

индекс 3624

ЕФИ-706(21)-84

---

ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
ИНФОРМАЦИИ И ТЕХНИКО-ЭКОНОМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ  
ПО АТОМНОЙ НАУКЕ И ТЕХНИКЕ

---

С.А. ВАРТАНЯН, К.О. МЕЛКОНЯН, С.Х. ТАРУМЯН

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ  $\alpha$  - ОКСИ,  $\alpha$  - МЕТИЛ МАСЛЯНОЙ  
КИСЛОТЫ



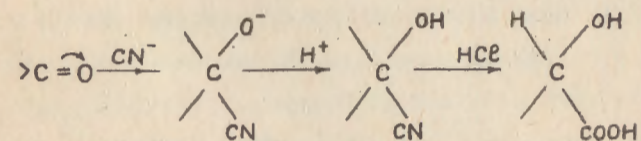
ЕРЕВАНСКИЙ ФИЗИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

ЕРЕВАН-1984

Известно, что в результате кислого или щелочного гидролиза соответствующего циангидрина получается  $\alpha$ -окси,  $\alpha$ -метил масляная кислота [1], [2], [3].

В настоящей работе с целью синтеза  $\alpha$ -окси,  $\alpha$ -метил масляной кислоты мы присоединяем цианистый водород к карбонил-содержащим соединениям в результате нуклеофильной атаки положительно поляризованного атома углерода; продуктом реакции является циангидрин.

Гидролиз последнего в избытке концентрированной HCl приводит к образованию  $\alpha$ -окси,  $\alpha$ -метил масляной кислоты.



## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В колбу 3 (см.схему) емкостью 1 л, погруженную в масляную баню с постоянной температурой 120 °С, засыпают 115 г  $K_4[Fe(CN)_6]$  и через обратный холодильник 5 пропускают воду ( $t = 30-35$  °С). К нагретой соли через капилляр 4 по каплям прибавляют 168 мл 40% серной кислоты в течение 4 часов. Пары синильной кислоты проходят через пустую ловушку 6, помещенную в баню с теплой водой (30-35 °С) с тем, чтобы HCN не конденсировался. Затем, проходя последовательно через хлор - кальциевые трубки 7,8, погруженные также в теплые бани, попадают в резервный уловитель 9, а затем в последовательно присоединенные поглотители 10,11, в которые заранее было засыпано 0,5 г соли KCN (измельченной) и метилэтилкетон в количестве 140 г.

Не вступившие в реакцию следы синильной кислоты после поглотителя проходят через поглотитель Тищенко, залитый 40% раствором едкого натрия. Свободный конец склянки Тищенко присоединяют к слабо включенному водоструйному насосу. Полученный таким образом технический циангидрин без всякой обработки заливают в поллитровую колбу, к нему прибавляют 117 мл HCl и смесь с включенным обратным холодильником оставляют на ночь в водяной бане. Затем эту смесь кипятят на протяжении 6 часов на водяной бане. Образовавшуюся гетерогенную систему отфильтровывают в фарфоровую чашку и на водяной бане выпаривают досуха. Сухой продукт переносят в литровую, круглодонную колбу, заливают гексаном 600-700 мл и кипятят с включенным обратным холодильником 3 часа. Прозрачный гексановый раствор декантируют

в стакан, где после охлаждения выпавшие абсолютно чистые игольчатые кристаллы  $\alpha$ -окси,  $\alpha$ -метил масляной кислоты отфильтровывают и высушивают на воздухе. Отработанным гексаном вновь заливают остаток в колбе и процесс этот повторяют до полного прекращения образования кристаллов. Выход масляной кислоты составляет 35-40% от веса метилэтилкетона. Кристаллический продукт масляной кислоты имеет т.пл.73°, степень чистоты - 99,5%.

### Заклучение

Разработан доступный способ получения  $\alpha$ -окси,  $\alpha$ -метил масляной кислоты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Корсон Б.Б. и сотр. Превращение циангидрина бензальдегида в миндальную кислоту. В сб.: Синтезы органических препаратов. М.: ИЛ, 1949, т.1, с.270.
2. Беккер Г., Бергер В., Домшке Г. и др. В кн.: «Органикум». Практикум по органической химии. М.: Мир, 1979, т.2, с.133.
3. Вейганд-Хильгетаг. Циангидриновые синтезы. В кн.: Методы эксперимента в органической химии. М.: Химия, 1969, с.717-718

Рукопись поступила 19 января 1984 г.

Редактор Л.П.Мукаян  
Тех. редактор А.С.Абрамян

Заказ 554

ВФ-04139

Тираж 299

Препринт ЕФИ

Формат издания 60x84/16

Подписано к печати 28/III-84г. 0,5 уч.-изд.л. Ц. 8 к.

Издано Отделом научно-технической информации  
Ереванского физического института, Ереван, 36, Маркаряна 2