

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

М. Т. Дангян, Р. А. Мегроян и Г. А. Мусахавян

Получение амида изокапроновой кислоты

(Представлено Г. Х. Бунятяном 28 V 1945)

Настоящая работа является продолжением изучения реакции дициандиамида с безводными одноосновными жирными кислотами.

В предыдущей статье (1) было описано получение амидов уксусной пропионовой п-масляной, п-валериановой и изовалериановой кислот. Согласно полученным данным выход амида увеличивается с увеличением молекулярного веса взятой в реакции кислоты.

Целью настоящей и последующих работ является установление общности данной реакции дициандиамида с жирными кислотами, выяснение зависимости между взятой в реакцию кислотой и выходом соответствующего амида и усовершенствование найденного метода получения амидов жирных кислот путем их взаимодействия с дициандиамидом.

Экспериментальная часть. Опыт № 1. Смесь, состоящая из 3 г дициандиамида и 12,3 г изокапроновой кислоты, нагревалась в круглодонной колбе, снабженной тубусом и обратным воздушным холодильником в течение 8—9 часов при температуре 195—210° С (термометр находился в реакционной смеси).

При нагревании содержимое колбы превратилось в мутную жидкость и в дальнейшем образовался новый белый осадок. По окончании реакции содержимое колбы при охлаждении затвердело. Реакция сопровождалась выделением белого дыма, который при охлаждении образовал на стенках воздушного обратного холодильника белое кристаллическое вещество весом в 1,1 г.

Охлажденный продукт реакции подвергли вакуум-перегонке. Перегон 11 г полностью закристаллизовался в холодильнике. Не перегнанная масса в колбе весила около 3 г.

После перекристаллизации перегона из горячего бензола было получено 8,5 г чистого амида изокапроновой кислоты.

Выход 66,6% теоретического при расчете на изокапроновую кислоту, взятую в реакции.

Опыт № 2. В реакцию было взято 3,2 г дициандиамида и 12 г изокапроновой кислоты. Реакционная смесь нагревалась в течение 6 часов при температурном интервале 200—208° С, в круглодонной колбе, снабженной тубусом и воздушным холодильником.

При нагревании на стенках воздушного холодильника, как и при первом опыте, собралось 1,1 г кристаллического вещества, которое не растворялось в бензоле и эфире, но хорошо растворилось в холодной воде.

При охлаждении реакционный продукт затвердел в белую кристаллическую массу. Содержимое колбы растворили в хлороформе. После фильтрации нерастворимый осадок составлял 2 г, из фильтрата-же после выпаривания хлороформа был получен амид изокапроновой кислоты в виде мелких кристаллов желтоватого цвета.

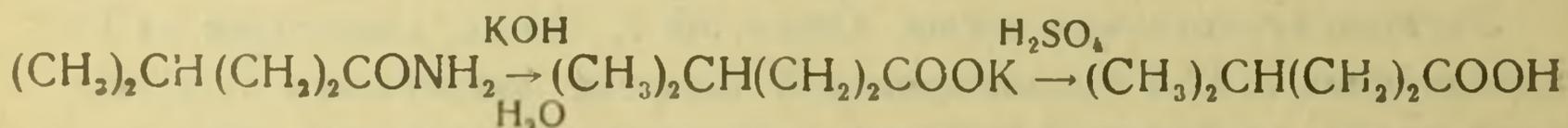
Для получения чистого продукта амид два раза перекристаллизовался из горячего бензола. Очищенный амид изокапроновой кислоты весил 10 г.

Выход 83,3% теоретического при расчете на изокапроновую кислоту, взятую в реакции.

Нерастворенная часть реакционной массы не растворилась в хлороформе и в других испытанных органических растворителях.

Идентификация амида. Амид изокапроновой кислоты представляет собой белое кристаллическое вещество с температурой плавления 117° С, плохо растворимое в холодном бензоле и воде, хорошо растворимое в хлороформе, горячем бензоле и горячей воде. Кипит при 250° С (давл. 676 мм).

Амид изокапроновой кислоты по нижеприведенной схеме был превращен в изокапроновую кислоту.



Выводы. При действии на дициандиамид изокапроновой кислоты образуется амид изокапроновой кислоты с выходом 83,3% теоретического.

Химический Институт
Академии Наук Арм. ССР
Ереван, 1945, март.

Մ. Տ. ԴԱՆՂՅԱՆ, Զ. Ա. ՄԵՂՐՈՅԱՆ և Գ. Ա. ՄՈՒՍԱԽԱՆՅԱՆ

Իզոկապրոնամիդի ամիդի ստացումը

Դիցիանդիամիդի վրա իզոկապրոնաթթու ազդելիս ստացվում է իզոկապրոնաթթվի ամիդը՝ 83,3% տեսական ելքով:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. М. Т. Дангян. Изв. АрмФАН, № 9—10 (23—24), стр. 62, 1942.