Экспериментальная часть

Этиловые эфиры 3-хлор-4-алкоксибензилциануксусных кислот (II). К алкоголяту, приготовленному из 5,75 г (0,25 г-ат) натрия в 80 мл безводного этанола, при перемешивании и 15° прибавлялось 113 г (1 моль) этилового эфира циануксусной кислоты, затем в течение 30 мин. 0,25 моля 3-хлор-4-алкоксибензилхлорида. Смесь кипятилась 10 час. Спирт отгонялся и остаток после добавления 100 мл воды экстрагировался эфиром. Эфирный экстракт высушивался над серноокислым натрием, эфир отгонялся, а остаток перегонялся в вакууме (табл. 1).

Таблица 1

Эфиры α -циан- β -арилпропионовых кислот II

R	Выход, %	Т. кип., °C/4 мм	d_4^{20}	n_D^{20}	А н а л и з, %					
					С		Н		N	
					найде- но	вычис- лено	найде- но	вычис- лено	найде- но	вычис- лено
CH ₃	58,5	215—216*	1,2529	1,5322	58,04	58,32	4,95	5,27	5,22	5,23
C ₂ H ₅	62,6	219—222**	1,1894	1,5110	59,44	59,69	5,92	5,72	5,07	4,97
C ₃ H ₇	44,9	227—230	1,1779	1,5191	61,20	60,91	6,11	6,13	5,02	4,73
<i>изо</i> -C ₃ H ₇	40,9	235—237	1,1479	1,5085	60,60	60,91	6,03	6,13	4,94	4,73
C ₄ H ₉	58,2	241—243	1,1529	1,5172	61,95	62,03	6,78	6,51	4,71	4,52
<i>изо</i> -C ₄ H ₉	52,8	243—245	1,1167	1,5032	61,94	62,03	6,82	6,51	4,60	4,52
C ₅ H ₁₁	66,4	247—250	1,1315	1,5012	63,34	63,05	6,60	6,85	4,59	4,33
<i>изо</i> -C ₅ H ₁₁	46,6	248—251	1,1246	1,4992	63,28	63,05	6,75	6,85	4,45	4,33

* Т. пл. 62—64°; ** Т. пл. 60—61°.

3-Хлор-4-алкоксибензилциануксусные кислоты (III). К перемешиваемому раствору 6,4 г (0,16 моля) едкого натра в 50 мл воды при 25° добавлялось 0,08 моля II. Перемешивание продолжалось в течение часа при 25°, после чего смесь подкислялась 27 мл 4*n* соляной кислоты. Смесь перемешивалась 30 мин., выпавший осадок отфильтровывался, промылся холодной водой до нейтральной реакции и перекристаллизовывался из 50% уксусной кислоты (табл. 2).

β -(3-Хлор-4-алкоксифенил)пропионитрилы (IV). Раствор 0,08 моля III в 60 мл диметилформамида кипятился 1,5 часа. По охлаждении раствор выливался в 60 мл воды, экстрагировался эфиром и сушился над серноокислым натрием. После отгонки эфира нитрилы перегонялись в вакууме. R_f в пределах 0,49—0,74 в тонком слое окиси алюминия II степени активности в системе эфир—петролейный эфир (1:1), обнаружение—парами йода (табл. 3).

β -(3-Хлор-4-алкоксифенил)пропионовые кислоты (V). К перемешиваемому раствору 0,05 моля IV в 15 мл этанола по каплям добавлялся раствор 8,4 г (0,15 моля) едкого кали в 20 мл 50% этанола. Смесь при

перемешивании кипятилась 5 час., растворитель отгонялся, остаток выливался в ледяную воду и подкислялся 15% соляной кислотой. Образовавшийся кристаллический осадок отфильтровывался и перекристаллизовывался из 50% уксусной кислоты (табл. 2).

Таблица 2

Арилпропионовые кислоты III, V

R	R'	Выход, %	Т. пл., °C	А н а л и з, %							
				C		H		Cl		N	
				найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено
CH ₃	CN	86,2	132—134	54,86	55,12	4,53	4,20	—	—	5,62	5,84
C ₂ H ₅	CN	97,1	179—180	56,69	56,81	4,71	4,77	—	—	5,89	5,52
C ₃ H ₇	CN	96,9	157—158	58,20	58,32	5,01	5,28	—	—	5,56	5,23
<i>изо</i> -C ₃ H ₇	CN	94,8	143—144	58,03	58,32	5,22	5,28	—	—	5,34	5,23
C ₄ H ₉	CN	93,4	160—161	59,89	59,69	5,58	5,72	—	—	5,17	4,97
<i>изо</i> -C ₄ H ₉	CN	96,4	54—55	58,98	59,69	5,64	5,72	—	—	4,69	4,97
C ₅ H ₁₁	CN	95,2	157—158	60,99	60,91	6,06	6,13	—	—	4,95	4,73
<i>изо</i> -C ₅ H ₁₁	CN	87,6	42—45	60,80	60,91	6,34	6,13	—	—	4,99	4,73
CH ₃	H	93,4	116—118	56,11	55,94	5,24	5,16	16,41	16,51	—	—
C ₂ H ₅	H	78,9	93—95	57,63	57,77	5,67	5,73	15,32	15,50	—	—
C ₃ H ₇	H	82,7	70—71	59,48	59,39	6,14	6,23	14,72	14,61	—	—
<i>изо</i> -C ₃ H ₇	H	80,9	45—47	59,22	59,39	6,34	6,23	14,56	14,61	—	—
C ₄ H ₉	H	82,0	65—67	60,71	60,82	6,52	6,67	13,67	13,81	—	—
<i>изо</i> -C ₄ H ₉	H	85,9	58—60	60,63	60,82	6,57	6,67	13,71	13,81	—	—

Таблица 3

Арилзамещенные пропионитрилы IV

R	Выход, %	Т. кип., °C/1 мм	d ₄ ²⁰	n _D ²⁰	А н а л и з, %						R _f
					C		H		N		
					найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено	
CH ₃	63,4	160—162	1,2002	1,5482	61,40	61,37	5,31	5,15	6,91	7,16	0,49
C ₂ H ₅	73,8	167—169	1,1708	1,5478	62,86	63,01	6,01	5,77	6,39	6,68	0,58
C ₃ H ₇	79,1	174—176	1,1241	1,5304	64,28	64,42	6,43	6,30	6,56	6,26	0,64
<i>изо</i> -C ₃ H ₇	69,5	177—179	1,1210	1,5302	64,64	64,42	6,42	6,30	6,51	6,26	0,66
C ₄ H ₉	73,4	182—184	1,0970	1,5278	66,04	65,67	6,54	6,78	6,01	5,89	0,69
<i>изо</i> -C ₄ H ₉	63,6	185—187	1,1019	1,5213	65,51	65,67	7,00	6,78	5,73	5,89	0,71
C ₅ H ₁₁	58,9	192—195	1,0527	1,5082	67,14	66,97	7,08	7,22	5,88	5,57	0,74
<i>изо</i> -C ₅ H ₁₁	83,4	194—197	1,0688	1,5052	67,23	66,97	7,73	7,22	5,91	5,57	—

β -(3-ՔԼՈՐ-4-ԱԼԿՕՔՍԻՖԵՆԻԼ) ՊՐՈՊԻՈՆԱԹՔՈՒՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶ

Գ. Ռ. ՀԱԿՈՐՅԱՆ, Բ. Ռ. ՀՈՎՍԵՓՅԱՆ և Հ. Ա. ՀԱՐՈՅԱՆ

Սինթեզված են մի շարք β -(3-քլոր-4-ալկոքսիֆենիլ)պրոպիոնաթթուներ:THE SYNTHESSES OF β -(3-CHLORO-4-ALKOXYPHENYL)
PROPIONIC ACIDS

P. R. HAKORIAN, T. R. HOVSEPIAN and H. A. HAROYAN

For the purposes of studying the analgesic, antipyretic and anti-inflammatory properties β -(3-chloro-4-alkoxyphenyl)propionic acids have been synthesised.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Q. Lambellin, N. P. Buu-Hoy, H. Broullhet, M. Qauter, C. Gillet, J. Roba, J. Thiriaux, *Arz. Forsch.*, 11, 1404 (1968).
2. G. Lambellin, J. Roba, C. Qillet, N. P. Buu-Hoy, *Arz. Forsch.*, 20, 610 (1970).
3. Q. Lambellin, J. Roba, C. Qillet, N. P. Buu-Hoy, *Arz. Forsch.*, 20, 618 (1970).
4. G. Lambellin, N. P. Buu-Hoy, G. Mees, J. Thiriaux, M. Huriaux, *Med. Pharmacol. Exptl.*, 15, 307 (1966); [*C. A.*, 65, 14306a (1966)].
5. А. А. Ароян, Т. Р. Овсеян, Р. Г. Мелик-Оганджян, В. В. Ледяев, *Арм. хим. ж.*, 22, 406 (1969).
6. А. А. Ароян, Т. Р. Овсеян, В. В. Ледяев, *Арм. хим. ж.*, 23, 1025 (1970).