

С-ИЗОПРОПИЛИРОВАНИЕ АЦЕТАНИЛИДА

В. Г. Чехута, О. И. Качурин, З. А. Охрименко, Н. М. Пименова

Ранее сообщалось [1], что изопротипирование ацетанилида в среде концентрированной серной кислоты приводит к получению 2, 4, 5-триизопротипилацетанилида. Продукты моно- и диизопротипирования авторами не обнаружены. Нами изучено алкилирование ацетанилида изопротипиловым спиртом в среде 80—90 %-ной серной кислоты при 293—333 К и соотношении субстрат : спирт : серная кислота 1 : 4 : 40.

Данные по изопротипированию ацетанилида в 80 %-ной серной кислоте при 333 К приведены в таблице. В результате реакции образуется сложная смесь моно-, ди-, триизопротипилпроизводных. На стадии монозамещения наблюдается преимущественно параориентация, в отличие от преобладающей метаориентации при алкилировании анилина в тех же условиях [2].

Изопротипирование ацетанилида в 80 %-ной серной кислоте при 333 К

t, кс	Конверсия субстрата, %	Мольнодолевой состав алкилата, %						
		Моноизопротипилацетанилиды			Диизопротипилацетанилиды			2, 4, 5-Триизопротипилацетанилиды
		орто-	пара-	мета-	3,4-	2,5-	2,6-	
3,6	41,1	15,6	43,8	11,2	7,0	12,9	6,8	2,7
10,8	86,0	9,0	32,7	6,3	10,5	16,6	10,6	14,3
14,4	99,3	2,4	8,8	1,9	14,0	32,2	7,8	32,9

Раздельно готовили растворы 0,01 моля субстрата и 0,04 моля алкилирующего агента, каждый в 15 см³ концентрированной серной кислоты. Сливали, перемешивали встряхиванием и выдерживали смесь в термостате при 333 К. Реакционную массу разбавляли водой (50 см³), нейтрализовали водным раствором аммиака до рН 9 и трижды экстрагировали хлористым метиленом (по 2 см³). Объединенный экстракт сушили безводным Na₂SO₄ и использовали для анализа методом газожидкостной хроматографии. ГЖХ-анализ проводили на хроматографе ЛХМ-8МД, модель 5, с пламенно-ионизационным детектором. Колонка 3 м×3 мм с 10 % СКТФВ и 2 % смазки 3 на хромосорбе W (120—140 меш). Газ-носитель — гелий, температура анализа 473 К.

1. Ясуэ, Судзюки, Гото. Об алкилировании ацетанилида.— Натоя сирицу дайтаку якутикубу киё, 1957, № 5, с. 48—54; РЖ Химия, 1958, 64424.
2. Зеркаленков А. А., Чехута В. Г., Качурин О. И. Кинетика и начальная ориентация при алкилировании анилина пропанолом-2 в среде концентрированной серной кислоты.— Журн. Всесоюз. хим. о-ва, 1977, 22, № 4, с. 464—465.

Институт физико-органической химии и углекислоты
АН УССР, Донецк

Поступила
16.22.82