

УДК 547.27/37:66.095.13

СИНТЕЗ ДИАЛЛИЛОВОГО ЭФИРА 2-ПИПЕРИДИЛ-4,6-ДИГЛИЦИЛ-S-ТРИАЗИНА

Г. М. ПОГОСЯН, В. Н. ЗАПЛИШНЫЙ и И. А. АСАТУРЯН

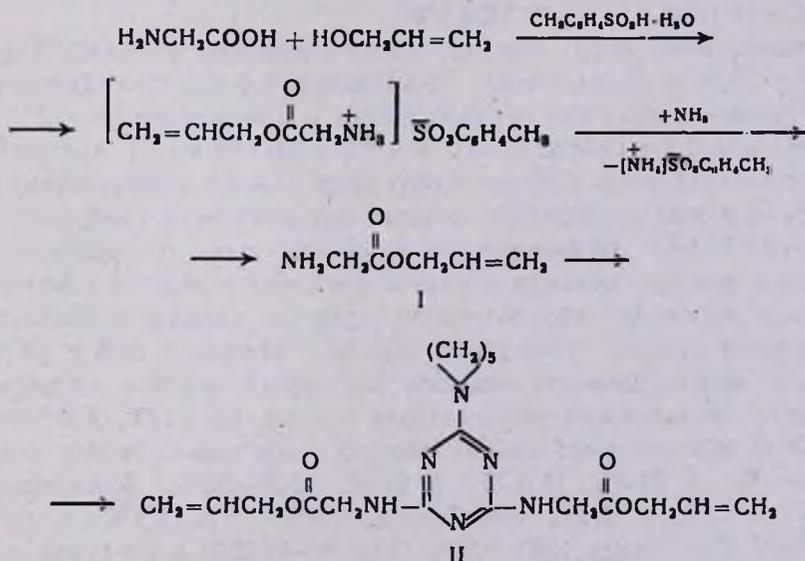
Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 9 III 1976

Исходя из того, что введение триазинового цикла в макромолекулы полимеров придает им новые ценные свойства [1], представлялось интересным осуществить синтез диаллилового эфира 2-пиперидил-4,6-диглицил-s-триазина (II). Это соединение можно использовать как мономер, а также как сомономер для улучшения свойств промышленных полимеров, в частности каучуков.

Нам не удалось получить II ни взаимодействием 2-пиперидил-4,6-диглицил-s-триазина или его хлорангидрида с аллиловым спиртом, ни взаимодействием динатриевой соли указанной дикислоты с бромистым аллилом.

II был получен реакцией 2-пиперидил-4,6-дихлор-s-триазина с аллиловым эфиром аминоксусной кислоты. В ходе работ был разработан также способ синтеза аллилового эфира аминоксусной кислоты (I).



I получили кипячением глицина с избытком аллилового спирта в бензоле в присутствии эквимольного количества *n*-толуолсульфокислоты с последующей обработкой образовавшейся при этом соли сухим аммиаком. Он исключительно легко, даже при комнатной температуре, циклизуется в соответствующий дикетопиперазин. Поэтому свежеприготовленный I сразу использовали для синтеза II.

Разработанный метод синтеза аллилового эфира глицина, по нашему мнению, можно применить и для получения других ненасыщенных эфиров аминокислот.

### Экспериментальная часть

*n*-Толуолсульфокислоту использовали марки «ч.» с содержанием одной молекулы кристаллизационной воды. 2-Пиперидил-4,6-дихлор-*s*-триазин получали по [2].

*Аллиловый эфир глицина (I)*. 15 г (0,2 моля) глицина, 38 г (0,2 моля) *n*-толуолсульфокислоты и 58 г (1 моль) аллилового спирта в 60 мл бензола кипятили с водоотделителем до прекращения отслоения воды в делительной насадке и отгоняли избыток аллилового спирта и бензол при пониженном давлении. Остаток—смолообразное вещество красно-коричневого цвета, заливали абс. эфиром и при эффективном перемешивании и внешнем охлаждении водой при 25° барботировали ток сухого аммиака до прекращения саморазогревания реакционной массы. Затем белые хлопья аммонийной соли *n*-толуолсульфокислоты отфильтровали, промыли сухим эфиром, от фильтрата отогнали эфир, а остаток перегнали в вакууме с дефлегматором. Получено 11,1 г (48,2%) I, т. кип. 60—63°/12 мм,  $n_D^{20}$  1,4487,  $d_4^{20}$  1,0217. Найдено %: С 51,83; Н 7,62; N 12,01;  $MR_D$  30,20.  $C_5H_9NO_2$ . Вычислено %: С 52,16; Н 7,88; N 12,16;  $MR_D$  29,82. ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : С=С 1640; С=О 1760; С—О—С 1220,1200.

*Диаллиловый эфир 2-пиперидил-4,6-диглицил-*s*-триазина (II)*. К раствору 9,61 г (0,0412 моля) 2-пиперидил-4,6-дихлор-*s*-триазина в 65 мл сухого бензола при перемешивании и температуре 10—12° при капали смесь 9,5 г (0,0825 моля) I и 8,5 г (0,0834 моля) свежеперегнанного триэтиламина в 30 мл сухого эфира. Смесь перемешивали еще 0,5 часа при этой температуре, 2 часа при комнатной температуре и 2 часа при 55—65°. Отфильтровали в горячем виде, гидроклорид триэтиламина дважды промыли кипящим бензолом и охладили фильтрат. Выпавшие кристаллы отфильтровали, промыли холодным бензолом и петролейным эфиром и высушили при 50°. Получили 8,85 г (55,5%) II—белое кристаллическое вещество без запаха, хорошо растворимое в обычных органических растворителях с т. пл. 121—123°. Ацетоновый раствор II обесцвечивает водный раствор марганцевокислого калия. Найдено %: С 54,89; Н 6,75; N 21,37.  $C_{18}H_{26}N_6O_4$ . Вычислено %: С 55,57; Н 6,71; N 21,25. ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : С=О 1760, С—О—С 1210, 1200; С=N-сопр. 1580, 1560, 1500; N—H 3260 и С—H при двойной связи 990, 930.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Д. Шухан, А. Бенц, И. Петрополус, *Химия и технология полимеров*, 19, 13 (1962).
2. R. Audebert, J. Neel, *C. r.*, 258, 4749 (1964).