ARYLSULPHONIC ACID DERIVATIVES

XIII. SYNTHESIS AND BIOLOGICAL ACTIVITY OF MONO AND *bis*- β -CHLOROETHYLSULPHONAMIDES

L. A. GRIGORIAN, M. A. KALDRIKIAN, G. M. PARONIKIAN and L. G. AKOPIAN

Mono and *bis*- β -chloroethylamides of *p*-alkoxybenzenesulphonic acids have been synthesised and their antitumour, hypoglycemic and mutagenic properties have been studied.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. A. Giltman, F. S. Phillips, Science, 103, 409 (1946).
2. З. П. Сулкина. Противоопухолевые препараты. «Наукова думка», Изд. Киев, 1978, стр. 9.
3. W. C. J. Ross, J. G. Wilson, J. Chem. Soc., 1959, 3616; E. F. Pratt, J. Lascky, J. Am. Chem. Soc., 78, 4310 (1956); H. Brintzinge, K. Pfannstiel, H. Koddenbuch, Ber., 82, 389 (1949).
4. Л. Н. Воловельский, О. П. Васильевская, ЖОХ, 38, 42 (1968); С. В. Курган, С. А. Гуллер, А. А. Грузе, ХГС, 1965, 11; М. А. Калдрикян, А. А. Ароян, Арм. хям. ж., 23, 911 (1970).
5. O. M. Friedman, A. M. Sellman. J. Am. Chem. Soc., 70, 3082 (1948).
6. Т. С. Сафонова, ЖВХО, 18, 657 (1973).
7. B. Peezenik, J. Cancer, 6, 262 (1952).
8. E. A. Jones, W. H. Wilson, J. Chem. Soc., 1949, 547.
9. В. А. Чернов, Методы экспериментальной химиотерапии, Изд. «Медицина», М., 1971, стр. 357.
10. Г. М. Пароникян, Л. Г. Акоюн, Г. А. Дарбинян, Э. А. Тумасян, Генетика, 13, 1621 (1977).

Армянский химический журнал, т. 36, № 3, стр. 181—184 (1983 г.)

УДК 547.12

СИНТЕЗ И ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОЛИЭДРИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

VI. О ПРОДУКТАХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ХЛОРАНГИДРИДОВ КИСЛОТ С УРОТРОПИНОМ

Ц. Е. АГАДЖАНЯН, Г. Г. МИНАСЯН и Р. Ж. ШАХНАЗАРЯН

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

Поступило 24 II 1982

Установлено, что в зависимости от характера хлорангидрида уротропин образует либо 1,3,5-триацилгексагидро-сим-м-триазин, либо 3,7-диацил-1,3,5,7-тетраазабицикло-(3,3,1)нонан или их смесь.

Табл. 1, библиографические ссылки 13.

Известно, что уротропин (I) реагирует с хлорангидридами бензойной [1, 2] и арилсульфо-кислот [3, 4], однако полученные при этом результаты противоречивы. В продолжение исследований в этой области [5, 6] нами установлено, что хлорангидриды уксусной, пропионовой,

(аром), 1680 (C=O амид), 1730, 1780 (C=O имид) и IIIб. 1600 (аром), 1680 (C=O амид), 3200—3370 (NH) не отличаются от спектров IV а, б.

Экспериментальная часть

ПМР спектры сняты в CDCl_3 на приборе «Varian T-60» с использованием в качестве внутреннего стандарта ТМС, масс-спектры—на масс-спектрометре МХ-1320, ИК спектры—на спектрофотометре UR-20 в вазелиновом масле. ТСХ проведена на силуфоле UV-254 в системах: *n*-пропанол—вода, 7 : 3 (А); гексан—ацетон, 1 : 1 (Б); *n*-бутанол—уксусная кислота—вода, 3 : 1 : 1 (В). Проявитель—пары йода.

1,3,5-Триацилгексагидро-симм-триазины (IIа-д). К раствору 0,05 моля I в смеси 150 мл ТГФ и 40 мл воды прибавляют бикарбонат натрия до расслоения. Добавляют при перемешивании в течение 0,5 ч 0,2—0,25 моля хлорангидрида акриловой (добавляют немного гидрохинона), уксусной, пропионовой, β -хлорпропионовой кислот или этилового эфира хлоругольной кислоты и перемешивают еще 2—4 ч. Слой ТГФ упаривают, остаток кристаллизуют эфиром (б, в, д) или водой (а, г) и перекристаллизовывают из воды (а, б, в) (табл.).

Таблица

1,3,5-Триацилгексагидро-симм-триазины (II, III) и 3,7-диацил-1,3,5,7-тетраазабенцикло(3,3,1)нонаны (IV)

Соединение	Выход, %	Т. пл., °С	R _f	Найдено, %				Вычислено, %			
				C	H	N	Cl/S	C	H	N	Cl/S
IIa	65	96—97*	0,43 (А)	50,44	7,48	20,06		50,70	7,04	19,71	
IIб	70	173—174**	0,62 (А)	56,40	8,20	16,61		56,47	8,23	16,47	
IIв	60	>100***	0,22 (Б)	58,22	6,40	17,05		57,82	6,06	16,86	
IIг	75	163—165****	0,50 (Б)	40,19	5,16	11,88	29,21	40,19	5,06	11,72	29,66
IIд	60	102—103*****	0,62 (Б)	47,10	6,89	14,03		47,52	6,98	13,85	
IIIa	25	372 (разл.)		60,99	1,28	12,60		61,11	3,61	12,96	
IIIб	3	350 (разл.)		50,54	5,23	11,50		50,00	5,00	11,68	
IVa	44	173—174	0,52 (В)	60,00	3,96	16,85		59,76	4,38	16,71	
IVб	30	123—125	0,80 (В)	50,44	5,27	14,54	11,61	50,18	5,45	15,27	11,63

* Т. пл. 96—98° [9], ** т. пл. 170—173° [12], *** полимеризуется >100° [10, 11], **** т. пл. 164° [10], ***** т. пл. 101—102° [13].

Взаимодействие I с хлорангидридами фталил- и тозилглицина (III, IV). К раствору 0,01 моля I в 50 мл диоксана при нагревании по каплям в течение 3 ч прибавляют 0,05 моля хлорангидрида фталил- или тозилглицина в 30 мл диоксана. Продолжают нагревание еще 15 ч, рН раствора с помощью триэтиламина поддерживая нейтральным. Фильтруют, осадок промывают водой, раствором соды, водой (III). К фильтрату прибавляют воду до тех пор, пока выпадет осадок. Фильтруют, промывают осадок несколько раз водой, раствором соды, водой и перекристаллизовывают из изопропанола (IV) (табл.).

ՊՈԼԻԷՂԻԿ ՄԻԱՑՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ ՄԻՆԹԵՋԸ ԵՎ ՓՈԽԱՐԿՈՒՄՆԵՐԸ

VI. ՈՒՐՈՏՏՐՈՊԻՆԻ ՀԵՅ ԲԹՈՒՆԵՐԻ ՔԼՈՐԱԼԶԻԴՐԻԿՆԵՐԻ ՓՈԽԱՋԻԵՑՈՒԹՅԱՆ ԱՐԴԱՍԻՔՆԵՐԻ ՄԱՍԻՆ

Յ. Ե. ԱՂԱՋԱՆՅԱՆ, Հ. Գ. ՄԻՆԱՍՅԱՆ և Ռ. Ժ. ՇԱՀՆԱՋԱՐՅԱՆ

Ուսումնասիրված է տարբեր թթուների քլորանհիդրիդների ազդեցությունը սրտտրոպինի վրա: Ցույց է տրված, որ կախված քլորանհիդրիդի բնույթից առաջանում են 1,3,5-տրիացիլհեքսահիդրո-սիմ-տրիազին, 3,7-դիացիլ-1,3,5,7-տետրաազաբիցլո(3,3,1) նոնան կամ նրանց խառնուրդը:

SYNTHESIS AND TRANSFORMATIONS OF POLYHEDRAL COMPOUNDS

VI. ON THE PRODUCTS OF INTERACTION OF ACID CHLORIDES WITH UROTROPINE

Ts. Ye. AGAJANIAN, G. G. MINASSIAN and R. Zh. SHAKHNAZARIAN

The action of various acid chlorides on urotropine has been studied. It has been shown that 1,3,5-triacylhexahydro-*sym*-triazine, 3,7-diacyl-1,3,5,7-tetraazabicyclo(3,3,1)nonane or their mixture is obtained depending upon the nature of the acid chloride.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. P. Duden, M. Scarf, Ann. 288, 218 (1895).
2. M. Dominkiewicz, Arch. Chem. Farm., 1935, 78; C. A., 30, 1029 (1936).
3. E. Hug, Bull. soc. chim., 1934, 1004; C. A., 29, 752 (1935).
4. A. F. McKay, G. F. Wright, J. Am. Chem. Soc., 68, 2116 (1946).
5. Ս. Է. Ագաճանյան, Գ. Գ. Մինասյան, Արմ. քիմ. շ., 34, 74 (1981).
6. Ս. Է. Ագաճանյան, Գ. Գ. Մինասյան, Արմ. քիմ. շ., 35, 315 (1982).
7. L. McMaster, J. Am. Chem. Soc., 56, 204 (1934).
8. L. Stefanlak, T. Urbanski, M. Witanowski, H. Januszewski, Roczn. Chem., 43, 1687 (1969).
9. M. A. Gradsten, M. W. Pollok, J. Am. Chem. Soc., 70, 3079 (1948).
10. R. Wegler, A. Ballauf, Ber., 81, 527 (1948).
11. T. L. Gresham, T. R. Steadman, J. Am. Chem. Soc., 71, 1872 (1949).
12. W. D. Emmons, H. A. Rolewicz, W. N. Cannon, R. M. Ross, J. Am. Chem. Soc., 74, 5524 (1952).
13. C. S. Marvel, J. R. Elliott, F. E. Boettner, H. Yuska, J. Am. Chem. Soc., 68, 1681 (1946).