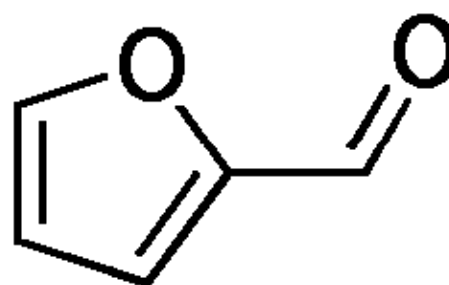




Фурфурол из кукурузных кочерыжек



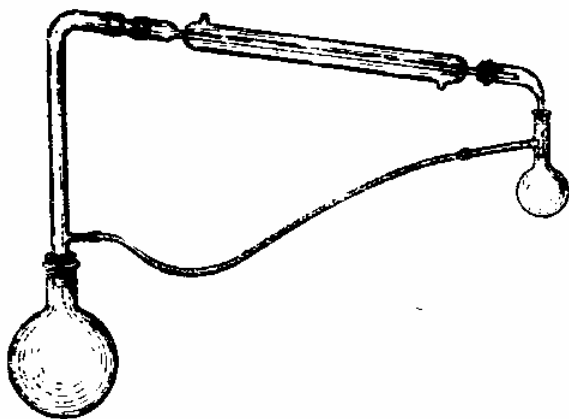
Фурфурол — один из важных исходных продуктов органического синтеза. Находит применение в производстве синтетических смол и пластмасс, лекарственных препаратов, малеинового ангидрида, растворителей, дефолиантов и многих других синтетических материалов. Единственный способ его получения в технике — кислотный гидролиз богатых пентозанами сельскохозяйственных отходов и отходов переработки древесины.



Сырьё и реактивы:

- кукурузные кочерыжки.....250 г
- серная кислота (12-процентная)..... 1 л
- хлороформ (или дихлорэтан).....2-5 мл
- уксуснокислый анилин, поваренная соль, прокаленный сульфат натрия (осушитель)
- 2,4-динитрофенилгидразин, хлористоводородный семикарбазид, спирт, метиловый спирт
(перечисленные в этом пункте реактивы для опыта не обязательны: они нужны для получения производных фурфурола).

Грубоизмельченные кукурузные кочерыжки (см. примечание 1) смешивают с 250 г поваренной соли и помещают в двухлитровую круглодонную колбу. Содержимое заливают 1 л 12-процентной серной кислоты. Через восходящую трубку колбу присоединяют к прямому холодильнику. Приемником дистиллята служит колбочка



Вюрца (100 мл), соединенная каучуковым шлангом с восходящей из реакционной колбы трубкой (рисунок). В приемник предварительно наливают 25 мл дихлорэтана (или хлороформа) и немного 12 процентной серной кислоты. Колбу обертывают асбестом и нагревают на песчаной бане до сильного кипения смеси. По мере образования фурфурол

отгоняется с парами воды и растворяется в дихлорэтane (см. примечание 2). Сконденсировавшаяся вода по каучуковой трубке сливается обратно в колбу, создавая на пути гидравлический затвор. Как только стекающий из холодильника конденсат перестанет окрашивать фильтровальную бумагу, смоченную раствором уксуснокислого анилина, реакцию прекращают (см. примечание 3).

Дихлорэтановый слой отделяют в делительной воронке от воды, промывают содой, водой, сушат над прокаленным сульфатом натрия. Дихлорэтан отгоняют из колбы Кляйзена или Арбузова. Остаток разгоняют под вакуумом на бане, нагретой не выше 130°. Отбирают фракцию, кипящую при постоянной температуре. Выход 5 — 10 г — в зависимости от содержания пентоз в исходном сырье; т. кип. фурфурола 161 — 162° при 760 мм; 70-72° при 25 мм. Это бесцветная жидкость с характерным запахом, плохо растворимая в воде, легко — в спирте и эфире. При хранении осмoleется и приобретает темную окраску. Небольшую пробу фурфурола используют для получения 2,4-динитрофенилгидразона или семикарбазона фурфурола.

2,4-динитрофенилгидразон фурфурола. 0,5г 2,4-динитрофенилгидразина растворяют в 7 мл спирта, к раствору добавляют 1 мл концентрированной соляной кислоты, нагревают до кипения и оставляют стоять на два часа. Раствор с нерастворившегося осадка сливают, смешивают с 0,5 мл фурфурола и нагревают. При охлаждении выпадает 2,4-динитрофенилгидразон фурфурола, который отделяют на маленькой воронке на гвоздик и перекристаллизовывают из спирта; т. пл. 229°.

Семикарбазон фурфурола. 2 г ацетата натрия и 1,4 г хлористоводородного семикарбазида растирают в ступочке до жидкого состояния. Добавляют 3 мл метилового спирта; суспензию фильтруют через ватный тампончик от выпавшей поваренной соли. Раствор уксуснокислого семикарбазида разбавляют двумя объемами



метилового спирта и смешивают с 0,5 мл фурфурола. Через некоторое время выпадает семикарбазон, который перекристаллизовывают один раз из метилового спирта; т. пл. 202°.

Примечания.

1. Вместо кукурузных кочерыжек можно взять подсолнечную лузгу, солому, хлопковую шелуху, отруби и любое другое пентозансодержащее сырье.

2. Фурфурол из реакционной колбы отгоняют по возможности быстро.

3. Около 1 мл свежеперегнанного анилина растворяют в равном объеме 80-процентной уксусной кислоты. Затем раствором смачивают полоски фильтровальной бумаги и высушивают.

(chemfiles.narod.ru)



Кукуруза (invest-crimea.gov.ua).