

1. Dr. C. Janssen, Pat. Fr., 1, 344, 366 (1963).
2. И. Н. Назаров, В. М. Романов, Изв. АН СССР, ОХН, 559 (1940).
3. А. Г. Паноян, Г. М. Аветисян, В. А. Мнацаканян, Т. А. Асатрян, С. А. Вартамян, Р. Г. Бороян, С. Г. Батраков, Биоорганич. хим., 5, 242 (1979).

Армянский химический журнал, т. 37, № 11, стр. 725—728 (1984 г.)

УДК 547.56+547.564.4

β-ФЕНИЛ-β-АМИНОЭТАНОЛЫ

С. М. ДАВТЯН, Г. Л. ПАПАЯН и В. П. АКОПЯН

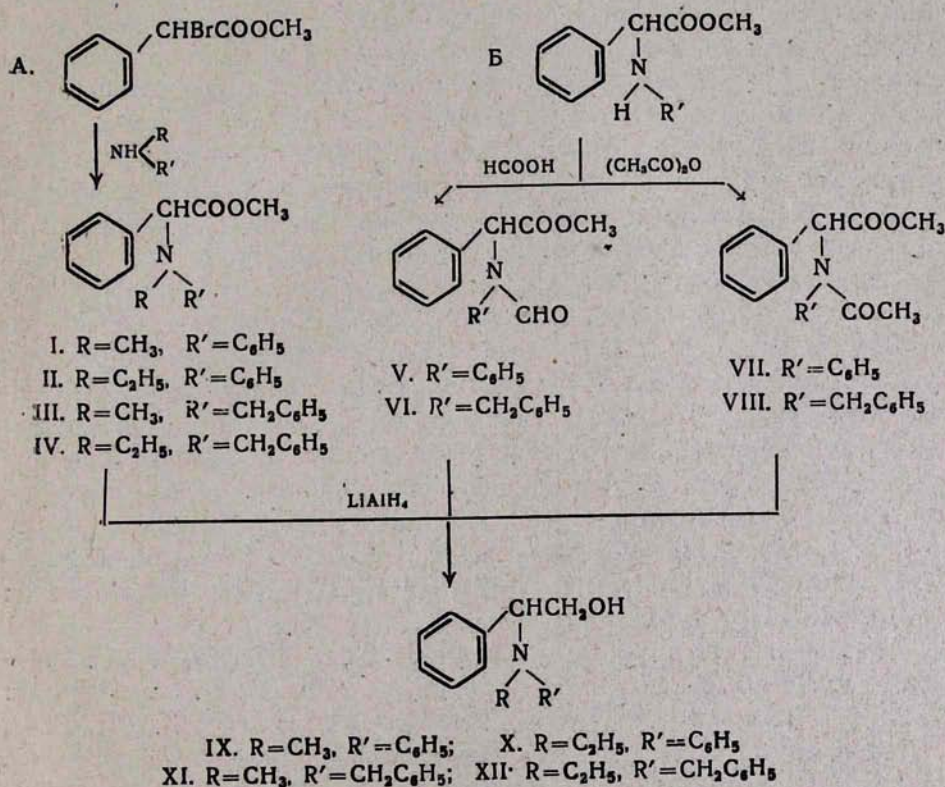
Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миджояна

АН Армянской ССР, Ереван

Ереванский медицинский институт

Поступило 17 X 1983

В продолжение начатых работ [1] в настоящем сообщении описываются два метода синтеза новой группы β-фенил-β-аминоэтанолов по схеме.



По методу А метиловые эфиры аминифенилуксусных кислот получены конденсацией метилового эфира α-бромфенилуксусной кислоты с соответствующими аминами (I—IV). По методу же Б ранее синтези-

рованные метиловые эфиры α -аминофенилуксусных кислот (I) подвергнуты формилированию или ацетилированию в V—VIII. Восстановление обоих рядов соединений алюмогидридом лития привело к идентичным аминокэтанолам IX—XII, причем выходы почти одинаковы.

Фармакологическое исследование гидрохлоридов соединений I—IV, IX—XI, проведенное на кафедре фармакологии Ереванского медицинского института, показало, что они слабо действуют на артериальное давление, мозговое кровообращение и на тонус кишечника кошек и кроликов. Гидрохлориды соединений IX—XII обладают незначительной мутагенной активностью.

В ИК спектрах соединений I—IV имеются полосы поглощения фенильного кольца ($1590\text{--}1610\text{ см}^{-1}$), сложноэфирной группы ($1720\text{--}1760\text{ см}^{-1}$), а в спектрах аминокэтанолов—широкая полоса поглощения спиртового гидроксила в области $3300\text{--}3450\text{ см}^{-1}$,

Экспериментальная часть

ИК спектры сняты на приборе UR-20 в вазелиновом масле.

Метиловые эфиры α -аминофенилуксусных кислот I—IV. К раствору 22,9 г (0,1 моля) метилового эфира α -бромфенилуксусной кислоты и каталитического количества иодистого натрия в 100 мл сухого бензола при перемешивании добавляют по каплям 0,2 моля соответствующего амина. Смесь кипятят 20 ч, отфильтровывают образовавшийся гидробромид исходного амина, фильтрат подкисляют разбавленной соляной кислотой (1:1). Водный слой отделяют и нейтрализуют углекислым натрием. Выделившееся масло экстрагируют эфиром, сушат над безводным сернокислым натрием. После отгонки растворителя остаток перегоняют в вакууме. Гидрохлориды получены прибавлением эфирного раствора хлористого водорода к эфирному раствору I—IV, очищают осаждением из спиртового раствора эфиром (табл. 1).

Метиловый эфир N-формиланилинофенилуксусной кислоты V. К раствору 24,1 г (0,1 моля) метилового эфира α -анилинофенилуксусной кислоты в 250 мл 85% муравьиной кислоты при перемешивании добавляют по каплям 85 мл уксусного ангидрида при $50\text{--}55^\circ$. Перемешивание продолжают еще 30 мин при той же температуре, затем 2 ч при комнатной температуре. К смеси добавляют 80 мл ледяной воды, экстрагируют эфиром, высушивают над безводным сернокислым натрием, отгоняют растворитель и остаток перегоняют в вакууме. Выход 22,9 г (85, 1%), т. кип. $218\text{--}223^\circ/4\text{ мм}$. R_f 0,81 (Al_2O_3 , хлороформ, ацетон—3:1). Найдено %: C 71,74; H 5,14; N 5,61. $\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{NO}_3$. Вычислено %: C 71,38; H 5,57; N 5,20.

Соединение VI получено аналогично. Выход 72,3%, т. кип. $234\text{--}238^\circ/4\text{ мм}$. R_f 0,73 (Al_2O_3 , хлороформ, ацетон—2:1). Найдено %: C 72,32; H 6,24; N 5,23. $\text{C}_{17}\text{H}_{17}\text{NO}_3$. Вычислено %: C 72,09; H 6,01; N 4,94.

Метиловый эфир N-ацетиланилинофенилуксусной кислоты VI. Смесь 24,1 г (0,1 моля) метилового эфира α -анилинофенилуксусной кислоты, 11,9 г (0,117 моля) уксусного ангидрида, 4,25 г (0,05 моля) растертого в порошок ацетата натрия и 150 мл сухого бензола при перемешивании кипятят 6 ч. После охлаждения содержимое колбы выливают в

Метилловые эфиры α -аминофенилуксусных кислот I—IV

Соедине- ние	Выход, %	Т. кип., °C/мм	Т. пл., °C	R_f^*	Т. пл. гидро- хлорида, °C	Найдено, %				Вычислено, %			
						C	H	N	Cl ⁻	C	H	N	Cl ⁻
I	77,1	195—196/4	47—48	0,58	155—156	75,57	6,34	5,37		75,29	6,67	5,49	
II	66,2	193—194/3	—	0,60	169—170	76,46	6,61	5,02		75,83	7,06	5,20	
III	77,2	200—205/4	55—56	0,68	161—162	66,59	6,42	4,72	11,59	66,77	6,52	4,58	11,62
IV	61,5	185—190/2	42—43	0,44	151—152	68,00	7,15	4,59	11,29	67,60	6,89	4,38	11,10

* ТСХ на Al_2O_3 II ст. активности, элюат—хлороформ: бензол, 1:1 (I, II) и на силуфол. Элюат—хлороформ: ацетон: эфир, 5:3:1 (III, IV).

Таблица 2

 β -Фенил- β -аминоэтанола (IX—XII)

Соедине- ние	Выход, %	Т. кип., °C/мм	R_f^*	Т. пл.* гидро- хлорида, °C	Найдено, %				Вычислено, %			
					C	H	N	Cl ⁻	C	H	N	Cl ⁻
IX	82,4	210—211/3	0,54	169—170	68,59	6,62	5,38	13,64	68,31	6,83	5,32	13,47
X	98,3	194—197/4	0,59	173—174	68,80	7,56	4,75	13,25	69,16	7,20	5,04	12,79
XI	87,6	196—198/3	0,53	126—127	69,42	7,38	5,20	12,70	69,15	7,20	5,04	12,79
XII**	89,5	190—195/2	0,58	151—152	69,63	7,70	5,45	12,22	69,99	7,54	4,80	12,18

* ТСХ на Al_2O_3 II ст. активности, элюат—хлороформ: ацетон, 1:1.

** Т. пл. основания 68—69°.

стакан с 200 мл холодной воды, отделяют бензольный слой, промывают 100 мл 5% раствора углекислого натрия, затем водой. После удаления растворителя остаток перегоняют в вакууме. Выход 40,6 г (71,4%), т. кип. 200—205°/2 мм, т. пл. 73—74°. R_f 0,85 (Al_2O_3 , хлороформ, ацетон—5:1). Найдено %: С 71,47; Н 6,36; N 5,01. $C_{17}H_{17}NO_3$. Вычислено %: С 72,09; Н 6,01; N 4,94.

Аналогично получено соединение VIII. Выход 87,5%, т. кип. 188—190°/6 мм. R_f 0,8 (Al_2O_3 , хлороформ, ацетон—1:1). Найдено %: С 72,42; Н 6,52; N 5,51. $C_{18}H_{19}NO_3$. Вычислено %: С 72,72; Н 6,40; N 4,72.

β -Фенил- β -аминоэтанолы (IX—XII). а) К перемешиваемому раствору 5,7 г (0,15 моля) АГЛ в 150 мл сухого эфира прикапывают эфирный раствор 0,1 моля метилового эфира α -аминофенилуксусной кислоты. Смесь кипятят на водяной бане 24 ч, охлаждают и осторожно разлагают водой. Эфирный слой отделяют, осадок тщательно промывают эфиром. Сушат над безводным сернокислым натрием и после удаления растворителя остаток перегоняют в вакууме.

б) К перемешиваемому раствору 11,4 г (0,3 моля) АГЛ в 300 мл сухого эфира постепенно прибавляют эфирный раствор 0,1 моля метилового эфира α -N-формил(ацетил)аминофенилуксусной кислоты. Дальнейшую обработку проводят по вышеописанному способу. Прибавлением эфирного раствора хлористого водорода к эфирному раствору IX—XII, синтезированных по способам А и Б, получены соответствующие гидрохлориды, смешанная проба которых не дает депрессии т. пл. Очистку гидрохлоридов проводят осаждением из спиртового раствора эфиром (табл 2).

ЛИТЕРАТУРА

1. С. М. Давтян, Г. Л. Папаян, С. Н. Асратян, Арм. хим. ж., 23, 251 (1970).

Армянский химический журнал, т. 37, № 11, стр. 728—730 (1984 г.).

УДК 54.541.64 : 678/68+547.58

ИЗУЧЕНИЕ ОТВЕРЖДЕНИЯ ЭПОКСИДНОЙ СМОЛЫ АНГИДРИДАМИ ВИНИЛБЕНЗОЙНЫХ КИСЛОТ МЕТОДОМ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ РЕЛАКСАЦИИ

Д. Н. ОГАНЕСЯН, С. С. НИКОГОСЯН, Т. Г. КАРАПЕТЯН
и Г. М. ПОГОСЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 12 X 1983

Ранее [1] проведена полимеризация ангидридов винилбензойных кислот (АВБК) и показано, что при этом образуются неплавкие и нерастворимые термостойкие полимеры. Кроме того, *о*- и *м*-АВБК предложены в качестве эффективных отвердителей для эпоксидных композиций горячего отверждения [2]. В работе [3] изучено отверждение