

Экспериментальная часть

Исходные 1,1,6,6-тетрахлор- (Ia) и 1,1,6,6-тетрахлор-2,5-диметил-1,5-тексадиены (Iб) получены по [1]. НУК— по реакции перекиси водорода с уксусной кислотой в присутствии серной кислоты с перегонкой смеси при 27—30°/17 мм. ГЖХ анализы проведены на приборе ЛХМ-72 (10% силиконовый Е-301 на ЕрЛАНС $C_{18}A_{10}$, $L=2$ м, $t=150-200^\circ$, $He=60$ мл/мин, детектор по теплопроводности). ИК спектры сняты на приборе UR-20 в тонком слое вещества.

Окисление бис-гем-дихлорвиниловых соединений надуксусной кислотой. α,α' -Дихлорадипиновая кислота (IIa). К 19,8 г Ia при перемешивании добавляют 33% уксуснокислый раствор НУК (за 30 мин температура реакционной смеси повышается до 70°), охлаждают и оставляют при комнатной температуре 2 ч, затем нагревают до 40—45° и при этой температуре перемешивают 15 ч. Отгоняют уксусную кислоту, а из остатка горячей водой экстрагируют α,α' -дихлорадипиновую кислоту. Из теплового раствора при стоянии выпадают кристаллы, которые отфильтровывают и сушат при 110—120° до постоянного веса. Вес кристаллов 5 г, т. пл. 180—182°. Маточный раствор упаривают, к оставшейся густой массе добавляют эфир и отфильтровывают кристаллы (3,5 г), т. пл. 144—145°. Вещества с т. пл. 144—145 и 180—182° имеют один и тот же элементный состав. Найдено %: С 33,40; Н 4,01; Cl 33,36. $C_6H_8Cl_2O_4$. Вычислено %: С 33,48; Н 3,72; Cl 33,02.

По литературным данным [3], т. пл. рацемата dl- α,α' -дихлорадипиновой кислоты 145°; т. пл. мезо- α,α' -дихлорадипиновой кислоты 186°. Общий выход α,α' -дихлорадипиновой кислоты 8,5 г (44%).

α,α' -Диметил- α,α' -дихлорадипиновая кислота. Опыт и обработку проводят аналогично предыдущему. Из 20,2 г Iб получают 6,8 г (35%) IIб с т. пл. 175° (вода) [2]. Найдено %: С 30,22; Н 5,15; Cl 29,65. $C_8H_{12}Cl_2O_4$. Вычислено %: С 39,50; Н 4,94; Cl 29,28.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. М. Шахназарян, Ш. Л. Шахбатян, Арм. хим. ж., 31, 236 (1978).
2. Т. А. Кост, Р. Х. Фрейдлина, Изв. АН СССР, сер. хим., 1967, 2715.
3. W. Treibs, H. Walther, Ber., 88, 396 (1955).
4. Г. М. Шахназарян, Арм. хим. ж., 27, 111 (1974).