

ИЗВЕСТИЯ
ТОМСКОГО ОРДЕНА ОКТЯБРЬСКОЙ РЕВОЛЮЦИИ
И ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА имени С. М. КИРОВА

Том 214

1977

ИОДИРОВАНИЕ ХЛОРАНГИДРИДОВ КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

А. Н. НОВИКОВ, П. И. СИЯНКО

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

Работа поставлена с целью распространения метода прямого иодирования ароматических соединений, разработанного Б. В. Троновым и А. Н. Новиковым [1, 2], на производные жирных кислот. Прямому иодированию в присутствии серно-азотной смеси были подвергнуты хлорангидриды уксусной, пропионовой и масляной кислот. При этом получены соответствующие α -йодпроизводные кислот. α -йодпроизводные жирных кислот, по литературным данным, получают действием JCl на хлорангидриды кислот [3], KJ на соответствующие хлорпроизводные кислот [4, 5] с выходами 30—75%, а также прямым иодированием ангидридов кислот в смеси дымящих азотной и нитрозилсерной кислот с выходами 15—40% [6]. В последующие годы появились патенты по получению йодуксусной кислоты: галоидированием уксусной кислоты в пламени [7], реакцией кетена с JCl [8]. Выходы кислоты не указаны.

Экспериментальная часть

Синтезы проводили в колбе, снабженной мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой. В нее последовательно загружали йод, серную кислоту d 1,83, которую в некоторых случаях исключали, хлорангидрид кислоты. Смесь нагревали на бане до 50—60°C и при интенсивном перемешивании в течение часа добавляли по каплям азотную кислоту d 1,4. После того, как система становилась прозрачной, желтого цвета, медленно добавляли 10 мл воды и перемешивали еще 10 мин. Далее смесь обрабатывали трижды хлороформом, вытяжки сушили плавленным хлористым кальцием. После отгонки хлороформа смесь кислот разделяли вакуумной перегонкой. При охлаждении йодпроизводные кислот кристаллизовали, кристаллы промывали петролейным эфиром (фракция 40—60°C) и отфильтровывали. Продукты перекристаллизовывали из петролейного эфира. Условия и результаты синтезов сведены в таблицу. Выходы веществ рассчитаны на взятый в реакцию йод.

Выводы

1. Метод прямого иодирования ароматических соединений распространен на хлорангидриды жирных кислот.
2. Прямым иодированием хлорангидридов уксусной, пропионовой, водные уксусной, пропионовой и масляной кислот с выходами 55, 45, 40%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Б. В. Тронов, А. Н. Новиков. Изв. ВШ. Хим. и хим. технолог., 3, 872, 1960.
 2. А. Н. Новиков, В. Т. Слюсарчук, ЖОХ, 37, 1323, 1967.
 3. В. Зернов, Ж. Р. Физ-хим. общ., 32, 804—819, 1901.
 4. И. Губен. Методы орг. хим. 3, 447, 1935.
 5. Fukui, Kitano, Yoshimura; японск. пат. 4322, 1958; РЖХим. 48799 II, 1960.
 6. P. S. Varma, V. T. S. Menon, J. Ind. Chem. Soc. 10, 592, 1933, Chem. Zbl. 1, 2105, 1934.
 7. Cleaver C. S. Патент США. 2833822, 1958 г., РЖХим. 10л94, 1961.
 8. Schnizer A. W. Патент США. 2820057, 1958 г., РЖХим. 49427II, 1959.
-