

ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ ПРОИЗВОДНЫХ ФУРАНА

XXXIX. НЕКОТОРЫЕ АМИДЫ И АМИНЫ РЯДА ФУРАН-2,5-ДИКАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ

А. Л. МНДЖОЯН, А. С. АДЖИБЕКЯН и А. А. САНАСАРЯН

Институт тонкой органической химии АН Армянской ССР

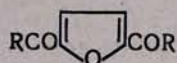
Поступило 15 I 1969

Взаимодействием хлорангидрида фуран-2,5-дикарбоновой кислоты с некоторыми диалкиламиноалкиламины, пиперидином, морфолином и пирролидином получены соответствующие амиды. Амиды гетероциклических аминов восстановлены алюмогидридом лития до аминов.

Табл. 3, библи. ссылок 1.

Ранее был разработан метод синтеза фуран-2,5-дикарбоновой кислоты окислением метилового эфира 5-ацетоксиметилфуран-2-карбоновой кислоты азотной кислотой [1]. Взаимодействием хлорангидрида этой кислоты с гетероциклическими аминами (пиперидин, морфолин, пирролидин) получены соответствующие амиды (табл. 1) и продукты их восстановления (табл. 2) с целью исследования биологических свойств.

Таблица 1

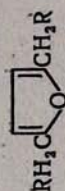


R	Выход, %	Молекулярная формула	Т. пл., °C	А н а л и з, %					
				C		H		N	
				найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено
C ₄ H ₈ NO	78,5	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ O ₅	140—141	57,36	57,10	6,32	6,17	10,10	9,50
C ₅ H ₁₀ N	80,6	C ₁₆ H ₂₂ N ₂ O ₃	128—129	66,24	66,30	7,80	7,63	9,73	9,60
C ₄ H ₈ N	77,8	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ O ₃	191—192	64,31	64,10	7,10	6,90	10,30	10,60

Получены также диалкиламиноалкиламиды фуран-2,5-дикарбонвой кислоты (табл. 3).

В экспериментальной части описываются общие способы получения веществ.

Таблица 2



R	Выход, %	Т. кип., °C/мм	Молекулярная формула	d ₄ ²⁰	n _D ²⁰	MR _D		Анализ, %					
						найденно	вычислено	C		H		N	
								найденно	вычислено	найденно	вычислено	найденно	вычислено
C ₄ H ₈ NO	90,0	171–172/5	C ₁₄ H ₂₂ N ₂ O ₃	1,0202	1,4708	71,05	70,21	63,33	63,10	8,14	8,40	10,46	10,50
C ₅ H ₁₀ N	90,1	173–175/6	C ₁₈ H ₂₆ N ₂ O	1,0041	1,5135	78,61	78,07	73,00	73,23	9,64	9,90	10,90	10,68
C ₄ H ₈ N	91,2	166–167/5	C ₁₄ H ₂₂ N ₂ O	1,0236	1,5102	67,49	67,20	71,40	71,75	11,52	11,28	11,76	11,90

Таблица 3



R	n	Выход, %	Т. кип., °C/мм	Молекулярная формула	Анализ, %					
					C		H		N	
					найденно	вычислено	найденно	вычислено	найденно	вычислено
CH ₃	2	81,1	73°	C ₁₄ H ₂₄ N ₄ O ₃	56,47	56,73	8,10	8,17	18,69	18,81
C ₂ H ₅	2	80,0	263–265/1,5*	C ₁₈ H ₃₂ N ₄ O ₃	61,54	61,33	9,23	9,15	16,01	15,89
CH ₃	3	85,9	236–238/1,5*	C ₁₈ H ₂₈ N ₄ O ₃	59,12	59,24	9,04	8,70	17,42	17,27
C ₂ H ₅	3	78,9	256–257/1,5*	C ₂₀ H ₃₆ N ₄ O ₃	63,32	63,13	9,56	9,53	14,47	14,72

* Вязкие тягучие масла.

Экспериментальная часть

Хлорангидрид фуран-2,5-дикарбоновой кислоты. Смесь 15,6 г (0,1 моля) кислоты и 41,6 г (0,2 моля) пятихлористого фосфора в 150 мл абсолютного бензола кипятят 6 часов. Отгоняют растворитель и хлорокись фосфора, остаток перегоняют в вакууме при 110—111°/3 мм. Отгон при стоянии кристаллизуется и плавится при 80—81°. Выход 16,3 г (85,2%). Найдено %: Cl 36,60. $C_5H_2Cl_2O_3$. Вычислено %: Cl 36,22.

Морфолинил-, пиперидил-, пирролидиламиды фуран-2,5-дикарбоновой кислоты. К раствору 4,8 г (0,025 моля) хлорангидрида фуран-2,5-дикарбоновой кислоты в 30 мл абсолютного бензола медленно приливают раствор 0,054 моля соответствующего амина в 30 мл абсолютного бензола. Кипятят 5—6 часов, отгоняют растворитель и отсасывают выделившийся осадок. Перекристаллизацию производят из бензола (табл. 1).

Амины. К эфирному раствору 7,58 г (0,2 моля) алюмогидрида лития медленно, при перемешивании, прикапывают 0,06 моля соответствующего амида. По окончании, не переставая перемешивать, нагревают на водяной бане 6 часов, дают принять температуру комнаты и при охлаждении колбы льдом приливают 45—50 мл воды. Отфильтровывают, промывают осадок эфиром, эфирный экстракт высушивают прокаленным сульфатом натрия, отгоняют растворитель и остаток перегоняют в вакууме (табл. 2).

Диалкиламиноалкиламины фуран-2,5-дикарбоновой кислоты. К раствору 4,8 г (0,025 моля) хлорангидрида в 50 мл абсолютного бензола медленно, по каплям, приливают раствор 0,06 моля диалкиламиноалкиламина в 50 мл абсолютного бензола. Смесь кипятят 5 часов, отгоняют растворитель и остаток перегоняют в вакууме, за исключением бис-диметиламиноэтиламина, который кристаллизуется. Последний перекристаллизовывают из бензола (табл. 3).

ՀԵՏԱԶՈՏՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐ ՀՈՒՐԱՆԻ ԱՇԱՆՅՅԱԼՆԵՐԻ ԲՆԱԳԱՎԱՌՈՒՄ

XXXIX. ՀՈՒՐԱՆ-2,5-ԵՐԿԿԱՐԲՈՆԱԹՔԻ ՄԻ ՔԱՆԻ ԱՄԻՆՆԵՐ ԵՎ ԱՄԻՆՆԵՐ

Ա. Լ. ՄԵՋՈՅԱՆ, Ա. Ս.ԶԱԶԻՐԵԿՅԱՆ Ե Զ. Ա. ՍԱՊԱՍԱՅԱՆ

Ա. մ փ ո փ ո լ մ

Կենսաբանական հատկություններն ուսումնասիրելու նպատակով ֆուրան-2,5-երկկարբոնաթթվից ստացված են մի քանի հետերոցիկլիկ տեղակալված ամիններ (աղ. 1), իսկ նրանց վերականգնումով համապատասխան ամիններ (աղ. 2): Ստացված են նաև ֆուրան-2,5-երկկարբոնաթթվի դիալիլամինալիլամիններ (աղ. 3):

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. G. Gonis, E. D. Amstutz, J. Org. Chem., 27, 2946 (1962); Сб. „Синтезы гетероциклических соединений“, 7, 62 (1966).