

## アセチレングライコール類の研究

## (IV) 2.4.7.9-テトラメチル-5-デシン-4.7-ジオールの合成

野 路 末 吉  
平 等 道 夫

## A study of Acetylene glycols

## (PartIV) Synthesis of 2.4.7.9 tetramethyl-5-decine-4.7-diol.

Sueyosi NOZI

Michio HIRATO

We have Synthesized 2.4.7.9-tetramethyl-5-decine-4.7-diol from methyl isobutyl ketone and calcium Carbide Powder in presence of solid caustic kali in Ethyl ether solution. The yield was about 10%

## 前 言

前報に引きつぎ今回は分枝カルボニル体としてメチルイソブチルケトンを用い苛性カリの存在下カルシウムカーバイド末とエチエーテル又はイソピルエーテル中で反応せしめ2.4.7.9-テトラメチル-5-デシン-4.7-ジオール (m.P73~4°C) を合成したので報告する。

## 実 験

本実験に使用した試薬品類は前報記載のものに準じ又反応操作も大体等しい。但しこの場合試薬の添加順序は全部一定しカーバイド末、苛性カリ、溶剤、次ぎにメチルイソブチルケトンとし一定時間、所定温度で攪拌せしめ以下加水分解、濾過、抽出、中和洗滌、精製工程は前報に準じた。なを今回は攪拌時間として磁気攪拌器を使用し連続運転せしめたものを2-3行つて見た。

## 実 験 例

項目 番号	CaC <sub>2</sub> (g)	KOH (g)	M. I. B. K (g)	溶剤 (ml)		反応温度 (°C)	攪拌時間 (hr)	粗製品 (g)	結晶品 (g)	収 率 (%)
				E, E	I. P. E					
1	5.0	5.6	10	50	—	19~21	10	6.6	0.25	2.2
2	5.0	5.6	10	50	—	33~36	10	7.8	(油状)	
3	5.0	5.6	10	50	—	33~35	15	7.5	(油状)	
4	5.0	5.6	10	—	50	54~55	15	8.1	(油状)	
※5	5.0	5.6	10	100	—	17~19	15	6.9	0.3	2.65
※6	9.75	10.36	18.5	100	—	15~17	20	14.0	2.0	9.50
※7	5.0	11.2	10	100	—	15~17	48	6.4	0.1	0.9
8	5.0	5.6	10	50	—	15~17	24	5.4	—	?
9	5.0	5.6	10	50	—	15~16	15	6.8	0.25	3.2
10	5.0	5.6	10	50	—	15~16	15	6.2	0.5	4.4
11	5.0	7.0	11	50	—	22~23	10	6.0	0.5	4.0

※は磁気攪拌器使用のもの：E, Eはエチルエーテル：I, P, Eはイソプロピエール M, I, B, Kはメチルイソブチルケトン。

本物質は白色繊維状結晶，m.P.73~4°C，エチルエーテル，エタノール，石油エーテル，ベンゼン，ジオキサン，四塩化炭素等有機溶媒には可溶性である。

元素分析値，次表の如し。

	理論値(%)	測定値(%)	差(%)	検体量	3,906mg
C	74.29	74.06	-0.23	CO <sub>2</sub>	10.59 mg
H	11.57	11.66	+0.09	H <sub>2</sub> O	4.069mg

### 考 察

ケトン類は苛性アルカリの存在下重縮合が行われることが知られている。特に分枝ケトン体は温度条件，反応時間等によつて，かかる現象が伴われ易く反応生成物は本件の如くエチルエーテルの沸点以上になると油状体のみが生じ或は収率が極く不良となることが見られる。当研究室で行つている対称型ジオールは現在殆んど結晶物として得られている故これを追求している。本反応では比較的温度の低い方が結晶体の生成に好都合であるが収率はこれに比例しない。又反応時間も長くなり過ぎると他の反応を誘起することがあり必ずしもよき結果を与えない。

### 結 言

苛性カリの存在下カルシウムカーバイドとメチルイソブチルケトンを反応せしめて予期されるアセチレンジライコール，2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール（m.P.73~4°C）を収率10%位にて合成した。

### 文 献

- 1) 野路他：富大工紀 11巻（アセチレンジライコール類研究）
- 2) 野路，大沢：富大工紀 本号（アセチレンジライコール類研究）