

ДЕГИДРОХЛОРИРОВАНИЕ ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КАТАЛИЗАТОРОВ МЕЖФАЗНОГО ПЕРЕНОСА

VII. ДЕГИДРОХЛОРИРОВАНИЕ 1,4-ДИХЛОР-2-БУТЕНА В ВИНИЛАЦЕТИЛЕН

С. М. МИРАКЯН, Н. М. ДАВТЯН, Э. М. АРАКЕЛЯН и
Г. А. ЧУХАДЖЯН

Научно-производственное объединение «Наирит», Ереван

Поступило 15 VII 1981

Ранее было показано, что водный раствор едкого натра или карбоната натрия в присутствии каталитических количеств катамина АБ дегидрохлорирует 1,4-дихлор-2-бутен (1,4-ДХБ) в 1-хлор-1,3-бутадиен [1].

Целью настоящей работы является изучение реакции дегидрохлорирования 1,4-ДХБ в винилацетилен (ВА). Данный путь получения ВА представляет интерес, т. к. исключает необходимость двухстадийного дегидрохлорирования 1,4-ДХБ в ВА [2].

Дегидрохлорирование 1,4-ДХБ осуществлено 20—50% водными растворами щелочи при соотношении 1,4-ДХБ и щелочи 1: 4—5 (табл.).

Таблица

Дегидрохлорирование 1,4-ДХБ водной щелочью в присутствии катамина АБ

Концентрация раствора щелочи, %	Количество компонентов, моли		Температура реакционной среды, °С	Время проведения реакции, ч	Выход, %
	1,4-ДХБ	щелочь			
50КОН	0,05	0,4	100—110	5,5	70
50КОН	0,05	0,5	100—110	5	70
40КОН	0,05	0,4	100—110	6	68
20КОН	0,05	0,4	100	6	43
50NaOH	0,05	0,4	100—110	5,5	73
20NaOH	0,05	0,4	100	6	50

Как видно из данных таблицы, выход целевого продукта 70—73%. Снижение концентрации щелочи приводит к уменьшению выхода ВА.

Таким образом, на основании полученных данных нами предложен одностадийный способ получения ВА дегидрохлорированием 1,4-ДХБ водной щелочью в присутствии катализатора межфазного переноса.

Экспериментальная часть

Смесь 0,05 моля 1,4-ДХБ, 0,04—0,05 моля 20—50% водного раствора щелочи и 8 г 50% водного раствора катамина АБ нагревалась при 100—110° 5—6 ч. Через 1,5—2 ч наблюдалось выделение ВА, который конденсировался в ловушке при—70°. Данные приведены в таблице.

Л И Т Е Р А Т У Р А

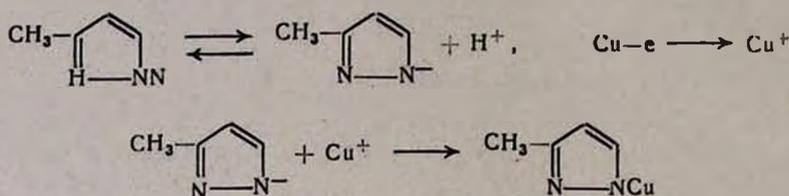
1. А. Е. Калайджян, И. М. Ростомян, К. А. Кургиян, Г. А. Чухаджян, Арм. хим. ж., 33, 57 (1980).
2. С. М. Миракян, Н. М. Давтян, Э. М. Аракелян, Г. А. Чухаджян, А. А. Ахназарян, Арм. хим. ж., 35, 131 (1981).

УДК 541.138.2.247

ЭЛЕКТРОСИНТЕЗ 3(5)-МЕТИЛПИРАЗОЛАТА МЕДИ (I)

Известно, что химическим методом из 3(5)-метилпиразола получают только полихелат двухвалентной меди.

В настоящем сообщении приводятся данные по электрохимическому методу синтеза 3(5)-метилпиразолата одновалентной меди в метанольном растворе.



С этой целью в электролитическую ячейку емкостью 42 мл, загруженную абс. метанолом, помещали электродный пакет, состоящий из чередующихся анодных и катодных медных пластин, скрепленных вместе и изолированных друг от друга прокладками из тефлона, с рабочей поверхностью 0,7 дм², затем прикапывали 0,9 моль/л 3(5)-метилпиразола с одновременным включением постоянного электрического тока. Электролиз проводили при плотности тока 1,0 А/дм², напряжении на электродах 2,7—3,0 В и температуре 20—22°. Количество электричества 0,4 А·ч, выход 60%. В процессе реакции конечный продукт осаждается на дне ванны, отфильтровывается, промывается метиловым спиртом и высушивается при 30—40° в вакууме 10 мм рт ст. Получается порошок светло-зеленого цвета с температурой разложения 315°. В ИК спектрах обнаружены С-Н (3130 см⁻¹), С=C, С=N (1510, 1565 см⁻¹) связи. Полоса N-H отсутствует. Найдено %: N 20,0; Cu 42,98. Вычислено %: N 19,37; Cu 43,94.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Авт. свид. СССР № 602512 (1978), Бюлл. изобр. № 14, 1978.

Н. М. АРАКЕЛЯН,
С. А. ПАПЯН,
С. Е. ИСАБЕКЯН

Институт органической химии
АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 19 VI 1981