

СИНТЕЗ НЕКОТОРЫХ N-ЗАМЕЩЕННЫХ ПИРРОЛИДОНОВ

С. В. АРАКЕЛЯН, С. М. АКОПЯН, С. Г. ТИТАНЯН и М. Т. ДАНГЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 9 VII 1971 г.

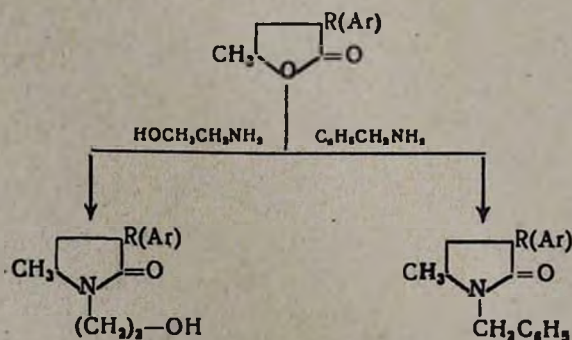
Взаимодействием α -алкил(арил)- γ -валеролактонов с коламином и бензиламином получены β -алкил(арил)- δ -метил-N-оксиэтил(бензил)пирролидоны с высокими выходами.

Табл. 3, библиограф. ссылок 11.

В литературе имеются многочисленные данные о физиологической активности замещенных пирролидонов, а также об их применении в качестве селективных растворителей [1,2,3], инсектицидов [4] и как исходных веществ для получения лекарственных препаратов [5,6,7,8].

В нашей предыдущей статье было описано получение α -алкил-N-(β -аминоэтил) и α -алкил-N-(ω -аминогексил)- γ -валеролактонов [9]. Другими авторами была изучена реакция γ -валеролактона с коламином [10, 21] и некоторых насыщенных и ненасыщенных лактонов с бензиламином [8].

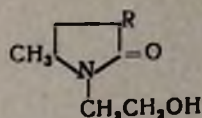
В этой статье описывается синтез β -алкил(арил)- δ -метил-N-оксиэтил(бензил)пирролидонов взаимодействием α -алкил(арил)- γ -валеролактонов с коламином и бензиламином в 1:1 мольных соотношениях, по схеме:



Реакция проводилась в среде кипящего абсолютного толуола до прекращения выделения воды.

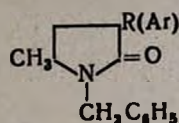
Некоторые пирролидоны, полученные из коламина, идентифицированы в виде пикратов и бензоатов (табл. 1).

Таблица 1



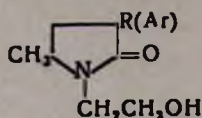
R	П и к р а т ы				Б е н з о а т ы			
	молекулярная формула	т. пл., °C	N %		молекулярная формула	т. пл., °C	N %	
			вычислено	найденно			вычислено	найденно
C ₂ H ₅	C ₁₅ H ₂₀ O ₂ N ₄	151	14	13,77	C ₁₆ H ₂₁ O ₂ N	115	5,09	4,74
C ₃ H ₇	—	—	—	—	C ₁₇ H ₂₃ O ₂ N	89	4,84	4,73
C ₄ H ₉	C ₁₇ H ₂₂ O ₂ N ₄	156	13,08	13,60	C ₁₈ H ₂₅ O ₂ N	103	4,62	4,49
C ₅ H ₁₁	—	—	—	—	C ₁₉ H ₂₇ O ₂ N	111	4,41	4,18
изо-C ₅ H ₁₁	—	—	—	—	C ₁₉ H ₂₇ O ₂ N	107	4,41	4,15
C ₆ H ₁₃	C ₁₉ H ₂₄ O ₂ N ₄	158	12,28	12,59	C ₂₀ H ₂₉ O ₂ N	118	4,22	3,88
C ₇ H ₁₅	C ₂₂ H ₃₄ O ₂ N ₄	163	11,24	11,00	C ₂₂ H ₃₅ O ₂ N	121	3,75	3,38
C ₁₀ H ₂₁	C ₂₃ H ₃₆ O ₂ N ₄	167	10,93	10,55	C ₂₄ H ₃₇ O ₂ N	119	3,61	3,31

Таблица 2



R	Молекулярная формула	Выход, %	Т. пл., °C	Т. кип., °C/мм	n _D ²⁰	d ₄ ²⁰	% N		Растворитель перекристаллизации
							вычислено	найденно	
C ₂ H ₅	C ₁₄ H ₁₉ ON	90		145—149/5	1,5108	0,9929	6,45	6,64	Петролейный эфир
C ₃ H ₇	C ₁₅ H ₂₁ ON	80	54				6,06	5,68	
изо-C ₃ H ₇	C ₁₅ H ₂₁ ON	95	95				6,06	5,94	
C ₄ H ₉	C ₁₆ H ₂₃ ON	90					5,71	5,58	Петролейный эфир
C ₅ H ₁₁	C ₁₇ H ₂₅ ON	71	62	157—161/5	1,4898	0,9526	5,40	5,20	
изо-C ₅ H ₁₁	C ₁₇ H ₂₅ ON	57	63				5,40	5,16	
C ₆ H ₁₃	C ₁₈ H ₂₇ ON	90	61				5,12	4,99	Изопропиловый спирт
C ₇ H ₁₅	C ₁₉ H ₂₉ ON	71		158/2	1,4530	0,8811	4,87	3,98	
C ₉ H ₁₉	C ₂₁ H ₃₃ ON	60		193—197/4	1,4950	0,9424	4,44	4,04	
C ₁₀ H ₂₁	C ₂₂ H ₃₅ ON	78	81				4,25	4,05	Толуол
C ₈ H ₅	C ₁₇ H ₁₉ ON	88	84				6,82	6,21	Толуол
C ₆ H ₅ CH ₂	C ₁₉ H ₂₁ ON	93	86				5,01	4,72	Изопропиловый спирт

Таблица 3



R	Молекулярная формула	Выход, %	Т. пл., °C	Т. кип., °C/мм	n_D^{20}	d_4^{20}	N %		Растворитель перекристаллизации
							вычислено	найденно	
C_2H_5	$\text{C}_9\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}$	63		141—145/3	1,4780	1,045	8,18	8,13	Изопропиловый спирт
C_3H_7	$\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N}$	85	67				7,51	6,97	
C_4H_9	$\text{C}_{11}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{N}$	70		197—201/5	1,4581	0,9530			
				207—211/5	1,4490	0,9451	7,03	7,00	
C_5H_{11}	$\text{C}_{12}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{N}$	90		200—204/5	1,4510	0,9532	6,57	6,29	
изо- C_5H_{11}	$\text{C}_{12}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{N}$	90					6,57	6,12	Изопропиловый спирт
C_6H_{13}	$\text{C}_{13}\text{H}_{25}\text{O}_2\text{N}$	70	56				6,16	6,53	
C_7H_{15}	$\text{C}_{14}\text{H}_{27}\text{O}_2\text{N}$	63,7		215—218/6	1,4549	0,8012			
							5,80	5,82	Толуол
C_8H_{17}	$\text{C}_{15}\text{H}_{29}\text{O}_2\text{N}$	87	74				5,01	5,03	
$\text{C}_{10}\text{H}_{21}$	$\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{O}_2\text{N}$	85	79				4,94	4,64	Толуол
C_6H_5	$\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}$	55	103	155—162/7	1,5328	1,1425	6,39	6,11	Бензол
$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2$	$\text{C}_{14}\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N}$	67					6,00	5,83	

Экспериментальная часть

β -Алкил(арил)- δ -метил-N-оксипропил(бензил)-пирролидоны. Смесь 30 мл абсолютного толуола, 0,01 моля коламина (или бензиламина) и 0,01 моля α -алкил(арил)- γ -валеролактона нагревается до прекращения выделения воды.

После отгонки толуола под уменьшенным давлением кристаллический остаток отфильтровывается, а жидкий—перегоняется (табл. 2,3).

ՄԻ ՔԱՆԻ N-ՏԵՂԱԿԱՎԱՎԱՄ ՊԻՐՈՂԻԴՈՆՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶ

Ս. Վ. ԱՌԱՔԵԼՅԱՆ, Ս. Մ. ՀԱՍՈՔՅԱՆ, Ս. Հ. ՏԻՏԱՆՅԱՆ և Մ. Տ. ԴԱՆԴՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Ցույց է տրված, որ α -ալկիլ(արիլ)- γ -վալերալակտոնները կուամինի և բենզիլկուամինի հետ բացարձակ տոդոսդի միջափայրում բարձր ելքերով առաջացնում են β -ալկիլ(արիլ)- δ -մեթիլ-N-օքսիէթիլ(բենզիլ)-պիրոլիդոններ՝ հիմնականում բյուրեղական նյութեր։ Այս պիրոլիդոններից մի քանիսը բնութագրված են արկղատների և բենզոատների վիճակում։

SYNTHESIS OF SOME N-SUBSTITUTED PYRROLIDONES

S. V. ARAKELIAN, S. M. HAKOPIAN, S. H. TITANIAN and M. T. DANGHIAN

It has been shown that Interaction of α -alkyl- γ -valerolactones with ethanolamine or benzylamine produces high yields of β -alkyl(aryl)- δ -methyl-N-oxyethyl(benzyl)-pyrrolidones.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Бельг пат., 450344 (1943); [С. А., 24, 210 (1948)].
2. Франц. пат., 143919 (1966); [РЖХим., 1967, 104Н76].
3. Герм. пат., 1137517 (1961); [С. А., 59, 6176 (1963)].
4. Пат. США, 3294795 (1966); [С. А., 68, 55515 (1967)].
5. Пат. США, 2961798 (1960); [С. А., 55, 4871 (1961)].
6. E. H. Gans, T. Higuchi, J. Am. Pharm. Assoc., 46, 458 (1957); [С. А., 51, 17103 (1957)].
7. N. Reppe, Mitarbeiten. Ann. chim., 596, 176 (1955).
8. J. Bryan Jones, John, J. Can. Chem., 44, 1059 (1966).
9. С. В. Аракелян, С. М. Акопян, М. Т. Данчян, Уч. зап. ЕГУ (в печати).
10. B. Puetzer, L. Katz, L. Horwitz. J. Am. Chem. Soc., 74, 4959 (1952).
11. R. Bacskai, Acta chim. Acad. sci. Hungar., 191 (1959).