

СИНТЕЗ ИЗОПРОПИЛОВОГО ЭФИРА 2'-ФОРМИЛДИФЕНИЛ-2-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ

И. Л. ХАЛФИНА

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

Биологические испытания ряда сложных алкиловых эфиров 2'-формилдифенил-2-карбоневой кислоты показали, что некоторые из них, в частности, изопропиловый эфир, синтезированный нами ранее [1], проявляет высокую фунгицидную активность.

Целью данной работы являлось изучение условий, при которых достигается хороший выход изопропилового эфира 2'-формилдифенил-2-карбоневой кислоты. В качестве катализатора реакции этерификации были испробованы серная, ортофосфорная кислоты, а также газообразный хлористый водород.

Результаты опытов приведены в таблице.

№ серии опытов	Катализатор	Температура реакции	Время реакции (час)	Молярное соотношение спирта и кислоты	Средний выход эфира %
1	HCl газообразный	82,2	6	2:1	34,6
2	H ₃ PO ₄	82,2	6	2:1	43,8
3	H ₂ SO ₄	82,2	6	2:1	50

Было исследовано также влияние на выход эфира количества катализатора и времени этерификации.

Результаты представлены на рисунках 1 и 2.

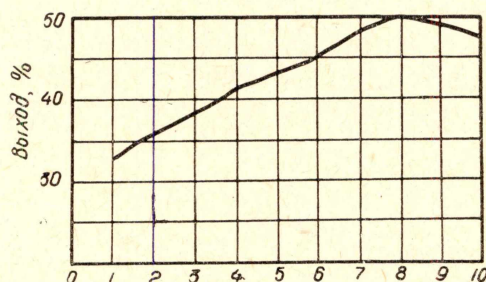


Рис. 1. Зависимость выхода эфира от количества катализатора.

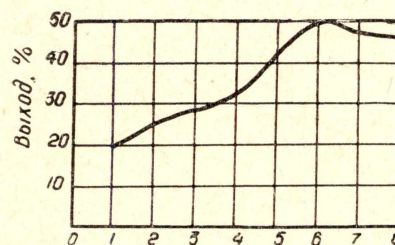


Рис. 2. Зависимость выхода эфира от времени реакции.

Опыты показали, что изопропиловый эфир 2'-формилдифенил-2-карбоневой кислоты может быть получен с 50%-ным выходом, если про-

водить этерификацию в течение шести часов в присутствии серной кислоты, взятой в количестве 8%, считая на избыток введенного в реакцию изопропилового спирта [2]. Дальнейшее увеличение количества серной кислоты и времени реакции приводит к снижению выхода продукта.

Результаты опытов показали также, что для успешного осуществления реакции можно использовать двухкратный избыток изопропилового спирта по сравнению со взятой в реакцию кислотой.

Ряд сложных алкиловых эфиров 2'-формилдифенил-2-карбоновой кислоты, синтезированный нами в аналогичных условиях, получался с высокими выходами.

Экспериментальная часть

Исходные реагенты. 2'-формилдифенил-2-карбоновая кислота получалась гидролизом конечного продукта озонирования технического фенантрена 3,8-диметокси-4, 5, 6, 7-добензо-1, 2-диоксициклооктана и имела т. пл. 131—132°.

Изопропиловый эфир 2'-формилдифенил-2-карбоновой кислоты, 10 г кислоты, 6,8 мл изопропилового спирта и 0,23 мл конц. серной кислоты вносилось в колбу с обратным холодильником. Содержимое колбы нагревалось на водяной бане в течение шести часов. Через 15 минут после начала нагревания кислота полностью растворялась и реакция проводилась при температуре кипения изопропилового спирта. По окончании нагревания масса выливалась в стакан с водой; образовавшийся маслянистый осадок отделялся, промывался водой и 10%-ным раствором едкого натра. Затвердевший продукт светло-коричневого цвета отфильтровывался и перекристаллизовывался из разбавленного изопропилового спирта. Выход продукта 5,92 г (50% от теоретического) с т. пл. 78°.

Выводы

1. Исследовано влияние условий на выход изопропилового эфира 2'-формилдифенил-2-карбоновой кислоты.

Показано, что в оптимальных условиях эфир может быть получен с выходом 50% (от теоретического).

ЛИТЕРАТУРА

1. А. Г. Печенкин, И. Л. Халфина. Журнал ВХО им. Менделеева, т. 8, № 6, 703, 1963.
 2. E. Fischer, Speier, Ber. 28, 3252, 1895.
-