



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 05.02.81 (21) 3275764/23-04

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.11.82. Бюллетень № 43

Дата опубликования описания 23.11.82

(11) 975713

(51) М. Кл.³

C 07 F 9/38

(53) УДК 547.341.

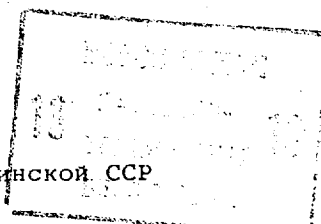
.07(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Г.К.Федорова и Л.Г.Ананьева

(71) Заявитель

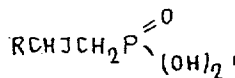
Институт органической химии АН Украинской ССР



(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ β -ИОДАЛКИЛФОСФОНОВЫХ КИСЛОТ

1

Изобретение относится к химии фосфорорганических соединений, а именно к новому способу получения β -иодалкилфосфоновых кислот общей формулы



где R - водород или алкил, которые могут найти применение как регуляторы роста растений, а также как полупродукты фосфорорганического синтеза.

Известен способ получения β -иодалкилфосфоновых кислот взаимодействием β -хлоралкилфосфоновых кислот с избытком иодистоводородной кислоты при кипении реакционной смеси. Выход целевых продуктов достигает 60-70% [1].

К недостаткам этого способа следует отнести труднодоступность β -хлоралкилфосфоновых кислот, связанную с многостадийностью их получения и необходимостью очистки, а также сравнительно невысокий выход целевых продуктов.

Целью изобретения является упрощение процесса и повышение выхода целевых продуктов.

2

Поставленная цель достигается способом получения β -иодалкилфосфоновых кислот, заключающимся в том, что дихлорангидрид β -хлоралкилфосфоновой кислоты подвергают взаимодействию с иодистоводородной кислотой при мольном соотношении реагентов 1:2-3,6 при кипении реакционной смеси. Выход целевых продуктов 80-93%.

Предлагаемый способ получения β -иодалкилфосфоновых кислот упрощает процесс за счет использования более доступных дихлорангидридов β -хлоралкилфосфоновых кислот, устранения необходимости получения β -хлоралкилфосфоновых кислот и их выделения, а также повышает выход целевых продуктов на 20-30% по сравнению с известным способом. Согласно предлагаемому способу используют 57%-ную иодистоводородную кислоту, ее избыток после взаимодействия отгоняют и очищают целевой продукт путем промывания сернистой кислотой с последующим переосаждением из серного эфира петролейным эфиром или из бензольного раствора деканом. Способ получения β -иодалкилфосфоновых кислот позволяет одновременно реализовать гидролиз хлорангидридных атомов хло-

5

10

15

20

25

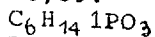
30

ра и замещение атомов хлора на атом иода в углеводородном радикале.

Пример 1. Смесь 0,2 моль дихлорангидрида β -хлоргексилфосфоновой кислоты и 100 мл 57%-ной иодистоводородной кислоты кипятят с обратным холодильником в течение 20 ч. Избыток иодистоводородной кислоты отгоняют из реакционной смеси. Остаток растворяют в 50 мл эфира, эфирный раствор промывают насыщенным раствором сернистой кислоты (5x10 мл) до обесцвечивания, сушат сульфатом натрия и упаривают. Остаток β -иодгексилфосфоновую кислоту, очищают переосаждением из эфирного раствора петролейным эфиром и сушат в вакууме масляного насоса.

Выход β -иодгексилфосфоновой кислоты 93%, т.пл. 64-66°C. Температура плавления смешанной пробы с β -иодгексилфосфоновой кислотой, полученной по известному способу, не дает депрессии.

Найдено, %: С 24,98, Н 4,75, Р 10,43, J 43,59.

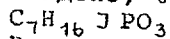


Вычислено, %: С 24,65; Н 4,79; Р 10,61; J 43,49.

ИК-спектр: 600 cm^{-1} (С-1), 1265 cm^{-1} (Р=0), 2700 cm^{-1} (Р-ОН).

Пример 2. β -Иодгептилфосфоновую кислоту получают аналогично β -иодгексилфосфоновой кислоте из дихлорангидрида β -хлоргептилфосфоновой кислоты и 57%-ной иодистоводородной кислоты (соотношение дихлорангидрида β -хлоргептилфосфоновой кислоты и НJ в молях 1:3,5). Выход 90%, т.пл. 66-67°C. Температура плавления смешанной пробы с β -иодгептилфосфоновой кислотой, полученной по известному способу, не дает депрессии.

Найдено, %: Р 9,88; J 41,18.



Вычислено, %: Р 10,13, J 41,50.

Пример 3. β -Иодгептилфосфоновую кислоту получают аналогично тому, как описано в примере 2. Соотношение дихлорангидрида β -хлоргептилфосфоновой кислоты и НJ 1:2. Выход β -иодгептилфосфоновой кислоты 86%. Идентифицирована по температуре плавления смешанной пробы.

Пример 4. Смесь 0,03 моль дихлорангидрида β -иодэтилфосфоновой кислоты и 15 мл 57%-ной иодистоводородной кислоты (содержащей 0,11 моль НJ) кипятят в колбе с обратным холодильником в течение 20 ч. Избыток иодистоводородной кислоты отгоняют, кристаллический продукт отфильтровывают, промывают петролейным эфиром и сушат. Выход β -иодэтилфосфоновой кислоты 80%, т.пл. 115-117°C, идентифицирована по температуре плавления смешанной пробы, ИК- и ПМР- спектром с кислотой, полученной ранее.

Формула изобретения

Способ получения β -иодалкилфосфоновых кислот взаимодействием фосфорорганического соединения с избытком иодистоводородной кислоты при кипении реакционной смеси, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса и повышения выхода целевых продуктов, в качестве фосфорорганического соединения используют дихлорангидрид β -хлоралкилфосфоновой кислоты, взятый в количестве 1 моля на 2-3,6 молей иодистоводородной кислоты.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе
1. Федорова Г.К. и др. β -Иодалкилфосфоновые кислоты. Журнал органической химии, 1979, с. 234 (прототип).

Редактор Н.Рогоulich

Составитель Л.Карунина

Техред Л.Пекарь

Корректор С.Шекмар

Заказ 8926/39

Тираж 388

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4