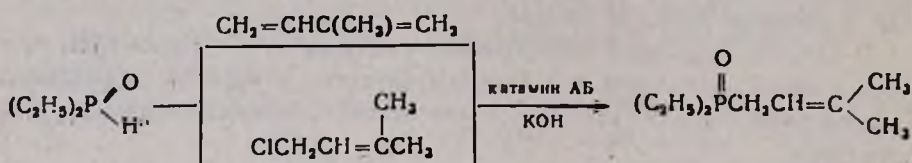


АЛКИЛИРОВАНИЕ ДИЭТИЛФОСФИНИСТОЙ КИСЛОТЫ
В ДВУХФАЗНОЙ КАТАЛИТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ

Ранее нами были разработаны удобные способы алкилирования фосфинов и диалкилфосфитов с применением катамина АБ и аллилгалогенидов [1, 2]. Реакции проводились в системах жидкость—жидкость и жидкость—твердое тело, соответственно.

В настоящей работе установлено, что диэтилфосфинистая кислота успешно алкилируется изопреном в системе жидкость—жидкость в присутствии каталитических количеств катамина АБ с образованием диэтил- γ,γ -диметиаллилфосфиноксида с выходом 46%. Строение продукта установлено с помощью данных ИК спектра, а также его идентичностью (ГЖХ и ТСХ) с продуктом алкилирования диэтилфосфинистой кислоты— γ,γ -диметиаллилхлоридом в системе жидкость—твердое тело.



Алкилирование диэтилфосфинистой кислоты изопреном. К смеси 9 г (0,085 моля) диэтилфосфинистой кислоты, 7,3 г (0,13 моля) 50% водного раствора едкого кали, 3 г катамина АБ в течение 20 мин при охлаждении прикапывали раствор 11,6 г (0,17 моля) изопрена в 20 мл ТГФ. Перемешивание продолжали в течение 3 ч при комнатной температуре. ТГФ удалили в вакууме водоструйного насоса, остаток экстрагировали эфиром, высушили и перетнали. Получено 6,8 г (46%) диэтил- γ,γ -диметиаллилфосфиноксида с т. кип. $106^\circ/2$ мм. По данным ГЖХ, вещество индивидуально. Найдено %: С 62,12; Н 10,84; Р 17,74. $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{PO}$. Вычислено %: С 62,07; Н 10,92; Р 17,82. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1650 (C=C), 1260 (P=O). ТСХ на силуфол, гептан : вода : уксусная кислота : изобутиловый спирт, 1 : 1 : 2 : 5. R_f 0,62.

Алкилирование диэтилфосфинистой кислоты γ,γ -диметиаллилхлоридом. К смеси 2,3 г (0,041 моля) порошкообразного едкого кали, 1,7 г катамина АБ и 4,4 г (0,04 моля) γ,γ -диметиаллилхлорида при 65° в течение 30 мин прикапывали 4,2 г (0,039 моля) диэтилфосфинистой кислоты в 10 мл бензола. Получено 3,6 г (52,9%) диэтил- γ,γ -диметиаллилфосфиноксида, идентичного с полученным в предыдущем опыте (ГЖХ, ТСХ).



Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Р. А. Хачатрян, С. В. Саядян, Г. А. Мкртчян, М. Г. Инджикян, Арм. хим. ж., 34, 334 (1981).
2. Р. А. Хачатрян, С. В. Саядян, А. М. Торгомян, М. Г. Инджикян, Арм. хим. ж., 34, 889 (1981).

Р. А. ХАЧАТРЯН,
С. А. ОВСЕПЯН,
Р. К. ЛУЛУКЯН,
М. Г. ИНДЖИКЯН

Институт органической химии
АН Армянской ССР, Ереван
Армянский филиал ВНИИ „ИРЕА“, Ереван

Поступило 28 III 1983