

К. С. БОКАРЕВ и Н. Н. МЕЛЬНИКОВ

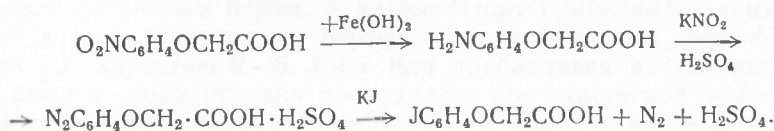
СИНТЕЗ 4-ИОДФЕНОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ, МЕЧЕННОЙ J^{131}

(Представлено академиком С. И. Вольфовичем 22 III 1954)

Среди стимуляторов роста растений и химических средств борьбы с сорняками наибольшее значение для применения в сельском хозяйстве имеют галоидзамещенные феноксиуксусные кислоты и их производные.

С целью изучения поведения веществ такого типа в растениях нами разработан способ получения 4-иодфеноксиуксусной кислоты, меченой радиоактивным J^{131} . Использовать какой-либо из описанных в литературе ($1-3$) способов получения этой кислоты по ряду соображений не представлялось возможным.

Мы остановились на получении ее по следующему циклу реакций:



Выбор метода получения 4-иодфеноксиуксусной кислоты связан был также со сравнительно малым периодом полураспада радиоактивного йода, что вызывало необходимость проведения синтеза в возможно короткий срок. В принятом способе получения 4-иодфеноксиуксусной кислоты введение радиоактивного йода происходит в последней стадии процесса и занимает всего лишь несколько часов. Первоначально вся методика отработана на неактивных препаратах и затем использована для синтеза меченой 4-иодфеноксиуксусной кислоты.

В результате проведенных опытов удалось разработать следующую рецептуру получения 4-иодфеноксиуксусной кислоты, меченой радиоактивным J^{131} .

Получение сернокислой соли 4-аминофеноксиуксусной кислоты. 9,95 г 4-нитрофеноксиуксусной кислоты при перемешивании и нагревании растворяют в 100 мл воды, содержащей 7,9 г $\text{Ba}(\text{OH})_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$. К полученному раствору прибавляют раствор 111 г сернокислого железа ($\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$) в 700 мл воды и горячий раствор 400 г гидрата окиси бария в 800 мл воды. Реакционную смесь перемешивают в течение 30 мин. и осадок отфильтровывают. Фильтрат нейтрализуют серной кислотой по метиловому оранжевому и отфильтровывают выпавший сернокислый барий. Полученный раствор сернокислой соли 4-аминофеноксиуксусной кислоты упаривают досуха и остаток высушивают в эксикаторе над фосфорным ангидридом. Температура плавления соли $186-188^\circ$ с разложением. Выход 5 г (46,2%). Эта соль в литературе не описана.

Найдено %: N 6,86; 6,87
 $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_3\cdot 1/2\text{H}_2\text{SO}_4$: Вычислено %: N 6,48

Получение 4-иодфеноксиуксусной кислоты. 1,62 г сернокислой соли 4-аминофеноксиуксусной кислоты растворяют в 30 мл воды, содержащей 5 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают до 0° и к полученному раствору при хорошем перемешивании в течение 1 часа прибавляют 0,63 г твердого азотистого калия. После прибавления азотистого калия перемешивание продолжают 1 час и раствор фильтруют, фильтрат помещают в колбу Вюрца с капельной воронкой. Отводная трубка колбы Вюрца соединяется через склянку Тищенко, содержащую 20% раствор едкого кали, с водоструйным насосом. В колбу Вюрца при работающем водоструйном насосе прибавляют раствор 1,85 г иодистого калия в 10 мл воды, содержащего J¹³¹, и реакционную смесь нагревают на кипящей бане в течение 2 час.

После охлаждения прибавляют раствор 1 г гипосульфита натрия в 5 мл воды, и осадок почти чистой 4-иодфеноксиуксусной кислоты отфильтровывают и высушивают в эксикаторе над фосфорным ангидридом. Выход 1 г (48,2%). Т. пл. 150°. После перекристаллизации из дихлорэтана т. пл. 155°. По литературным данным чистая кислота имеет т. пл. 154—156° (1).

Институт физиологии растений
им. К. А. Тимирязева
Академии наук СССР

Поступило
17 III 1954

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ C. F. Koelsch, J. Am. Chem. Soc., **53**, 304 (1931). ² N. V. Hayes, G. E. K. Branch, *ibid.*, **65**, 1555 (1943). ³ L. Jurd, Austr. J. Sci. Res., **2A**, 11 (1949).