

**2,5 –di – i – PROPOKSİBENZİLTİOLUN SİNTEZİ
VƏ KİMYƏVİ ÇEVRİLMƏLƏRİ****L.M.GÜLƏHMƏDOV, T.M.VƏKİLOVA**

1,4 – Dihidroksibenzolun i-propilbromidlə qələvi mühitdə qarşılıqlı təsirindən 1,4-di-i-propoksibenzol alınmış, paraform və hidrogen xloridin qarışığı ilə işlənilməklə uyğun benzilaloridə çevrilir. Sintez edilmiş 2,5-di-i-propoksibenzilxloridlə tiokarbomidin reaksiyasından 2,5-di-i-propoksibenziltiol alınmışdır. Tiolun mütəhərrik hidrogen atomu sadə karbon turşusunun xloranhidridləri ilə kondesləşərək asiltörəmələri sintez edilmişdir.

Üçboğazlı reaksiya kolbasına 1,25mol 10%-li natrium hidroksid töküüb, üzərinə 0,1 mol hidroxinon əlavə edib 2 saat müddətində su hamamında 50-60⁰ temperaturda sürətlə qarışdırılır. Reaksiya qarışığına damcı qığı vasitəsi ilə ekvimolekulyar miqdarda i-propilbromid verilir. Qarışdırıcının köməyi ilə 5-6 saat müddətində 40⁰-də qarışma davam etdirilir və reaksiya qarışığı soyumağa buraxılır. Benzolda və ya foluolda ekstraksiya edilir, yuxarı təbəqə ayrılır, yuyulur, qurudulur və heksan+spirt qarışığında kristallaşdırılır. Alınan 1,4-di-i-propoksibenzol (1) sonrakı kimyəvi çevrilmələrdə iştirak edir.

Birləşmə (1) hidrogen xlorid və paraforumun təsiri ilə 2,5-di-i-propoksibenzil xloridə (2) çevrilir.

Qarışdırıcı, termometr, əks soyuducu ilə təchiz edilmiş reaksiya kolbasına qazaparıcı boru vasitəsi ilə hidrogen xlorid qazı alınan kolba birləşdirilir. 0,1mol 1,4-di-i-propoksibenzol 300 ml benzolda həll edilərək reaksiya kolbasına tökülür və 20–30 dəqiqə müddətində hidrogen xlorid qazı ilə doldurulur. Qarışdırıcı çox sürətlə fırlanmalıdır ki, sonradan əlavə edilən paraform (0,3 mol) kolbanın dibində qalmasın və reaksiyaya daxil ola bilsin. Bütün hidrogen xlorid qazının verilmə müddətində temperatur 20⁰-dən yuxarı olmamalıdır. Paraform verilib qurtardıqdan sonra iş dayandırılır və yuxarı təbəqədəki maye hissə kolbanın dibində çökmüş hissədən ayrılır. Reaksiya qarışığı yuyulur, ekstraksiya edilir, qurudulur və vakuumda qovulur.

Birləşmə (2) tiokarbamidlə qələvi iştirakında (sonra turşulaşdırılır) 2,5-di-i-propoksibenziltiolla (3) çevrilir. Reaksiya kolbasına 50ml 95%-li spirt, 0,1 mol tiokarbamid, 0,1 mol birləşmə (2) tökülür və 6 saat müddətində su hamamında qaynadılır. Sonra alınan tirronium duzu Büxner qığında süzülür və qələvi ilə işlənir, turşulaşdırılır, 2 saat müddətində su hama-

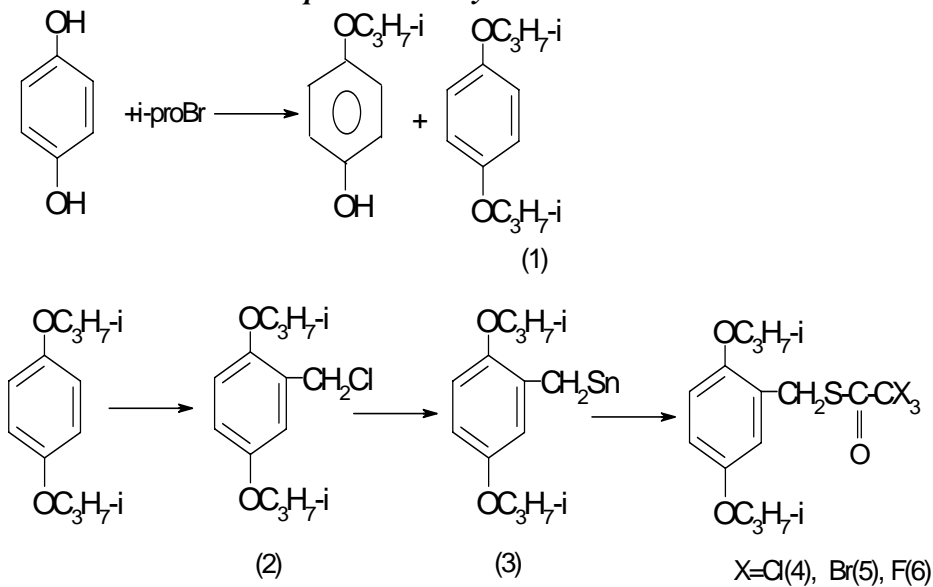
mında qızdırılır.

Reaksiya qurtardıqdan sonra merkaptan hissə ayrılır, vakuumda qovulur.

Birləşmə (3) trixlor-, tribrom-, triflüor sirkə turşusunun xloranhidridləri ilə kondeksləşdirilərək 2,5-di-i-propoksibenziltiotrixlor-asetat (4), 2,5-di-i-propoksibenziltiotribrom-asetat (5) və 2,5-di-i-propoksibenziltiotriflüor-asetat (6) əmələ gətirir.

Reaksiya kolbasına 60 ml benzol, 0,2q piridin və 0,4 mol merkaptan yerləşdirilir. 0°C temperaturda qarışdırmaqla ekvimolekulyar miqdarda trihalogen sirkə turşusunun xloranhidridi əlavə edilir. Sonra reaksiya qarışığı 2 saat müddətində qarışdırılır, 10 dəqiqə müddətində 50°-yə qədər qızdırılır (HCl tam ayrılana qədər). Ekstraksiya edilir, benzol qovulur və məhsul kristallaşdırılır.

Aparılan reaksiyaların sxemi:



Alınan birləşmələrin fiziki-kimyəvi sabitləri öyrənilmişdir:

Birləşmə (1) -1,4-di-i-propoksibenzol ərimə temperaturu 52°C.

Birləşmə (2)- 2,5- di - i -propoksibenzilxlorid ərimə temperaturu 61°C.

Birləşmə (3) - 2,5 – di – i - propoksibenziltiol qaynama temperaturu

112°S/1,5mm, $n_D^{20} = 1.5301$.

Birləşmə (4)-2,5-di-i- propoksibenziltiotrixlorasetat ərimə temperaturu 76 - 77°C.

Birləşmə (5)-2,5-di-i- propoksibenziltiotribrom-asetat ərimə temperaturu 126 -127°C.

Birləşmə (6)-2,5-di-i- propoksibenziltiotriflüorasetat qaynama temperaturu 146 - 147°/1/5mm;

$n_D^{20} = 1.5261$.

NƏTİCƏ

1. 1,4-di-i-propoksibenzoldan uyğun benzil xlorid alınmış və tiokarbamid vasitəsi ilə 2,5 – di – i – propoksibenziltiola çevrilmişdir.
2. 2,5- di – i – propoksibenziltiolla sirkə turşusunun halogenli törəmələrinin xloranhidridləri ilə kondensləşdirilmiş və uyğun asetatlar sintez edilmişdir.
3. Alınan birləşmələrin fiziki-kimyəvi sabitləri müəyyən edilmişdir.

ƏDƏBİYYAT

1. **Гюльахмедов Л.М., Векилова Т.М.** - Синтезы различных S- замещенных производных 2,5 – n – дипропокситнофенола. Тем. сб. науч. тр. АГУ, 1981, с. 35-38.
2. **Гюльахмедов Л.М., Векилова Т.М.** – Синтезы некоторых производных 2,5 – диметоксибензил мерханта. II респ. науч. конф. аспи., вузов Азерб. тез. докл., Баку, 1979, с. 113.
3. **Гюльахмедов Л.М., Векилова Т.М.** – Синтезы и некоторые превращения n- этоксибензил-меркаптана. Уч.зап.АГУ, 1979, с. 32-37.

СИНТЕЗЫ 2,5- di - i -ПРОПОКСИБЕНЗИЛТИОЛОВ И ХИМИЧЕСКИЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ

Л.М.ГЮЛЬАХМЕДОВ, Т.М.ВЕКИЛОВА

АННОТАЦИЯ

Взаимодействием гидрохинона с i- пропилбромидом в щелочной среде синтезирован 1,4 – di-i- пропоксibenзол, который с параформом и хлористым водородом превращен в 2,5 – di - i – пропоксibenзилхлорид. С помощью тиокарбамида из последнего получен соответствующий тиол и с хлорангидридами простейших карбоновых кислот превращен в галогенсодержащие ацетаты.

SYNTHESIS AND CHEMICAL TRANSFORMATIONS OF 2,5-di-i-ETHOXYBENZYL-THIOL

L.M.GULACHMEDOV, T.M.VEKILOVA

ABSTRACT

It has been synthesized the corresponding mono- and diallyl ethers by the interaction of 1,4-dihydroxybenzene with allyl bromide in the alkali sphere. The obtaining ethers were turned to the C – allylation products by the helping of Klayzene conversion. The synthesized products have been separated in the pure form.