холодильником и термометром, загружают раствор 19 г (0,2 M) монохлоруксусной кислоты, предварительно нейтрализованной 20%-ным раствором едкого натра до pH 7—8. Температуру раствора доводят до 90° и загружают 10 г (0,12 M) свежеперегнанного циклогексиламина, нагревают смесь до кипения (106—107° в колбе) и выдерживают при этой температуре в течение часа. Затем к смеси приливают нейтрализованный раствор 38 г (0,4 M) монохлоруксусной кислоты. Конденсацию проводят при температуре кипения раствора, поддерживая слабощелочную среду реакционной массы по фенолфталеину постепенным прибавлением 20%-ного раствора едкого натра. Реакция считается законченной, если pH среды не изменяется в течение получаса после прибавления последней порции щелочи. Раствор выдерживают при температуре кипения еще 1,5 часа. Охлажденный раствор подкисляют азотной кислотой до pH 3—4 и осаждают циклогексиламин-N,N-диуксусную кислоту насыщенным раствором азотнокислого свинца (см. примечание). Выпавший белый осадок фильтруют и тщательно промывают на воронке Бюхнера дистиллированной водой. Затем осадок смешивают с 100 мл дистиллированной воды и при перемешивании пропускают сероводород до полного высаживания свинца.

После отделения сульфида свинца фильтрат упаривают до сиропообразного состояния. После добавления 100 мл ацетона при стоянии выпадает белый кристаллический осадок циклогексиламиндиуксусной кислоты, который отфильтровывают.

61