

СИНТЕЗ α -АЛКИЛ(АРИЛ)-N-(ω -АМИНОТЕТРАМЕТИЛ)- γ -ВАЛЕРОЛАКТАМОВ И СООТВЕТСТВУЮЩИХ БИС-ЛАКТАМОВ

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

Ереванский государственный университет

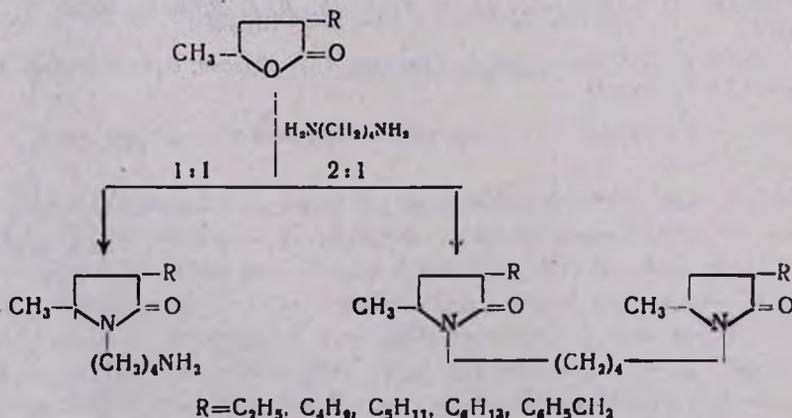
Поступило 28 IX 1973

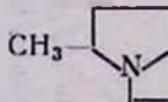
Взаимодействием α -алкил(арил)- γ -валеролактонов с тетраметилендиамином получены α -алкил(арил)-N-(ω -аминотетраметил)- γ -валеролактамы и 1,4-бутан-N,N'-бис-алкил(арил)- γ -валеролактамы.

Табл. 1, библиограф. ссылок 4.

Известно, что пятичленные лактоны реагируют с диаминами с образованием в зависимости от условий реакции моно- или бис-лактамов [1—3].

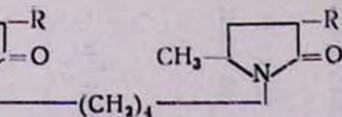
Настоящая работа посвящена синтезу новых α -алкил(арил)-N-(ω -аминотетраметил)- γ -валеролактамов и 1,4-бутан-N,N'-бис-алкил(арил)- γ -валеролактамов. В качестве исходных веществ использовались ранее нами синтезированные α -алкил(арил)- γ -валеролактоны [4] и тетраметилендиамин. Синтез моно- и бис-лактамов проводился в среде кипящего абсолютного толуола при соотношении реагентов 1:1 и 1:2 и времени реагирования 9—11 час. Строение полученных бис-лактамов доказано вопречным синтезом. α -Гексил-N-(ω -аминотетраметил)- γ -валеролактан ($R=C_6H_{13}$) взаимодействием с α -гексил- γ -валеролактоном переведен в 1,4-бутан-N,N'-бис- α -гексил- γ -валеролактан. Идентичность полученных бис-лактамов показана с помощью ИК спектров, отсутствием депрессии температуры плавления и величинами R_f .



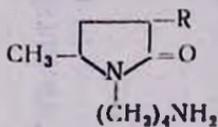


R	Выход, %	Т. пл., С	Растворитель при перекристаллизации
C_3H_5	97,4	88—90	петр. эфир + ацетон
C_4H_9	73,1	120—121	ацетон + диоксан
C_5H_{11}	71,8	116	ацетон
C_6H_{13}	73,2	123—124	диоксан
$C_6H_5CH_2$	72,1	147	ацетон

C_4H_9	72,5	112	ацетон
C_5H_{11}	88,6	103—105	диоксан
C_6H_{13}	83,3	113—115	диоксан
$C_6H_5CH_2$	75,8	136—137	бензол + ацетон



R_f	Элюент	А н а л и з, %					
		С		Н		N	
		найде- но	вычис- лено	найде- но	вычис- лено	найде- но	вычис- лено
0,58	Дис. вода — и бутанол — лед. уксусная к-та 4:1:1	64,11	63,95	10,27	10,38	10,3	9,99
0,60	"	71,98	72,52	10,20	10,96	7,72	7,68
0,59	"	73,16	73,49	10,89	11,22	7,57	7,14
0,62	"	74,35	74,28	11,24	11,43	6,58	6,67
0,57	"	77,56	77,78	8,21	8,33	6,42	6,48



0,65	Дис. вода — и бутанол — лед. уксусная к-та 80 мл + 40 мл + 25 мл	67,38	67,11	11,13	11,32	13,35	13,14
0,61	"	69,66	70,00	11,54	11,66	12,30	12,66
0,63	"	71,02	70,86	11,79	11,81	11,31	11,02
0,60	"	73,95	73,84	9,12	9,23	10,54	10,76

В ИК спектрах полученных моно- и бис-лактамов найдены характерные частоты в области 1660—1647 см⁻¹, приписываемые карбонильной группе лактамного кольца. Индивидуальность моно- и бис-лактамов контролировалась с помощью ТСХ, а исходных лактонов—ГЖХ*.

Экспериментальная часть

1. *α-Алкил(арил)-N-(ω-аминотетраметил)-γ-валеролактамы*. Смесь 30 мл абс. толуола, 0,01 моля тетраметилендиамина и 0,01 моля *α-алкил(арил)-γ-валеролактона* нагревалась до прекращения выделения воды.

После отгонки толуола под уменьшенным давлением кристаллический остаток отфильтровывался (табл. II).

2. *1,4-Бутан-N,N'-бис-α-алкил(арил)-γ-валеролактамы*. Смесь 40 мл абс. толуола, 0,01 моля тетраметилендиамина и 0,02 моля *α-алкил(арил)-γ-валеролактона* нагревалась до прекращения выделения воды. После отгонки растворителя под уменьшенным давлением кристаллический остаток отфильтровывался.

3. *1,4-Бутан-N,N'-бис-α-гексил-γ-валеролактамы*. Условия опыта те же, что и в 1. Найдено %: С 74,3%; Н 11,27%, N 6,49%. R_f на окиси алюминия—0,62.

**α-ԱԼԿԻԼ (ԱՐԻԼ)-N (ω-ԱՄԻՆՏԵՏՐԱՄԵԹԻԼ)-γ-ՎԱԼԵՐՈԼԱԿՏԱՄՆԵՐԻ
ԵՎ ՀԱՄԱՊԱՏԱՍԽԱՆ ԲԻՍ-ՎԱԿՏԱՄՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶԸ**

Ս. Վ. ԱՐԱԿԵԼՅԱՆ, Ս. Մ. ՀԱԿՈՔՅԱՆ և Մ. Տ. ԴԱՆԳՅԱՆ

Յույժ է տրված, որ *α-ալկիլ(արիլ)-γ-վալերոլակտոնները տետրամեթիլեն-դիամինի հետ փոխազդելիս, 1:1 և 2:1 հարաբերություններով, բացարձակ տոլուոլի միջավայրում առաջացնում են α-ալկիլ(արիլ)-N-ամինոտետրամեթիլ-γ-վալերոլակտամներ և 1,4-բուտան-N,N'-ալկիլ(արիլ)-γ-վալերոլակտամներ:*

SYNTHESIS OF *α*-ALKYL(ARYL)-N-(*ω*-AMINOTETRAMETHYL)-*γ*-VALEROLACTAMS AND *bis*-LACTAMS

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

It has been shown that interaction of *α*-alkyl(aryl)-*γ*-valerolactons with tetramethylenediamine produces *α*-alkyl(aryl)-N-(*ω*-tetramethyl)-*γ*-valerolactams and 1,4-bytane-N,N'-*bis-α*-alkyl(aryl)-*γ*-valerolactams.

* В качестве набивки использовался хемосорб 0,25—0,35 мм, содержащий 5% ПЭА-400, т. колонки 17—195°C, размер колонки 2000×3 мм, скорость He—60 мл/мин., время анализа 5—8 мин., количество пробы 3—4 мкл.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. *Repe und mitarbeitern*, Lieb. App., 596, 176 (1955).
2. Г. Б. Арсисян, С. Т. Налбандян, С. В. Аракелян, М. Т. Дангян, Арм. хим. ж., 23, 390 (1970)
3. С. В. Аракелян, С. М. Акопян, С. Г. Титанян, М. Т. Дангян, Арм. хим. ж., 25, 335. (1972)
4. С. В. Аракелян, С. М. Акопян, С. Г. Титанян, М. Т. Дангян, Уч. зап. ЕГУ, 1, 122. (1972).