

4. M. Kucharski, E. Rokaszewski, „Слем. Stosiw“, 18, 451 (1974); РЖХим, 1975, 5:1177.
 5. Англ. пат. 1286684, СА, 73, 78355 № 1970.
 6. Л. П. Лосев, О. Я. Фелотава, Практикум по химии высокомолекулярных соединений, Госхимиздат, М., 1962, стр. 97.
 7. С. Р. Рафиков, П. А. Паллова, И. И. Твердохлебова, Методы определения молекулярных весов и полидисперсности высокомолекулярных соединений, Изд. АН СССР, 1963, стр. 210.

Армянский химический журнал, т. 36, № 2, стр. 120—123

УДК 547.298.2

ПРОИЗВОДНЫЕ ФЕНОЛОКСИЛОТ

XXXIV. СИНТЕЗ НЕКОТОРЫХ АМИНОЭФИРОВ 1-(3,4-ДИМЕТОКСИФЕНИЛ)-4-ГИДРОКСИЦИКЛОГЕКСАН-1-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ

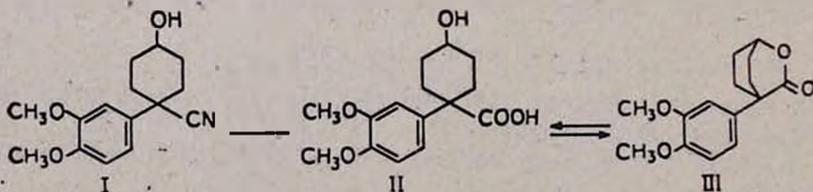
А. А. АГЕКЯН, Л. Ш. ПИРДЖАНОВ и Э. А. МАРКАРЯН

Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миджояна
 АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 31 VII 1981

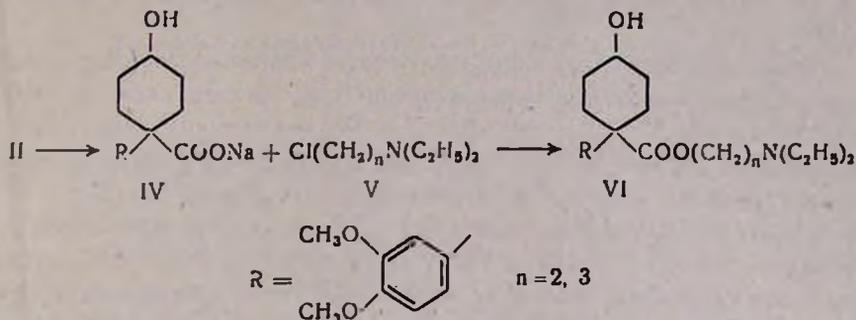
Омылением нитрила 1-(3,4-диметоксифенил)-4-гидроксициклогексан-1-карбоновой кислоты (I) получена соответствующая кислота II. Взаимодействием натриевой соли кислоты с диалкиламинопялхлоридами синтезированы аминоэферы VI. Библ. ссылок 6.

Аминоэферы арилциклоалканкарбоновых кислот обладают высокой биологической активностью [1—3]. В настоящей работе описан синтез аминоэфиров, содержащих свободную гидроксильную группу в циклоалкановом фрагменте. Необходимая для осуществления синтеза 1-(3,4-диметоксифенил)-4-гидроксициклогексан-1-карбоновая кислота получена омылением нитрила I [4] в этиленгликоле. Поскольку не исключалась возможность *цис*- и *транс*-расположения функциональных групп в циклогексане [5], то для разделения этих форм и количественной оценки их содержания в смеси кислоту II подвергли ацетилированию укусным ангидридом в присутствии пиридина. Однако в результате реакции количественно был получен лактон III, который мог образоваться только из соответствующей *цис*-формы. Обнаружить наличие *транс*-кислоты нам не удалось. Щелочным омылением в этиленгликоле из III получена *цис*-кислота, которая оказалась идентичной кислоте II, полученной омылением нитрила I.



Классический метод получения аминоэфиров взаимодействием хлорангидрида кислоты с аминспиртами оказался в этом случае невозможным вследствие образования лактона III при попытке получить хлорангидрид.

С учетом вышезложенного аминоэфиры VI получены взаимодействием натриевой соли кислоты IV с диалкиламиноалкилхлоридами V [6]. Синтезированные аминоэфиры охарактеризованы в виде гидрохлоридов.



Фармакологические исследования синтезированных соединений показали, что они обладают слабовыраженным адренолитическим, анальгетическим свойствами и не влияют на коронарное кровообращение.

Экспериментальная часть

ТСХ проводили на пластинке «Silufol», проявитель—пары йода. ИК спектры снимались в вазелиновом масле на спектрометре UR-20, масс-спектры—на приборе МХ-1303. Температуры плавления определены на микронагревательном столике марки «Боециус».

1-(3,4-Диметоксифенил)-4-гидроксициклогексан-1-карбоновая кислота (II). Смесь 8,4 г (0,03 моля) оксинитрила I, 100 мл этиленгликоля и 120 г 40% водного едкого кали кипятят 8 ч. К раствору добавляют 900 мл воды и подкисляют конц. соляной кислотой. Экстрагируют 2 раза по 150 мл этилацетата, промывают водой, сушат сернокислым натрием и отгоняют растворитель, остаток перекристаллизовывают из смеси бензол-этилацетат (1:1). Выход 9 г (84,4%), т. пл. 165—167°. Найдено %: С 64,48; Н 7,22. $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_5$. Вычислено %: С 64,27; Н 7,19. ИК спектр, см^{-1} : 3350 (ОН); 3100—3300 (СООН); 1690 (СО). M^+ 280.

Ацетилирование 1-(3,4-диметоксифенил)-4-гидроксициклогексан-1-карбоновой кислоты. Смесь 2,8 г (0,01 моля) кислоты II, 30 мл пиридина и 15 мл уксусного ангидрида оставляют на ночь при комнатной температуре. Прибавляют 50 мл воды и экстрагируют 3 раза по 15 мл бензола, сушат сернокислым натрием. Отгоняют растворитель, остаток перекристаллизовывают из смеси бензол-эфир (1:1). Выход III 2,49 г (95,7%), т. пл. 160—162°. R, 0,38 (бензол-ацетон, 1:3). Найдено %: С 68,88; Н 6,65. $\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_4$. Вычислено %: С 68,68; Н 6,65. ИК спектр. см^{-1} : 1750 (СО). Масс-спектр: M^+ 262.

Лактон III получен кипячением смеси 2,8 г (0,01 моля) кислоты II и 1,8 г (0,015 моля) хлористого тионила в 50 мл бензола в течение 6 ч.

После отгонки растворителя и перекристаллизации из смеси бензол-эфир (1 : 1) выход 2,5 г (96,1%), т. пл. 160—162°.

цис-1-(3,4-Диметоксифенил)-4-гидроксициклогексан-1-карбоновая кислота (II). Смесь 2,6 г (0,01 моля) лактона III и 1,5 г едкого кали в 50 мл этиленгликоля кипятят 8 ч, добавляют 30 мл воды, подкисляют соляной кислотой. Кристаллы отфильтровывают и перекристаллизовывают из смеси бензол-этилацетат (1 : 1). Выход II 2,5 г (89,2%). R_f 0,61 (окись алюминия II степени активности, бензол—этилацетат—метанол, 2 : 1 : 0,5). Физико-химические константы совпадают с константами II.

Гидрохлориды диэтиламиноэтилового и пропилового эфиров 1-(3,4-диметоксифенил)-4-гидроксициклогексан-1-карбоновой кислоты (VI). К раствору 2 г (0,007 моля) кислоты II в 25 мл этилового спирта при перемешивании добавляют 0,28 г (0,007 моля) едкого натра в 10 мл спирта. Отфильтровывают кристаллы натриевой соли IV. Выход 2 г (95%). К раствору 0,007 моля IV в 25 мл диметилформамида прибавляют 0,0084 моля диэтиламиноэтил(пропил)хлорида V и нагревают 4 ч при 100°, отфильтровывают кристаллы, фильтрат отгоняют, остаток растворяют в эфире, промывают водой и сушат сернокислым натрем. Действием на эфирные растворы аминокислот VI эфирным раствором хлористого водорода получают гидрохлориды, которые перекристаллизовывают из спирта.

VI. $n=2$, выход 60%, т. пл. 149—150°, R_f 0,40 (бутанол—уксусная кислота—вода, 5 : 3 : 3). Найдено %: N 3,61; Cl 8,60. $C_{21}H_{34}NO_5Cl$. Вычислено %: N 3,37; Cl 8,52. ИК спектр, cm^{-1} : 3340 (OH), 1730 (C=O).

VI. $n=3$, выход 60%, т. пл. 158—160°, R_f 0,44 (бутанол—уксусная кислота—вода (5 : 3 : 3)). Найдено %: N 3,20; Cl 8,50. $C_{22}H_{36}NO_5Cl$. Вычислено %: N 3,12; Cl 8,23. ИК спектр, cm^{-1} : 3350 (OH), 1735 (C=O).

ՅԵՆՈՒԱԹՔՈՒՆԵՐԻ ԱԾԱՆՑՅԱԼՆԵՐ

XXXIV. 1-(3,4-ԴԻՄԵԹՕՔՍԻՖԵՆԻԼ)-4-ԶԻԴՐՕՔՍԻՑԻԿԼՈՂԵՔՍԱՆ ԿԱՐԲՈՆԱԹՔՎԻՍԻ ՔԱՆԻ ԱՄԻՆՈՒՅԹԵՐՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶԸ

Ա. Ա. ԱԴԵԿՅԱՆ, Լ. Շ. ՊԻՐՋԱՆՈՎ և Է. Ա. ՄԱՐԿԱՐՅԱՆ

1-(3,4-Դիմեթօքսիֆենիլ)-4-հիդրօքսիցիկլոհեքսան կարբօնաթթվի նիտրիլի օճառացումից էթիլենգլիկոլի միջավայրում ստացված է համապատասխան թթուն: Վերջինիս նատրիումական աղի և դիալկիլամինոալկիլքլորիդների փոխազդմամբ ստացված են ամինոէսթերները:

DERIVATIVES OF PHENOLIC ACIDS

XXXIV. SYNTHESIS OF SOME AMINOESTERS OF 1-(3,4-DIMETHOXYPHENYL)-4-HYDROXYCYCLOHEXANE CARBOXYLIC ACID

A. A. AGEKIAN, L. Sh. PIRJANOV and E. A. MARKARIAN

The corresponding acid has been obtained by the saponification of the nitrile of 1-(3,4-dimethoxyphenyl)-4-hydroxycyclohexane carboxylic acid in ethylene glycol. The interaction of its sodium salt with dialkylaminoalkylchlorides led to the formation of the corresponding aminoesters.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. A. V. Veston. J. Am. Chem. Soc., 68, 2345 (1946).
2. Ch. Tlifford, M. G. Van Campen, R. S. Shelton, J. Am. Chem. Soc., 69, 2902 (1947).
3. А. Л. Миджоян, Г. Т. Татевосян, С. Г. Агбальян, ДАН Арм.ССР, 27, 93 (1958).
4. А. А. Агебян, Л. Ш. Пурджанов, Э. А. Маркарян, Арм. хим. ж., 31, 589 (1978).
5. T. Yashiro, K. Yamada, H. Shirai, Chem. Pharm. Bull., 23, 2054 (1975).
6. С. А. Минасян, Е. А. Арпкебян, Э. С. Марошян, Э. А. Маркарян, Арм. хим. ж., 32, 294 (1979).

Армянский химический журнал, т. 36, № 2, стр. 123—127

УДК 66.047.355.048.37+66.015.23.001.57+66.0965

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА МАССООТДАЧИ В ГАЗОВОЙ ФАЗЕ В ПЕННОМ СЛОЕ

С. Н. ЕНГИВАРЯН, П. И. КОСТАНЯН, К. С. ТАМАНЯН,
Ж. М. КАКОЯН и С. Т. КОСТАНЯН

Институт общей и неорганической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 31 VII 1981

Определены значения коэффициента массоотдачи β_r в газовой фазе в зависимости от гидродинамических факторов в плоской модели пенного аппарата. Показана решающая роль флуктуирующей инерционных сил единицы массы жидкости на β_r .

Рис. 4, библиографических ссылок 16.

Процесс массоотдачи в газовой фазе изучен на одновременно протекающем с хемосорбцией процессе испарения воды из 1,8 н раствора NaOH в поток смеси CO₂ (3,0% об.) с воздухом в плоской модели пенного аппарата. Схема экспериментальной установки с плоской моделью пенного аппарата приведена в работе [1].

Поверхности контакта фаз (ПКФ): агрегатной—активная, ячейковой—пассивная (поверхность мелких пузырей и ячеек пены). ПКФ, образуемые в пенном слое, определены при помощи кино-фотосъемок [2], а критерий гидродинамического состояния структуры пенного слоя ϵ —записью пульсации перепада давления на слое [2, 3]. Их значения в исследованных пределах изменения гидродинамических факторов можно найти в работах [4, 5].

Для процесса изотермического испарения воды из раствора NaOH в поток смеси CO₂ с воздухом все сопротивление переносу сосредоточено в газовой фазе. Следовательно, общий коэффициент массопередачи можно считать равным коэффициенту массоотдачи в газовой фазе [6, 7].

Коэффициент массоотдачи в газовой фазе, отнесенный к единице площади решетки, вычислен по уравнению:

$$\beta_r A = \frac{W_r \cdot \gamma_r (X_2 - X_1) \cdot R \cdot T}{M \cdot \Delta \rho_{cp}}, \text{ м/с} \quad (1)$$

где β_r — коэффициент массоотдачи в газовой фазе, отнесенный к единице ПКФ, м/с; A — удельная ПКФ, отнесенная к единице площади