

УДК 547.333+547.315.2.113

Поступило 19 VI 1970

Табл. 2. библ. ссылок 2.

где $R' = \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5$.

Полученные амины охарактеризованы физическими константами, данными элементарного анализа и получением кристаллических производных (пикратов или гидрохлоридов). Все синтезированные амины описываются впервые.

Экспериментальная часть

Получение 1-диметиламино-2,3-дихлор-5-этоксипентена-2 действием водного раствора диметиламина. К 54 г 50%-ного водного раствора диметиламина при охлаждении водой до 20—25° по каплям прибавляли 43,5 г (0,2 моля) 1,2,3-трихлор-5-этоксипентена-2. После 30 часов перемешивания смесь обрабатывали 20%-ным раствором соляной кислоты, масляный слой отделяли, водный экстрагировали эфиром, соединяли с масляным слоем. Из масляного слоя после сушки перегонкой выделили 6,5 г (15%) исходного хлорида. Водный слой обрабатывали поташом, многократно экстрагировали эфиром. Эфирные вытяжки высушивали над едким кали и фракционировкой выделили 31 г (70,1%) 1-диметиламино-2,3-дихлор-5-этоксипентена-2, т. кип. 82—83°/1,5 мм; d_4^{20} 1,0812; n_D^{20} 1,4748.

1-Диметиламино-2,3-дихлор-5-алкоксипентены-2. В раствор 0,2 моля 1,2,3-трихлор-5-алкоксипентена-2 в 100 мл сухого эфира при 20—25° пропускали 30 г газообразного диметиламина в течение 3,5 часов. Реакционную смесь обрабатывали 20%-ным раствором соляной кислоты, эфирный слой отделяли. Из водного слоя обычной обработкой выделяли соответствующие 1-диметиламино-2,3-дихлор-5-алкоксипентены-2. Выходы, физические константы, данные элементарного анализа аминов и их пикратов или гидрохлоридов приведены в таблице 1.

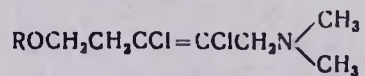
1-Диэтиламино-2,3-дихлор-5-алкоксипентены-2. К смеси 43,8 г (0,6 моля) диэтиламина и 50 мл сухого эфира по каплям прибавляли 0,2 моля 1,2,3-трихлор-5-алкоксипентена-2 и перемешивали 10 часов.

Реакционную смесь обрабатывали 20%-ным раствором соляной кислоты, эфирный слой отделяли. Из водного слоя обычной обработкой выделяли соответствующие 1-диэтиламино-2,3-дихлор-5-алкоксипентены-2. Выходы, физические константы, данные элементарного анализа аминов и их пикратов или гидрохлоридов приведены в таблице 2.

1-Диметиламино-2,3-дихлор-5,5-диметилгексен-2. В смесь 43,1 г (0,2 моля) 1,2,3-трихлор-5,5-диметилгексена-2 и 100 мл сухого эфира при температуре 20—25° пропускали 27 г (0,6 моля) газообразного диметиламина в течение 6 часов. Реакционную смесь обрабатывали 20%-ным раствором соляной кислоты. Из водного слоя обычной обработкой выделили 34,6 г (77,2%) 1-диметиламино-2,3-дихлор-5,5-диметилгексена-2; т. кип. 84—85°/3 мм; d_4^{20} 1,0812; n_D^{20} 1,4775; M_{RD} найдено 60,94, вычислено 61,58. Найдено %: С 53,2; Н 8,3; Cl 31,4. $C_{10}H_{19}NCl_2$. Вычислено %: С 53,5; Н 8,4; Cl 31,6.

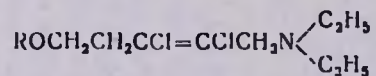
Гидрохлорид, т. пл. 205—206° (из опирта). Найдено %: Cl 41,0. $C_{10}H_{20}NCl_3$. Вычислено %: Cl 40,8.

Таблица 1



R	Формула	Выход, %	Т. кип., °C/мм	d ₄ ²⁰	n _D ²⁰	MR _D		А н а л и з, %						Т. пл. пикратов, °C	% N		Т. пл. гидро- хлоридов, °C	% Cl	
						найдено	вычис- лено	найдено			вычислено				найдено	вычис- лено		найдено	вычис- лено
								C	H	Cl	C	H	Cl						
CH ₃	C ₈ H ₁₅ Cl ₂ ON	85,4	71--73/1	1,0983	1,4770	54,45	53,99	45,10	6,98	33,22	45,28	7,07	33,48	118—119	12,8	12,7	—	—	—
C ₂ H ₅	C ₉ H ₁₇ Cl ₂ ON	89,8	82—83/1,5	1,0810	1,4750	58,73	58,61	47,42	7,49	31,12	47,78	7,52	31,41	129—130	12,4	12,3	—	—	—
C ₃ H ₇	C ₁₀ H ₁₉ Cl ₂ ON	82,5	97—98/2,5	1,0639	1,4732	63,14	63,23	49,72	7,90	29,24	50,00	7,91	29,58	92—94	12,1	11,92	—	—	—
C ₄ H ₉	C ₁₁ H ₂₁ Cl ₂ ON	78,0	107—108/2,5	1,0538	1,4728	67,48	67,84	51,74	8,18	27,70	51,96	8,26	27,95	—	—	—	126—127	36,38	36,66

Таблица 2



CH ₃	C ₁₀ H ₁₉ Cl ₂ ON	77,4	93—94/2	1,0751	1,4772	69,94	63,23	50,30	7,89	29,20	50,00	7,91	29,58	72—73	12,0	11,92	—	—	—
C ₂ H ₅	C ₁₁ H ₂₁ Cl ₂ ON	75,0	99,5—100/2	1,0531	1,4738	67,72	67,84	51,86	8,20	27,65	51,96	8,26	27,95	93—94	11,7	11,59	—	—	—
C ₃ H ₇	C ₁₂ H ₂₃ Cl ₂ ON	71,5	107,5—108/2	1,0422	1,4725	72,04	72,45	53,80	8,50	26,18	53,73	8,58	26,48	—	—	—	149—150	34,65	34,97
C ₄ H ₉	C ₁₃ H ₂₅ Cl ₂ ON	72,3	116—117/1,5	1,0291	1,4720	76,86	77,07	55,41	8,78	24,96	55,32	8,86	25,17	—	—	—	132—133	33,21	33,43

1-Диэтиламино-2,3-дихлор-5,5-диметилгексен-2. К смеси 58,4 г (0,8 моля) диэтиламина и 50 мл сухого эфира при комнатной температуре по каплям прибавили 43,1 г (0,2 моля) 1,2,3-трихлор-5,5-диметилгексена-2 и перемешивали в течение 16 часов. Реакционную смесь обрабатывали 20%-ным раствором соляной кислоты. Из водного слоя обычной обработкой и перегонкой выделили 37,8 г (75%) 1-диэтиламино-2,3-дихлор-5,5-диметилгексена-2: т. кип. $133-134^{\circ}/17$ мм; d_4^{20} 1,0054; n_D^{20} 1,4740; M_{R_D} найдено 70,41, вычислено 70,82. Найдено %: С 56,8; Н 9,0; Cl 28,7. $C_{12}H_{23}NCl_2$. Вычислено %: С 57,1; Н 9,1; Cl 28,4.

Гидрохлорид, т. пл. $145-146^{\circ}$ (из спирта). Найдено %: Cl 36,6. $C_{12}H_{24}NCl_3$. Вычислено %: Cl 36,8.

ԴԻԵՏԻԼԱՄԻՆԻ ԵՎ ՆՐԱՆՑ ԱՄԱՆՑՑԱԼՆԵՐԻ ՔԻՄԻԱ

V. ԵՐՐՈՐԴԱՅԻՆ ԱՄԻՆՆԵՐԻ ՄԻԹԵԶ՝ 2,3-ԴԻԷԼՈՐՐՈՒՏԱԴԻԵՆ-1,3-Ի ՀԻՄԱՆ ՎՐԱ

Գ. Մ. ՄԿՐՅԱՆ, Ռ. Հ. ԴԱԶԱՐՅԱՆ, Ռ. Պ. ԶԱԲԱՐՅԱՆ և Ռ. Ս. ԲԱԲԱՅԱՆ

Ա Մ Փ Ն Փ Ն Ո Ւ Մ

Երկրորդային ամինների և 1,2,3-տրիքլոր-5-ալկոքսիպենտեն-2-ների և 1,2,3-տրիքլոր-5,5-դիմեթիլհեքսեն-2-ի փոխադրամաբ ստացված են 5-ալկոքսի-2,3-դիքլորպենտենիլ- և 2,3-դիքլոր-5,5-դիմեթիլհեքսենիլ ռադիկալ պարունակող երրորդային ամիններ՝ 1-դիալկիլամինա-2,3-դիքլոր-5-ալկոքսիպենտեն-2-ներ և 1-դիալկիլամինա-2,3-դիքլոր-5,5-դիմեթիլհեքսեն-2-ներ՝ չափազույն արդյունքներ ստացված են ռեակցիան եթերի միջավայրում, սենյակային ջերմաստիճանում կատարելիս:

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Г. М. Мкрян, Р. А. Казарян, С. А. Акопян, С. Э. Зурабян, Арм. хим. ж., 19, 500 (1966).
2. Г. М. Мкрян, Р. А. Казарян, Р. П. Закарян, Э. Е. Капелян, ЖОрХ, 6, 25 (1970).