

Ацетилирование гликозида уксусным ангидридом в пиридине приводит к перацетату—бесцветному аморфному веществу состава $C_{47}H_{54}O_{24}$, т. пл. $84-86^\circ$, $[\alpha]_D^{25} -48,7^\circ$ (1,62, хлороформ), R_f 0,2 (хлороформ-эфир, 17:3); 0,83 (хлороформ-метанол, 9:1).

Сопоставление данных элементного анализа, ТСХ, ИК, УФ, 1H , ^{13}C ЯМР и масс-спектров гликозида (и его перацетата) с таковыми образца вербаскозида (и его перацетата), выделенного из *Verbascum georgicum* Benth. [3], показало их идентичность. Вербаскозид- β -(3',4'-дигидроксифенил)этил-О- α -L-рамнопиранозил (1 $\rightarrow$ 3)- β -D-(4-О-кофеил)-глюкопиранозид в семействе яснотковых обнаружен впервые.

ЛИТЕРАТУРА

1. Оганесян Г. Б., Мнацаканян В. А. — Химия природ. соедин., 1977, № 2, с. 215.
2. Gacs-Baitz E., Radics L., Oganessian G. B., Mnatsakanian V. A. — Phytochem. 1978, v. 17, № 11, p. 1967.
3. Агабабян Э. Ю., Арутюнян Л. С., Мнацаканян В. А., Гач-Байтц Э., Радич Л. — Арм. хим. ж., 1985, т. 38, № 11, с. 709.

Армянский химический журнал, т. 42, № 1, стр. 59—60 (1989 г.)

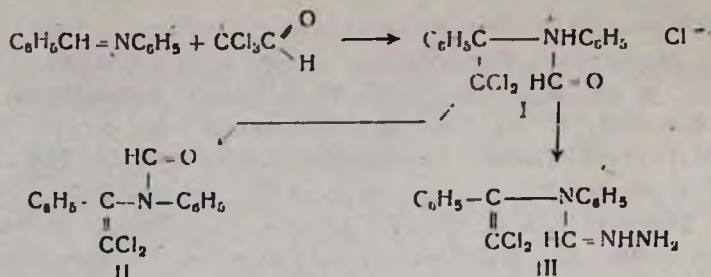
ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

УДК 547.446+547.551+547.571

РЕАКЦИЯ БЕНЗАЛЬАНИЛИНА С ХЛОРАЛЕМ

Электрофильное присоединение хлорала по двойной связи замещенных этиленов приводит к хлороспиртам [1]. С целью изучения поведения $C=N$ -связи в реакции с хлоралем нами исследовано взаимодействие последнего с шиффовыми основаниями. Найдено, что бензальанилин не взаимодействует с хлоралем при комнатной температуре, а также при кипячении в эфире и бензоле. Лишь при сплавлении ($120-140^\circ$) или кипячении в ледяной уксусной кислоте образуется соединение, в ИК спектре которого зафиксировано отсутствие полосы поглощения $C=N$ -связи бензальанилина и возникновение новых полос поглощения, характерных для $C=CCl_2$ связи [2], сопряженной с ароматическим ядром и аммониевой группой, а также для N-формильной группы.

Согласно данным элементного анализа, полученное соединение является аддуктом 1:1 и содержит три атома хлора, один из которых—ионный. Приведенные спектрально-аналитические данные хорошо согласуются со структурой I. Взаимодействием гидрохлорида I с водно-спиртовым раствором аммиака получено основание II. Реакцией соединений I и II с избытком гидразингидрата получен гидразон III.



Гидрохлорид α -(*N*-формиланилино)- β,β -дихлорстирола (I). К раствору 1,81 г (0,01 моля) бензальанилина в ледяной уксусной кислоте (5 мл) прибавили 1,47 г (10 ммоль) хлораля и кипятили 5 ч. После охлаждения реакционную смесь, перемешивая, вылили на сухой эфир (300 мл), осадок фильтровали, кипятили в ацетоне (20 мл) и фильтровали горячим. Получили 2,45 г (90%) гидрохлорида I в виде темно-зеленого порошка с т. пл. $>360^\circ$. Найдено %: C 55,2; H 4,1; Cl 31,9; Cl⁻ 10,9; N 4,5. C₁₅H₁₂Cl₂NO. Вычислено %: C 54,8; H 3,7; Cl 32,4; Cl⁻ 10,8; N 4,3. R_f 0,63 (силуфол, ацетон, пары йода). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1690, 2730 (CH=O); 1595, 1590, 760, 740, 705 (C=C аром.); 1510 (C=CCl₂); 3070 (C—H). УФ спектр, λ_{max} , нм (спирт): 206, 248, 325.

α -*N*-формиланилино- β,β -дихлорстирол (II). Т. пл. $>360^\circ$. Найдено %: Cl 24,2; N 5,1. C₁₅H₁₁Cl₂NO. Вычислено %: Cl 24,3; N 4,8. R_f 0,70 (силуфол, ацетон, пары йода). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1680, 2735 (CH=O); 1600, 1590, 760, 740, 705 (C=C аром.); 1515, 1510 (C=CCl₂); 3070 (C—H). УФ спектр, λ_{max} , нм (спирт): 208, 248, 325.

Гидразон α -(*N*-формиланилино)- β,β -дихлорстирола (III). Т. пл. 155°. Найдено %: Cl 23,3; N 13,6. C₁₅H₁₃Cl₂N₃. Вычислено %: Cl 23,2; N 13,7. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1630 (C=N); 1590, 760, 740, 705 (C=C аром.); 1515 (C=CCl₂); 3070 (C—H); 3200, 3380 (NH₂). УФ спектр, λ_{max} , нм (спирт): 206, 256.

ЛИТЕРАТУРА

1. Bryon Gill U., Wallace B. — J. C. S. Chem. Comm., 1977, № 11, p. 380, 1982.
2. Беллами Л. — Новые данные по ИК спектрам сложных молекул. М., Мир, 1971, с. 37.

С. А. АГБАЛЯН,
Г. С. МИКАЕЛЯН,
Ф. С. КИНОЯН,
С. М. АТАШЯН

Институт органической химии
АН Азмянской ССР, Ереван

Поступило 22 V 1987