

sised in the low-temperature plasma as well as by the ceramic method. It has been shown that X-ray and nuclear γ -resonance spectrum of the compounds are identical being independent of the route of synthesis.

In $Zn_2Ti_{1-x}Sn_xO_4$ system the permanent series of solid solutions crystallizing in cubic spinel-type structures have been detected.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. 52—8514, 1977, Япония (Р. Масацугу, М. Иосихиро, С. Хирочи) — Изобретения за рубежом, вып. 49, № 12 (1977).
2. Пат. 53—1756, 1978, Япония (О. Такаси, О. Сигео, О. Юдзо) — Изобретения в СССР и за рубежом, вып. 112, № 24 (1978).
3. Горощенко Я. К. — Химия титана. Киев, Наукова думка, 1970, 415 с.
4. Nogles M., Polx P. — *Ann. Chim. (France)*, 1972 (1973), v. 7, № 5, p. 301.
5. Barbers V. A. M. — *Phys. Status Solidi (a)*, 1972, v. 12, № 2, p. 629.
6. Шеноткин А. А., Захаров Г. Г., Чуфаров Г. И. — Неорг. материалы, 1969, т. 5, № 11, с. 1953.
7. Журавлев Г. И. — Химия и технология ферритов. Л., Химия, 1970, 191 с.
8. Григорян Р. А., Ованесян Н. С., Бабалян Г. Г., Григорян Л. А. — В сб. «Материалы четвертого республиканского совещания по неорганической химии», Ереван, ЕГУ, 1976, с. 165.
9. Cholsent J., Deschaveres A., Roven B. C. — *C. r. Acad. Sci.*, 1968, C266, № 8, p. 543.
10. Миркин Л. И. — Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М., Физ-мат. лит., 1961, с. 436.
11. Wells A. F. — *Structural Inorganic Chemistry*, Oxford Claredon Press, 1962, p. 488.
12. Химические применения мессбауэровской спектроскопии/Под ред. В. И. Гольданского и Л. М. Крижанского. М., Мир, 1970, с. 156.

Армянский химический журнал, т. 42, № 4, стр. 236—240 (1989 г.)

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 547.582.4+547.541.521.1/3

ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛСУЛЬФОНОВЫХ КИСЛОТ.

XVII. СИНТЕЗ N[γ -(4-N',N'-ДИЗАМЕЩЕННЫХ СУЛЬФАМОИЛФЕНИЛ)АЛКИЛ]АМИДОВ 4-АЛКОКСИБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

Л. А. ГРИГОРЯН, М. А. КАЛДРИКЯН и Р. В. ПАРОНИКЯН

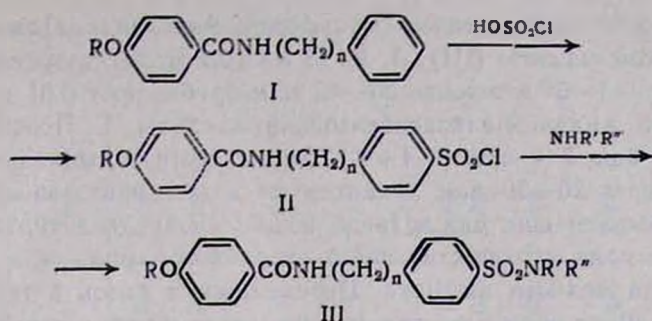
Институт тонкой органической химии им. А. Л. Миджояна
АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 9 VI 1987

Сульфохлорированием амидов 4-алкоксибензойных кислот получены соответствующие сульфонилхлориды, которые действием различных аминов переведены в N[γ -(4-N',N'-дизамещенные сульфамоилфенил)алкил]амиды 4-алкоксибензойной кислоты.

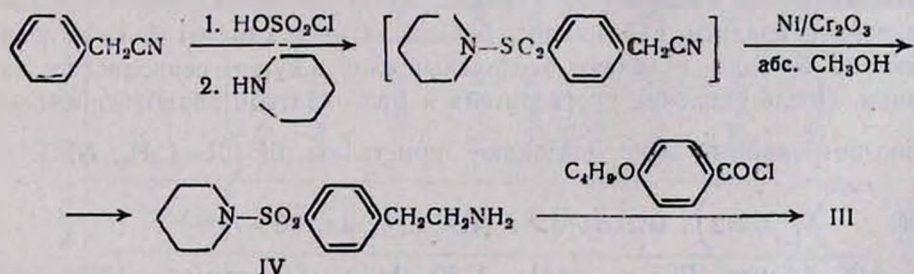
Табл. 1, библи. ссылок 5.

В продолжение исследований в области сульфонамидов, обладающих множеством ценных фармакологических свойств [1—3], в настоящей работе описан синтез новых амидов III по схеме:



Исходные амиды I синтезированы взаимодействием хлорангидридов 4-алкоксибензойных кислот с анилином, бензил- и фенэтиламинами в среде бензола аналогично [4]. Сульфохлорирование I проведено избытком свежеперегнанной хлорсульфоновой кислоты при -4 — -6° . Однако полученные хлорангидриды II выделены в виде эфирного раствора и не охарактеризованы из-за их неустойчивости. Амиды III не удалось получить взаимодействием эфирного раствора II с эквимольным количеством вторичных аминов в среде пиридина. Применение же избытка вторичных аминов в отсутствие пиридина приводит к получению III с низкими выходами (10—12%). Впоследствии выход III удалось повысить до 20—40% при непосредственном введении II, без выделения, в реакцию с аминами.

С целью дальнейшего повышения выхода III нами изучен также другой путь синтеза [5], заключающийся во взаимодействии *n*-аминоэтилбензолсульфонамида IV с хлорангидридом 4-бутоксibenзойной кислоты по схеме:



Однако выход III в этом случае оказался также низким. Строение III подтверждено данными элементного анализа, ИК и масс-спектров, чистота проверена хроматографически.

Биологические исследования показали, что эти соединения не проявляют антибактериальной активности в отношении стафилококка и дизентерийной палочки при испытании чашечным методом. Некоторые из них при высокой дозе обладают слабовыраженной мутагенной активностью.

Экспериментальная часть

ТСХ осуществляли на пластинках «Silufol-254», проявление в УФ-свете. ИК спектры регистрировались на приборе UR-20, масс-спектры — на приборе МХ-1303, ионизирующее напряжение 30 эВ.

N-[γ -(4-N'N'-дизамещенные сульфамонилфенил)алкил]амиды 4-алкоксибензойной кислоты (III). А. К. 13 мл (0,2 моля) хлорсульфоновой кислоты при $-4-6^{\circ}$ в течение 30—40 мин прибавляют 0,01 моля соответствующего амида 4-алкоксибензойной кислоты I. Перемешивание продолжают еще 2 ч при $(-4+4^{\circ})$. Затем раствор выливают в ледяную воду, через 20—30 мин декантируют воду, образовавшиеся кристаллы промывают еще раз ледяной водой, вновь декантируют и прибавляют 0,1 моля соответствующего вторичного амина или насыщенного раствора водного аммиака. Перемешивают смесь в течение 2 ч, прибавляют 20 мл воды, кристаллы отфильтровывают и перекристаллизовывают из 50% спирта (табл.).

Б. К 13 мл (0,2 моля) хлорсульфоновой кислоты при -10° прикльпывают 6 г (0,05 моля) цианистого бензила и перемешивают 1,5 ч. Затем смесь постепенно наливают в стакан с мелкоиздробленным льдом. Выпавшие кристаллы сульфохлорида отфильтровывают, промывают ледяной водой и прибавляют к 12 мл (0,2 моля) пиперидина. Нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Добавляют 25 мл воды, коричневатые кристаллы отфильтровывают, промывают холодной водой, растворяют в 60 мл насыщенного аммиачного раствора метанола, помещают в качающийся автоклав, прибавляют 4 г катализатора—никеля на окиси хрома и проводят восстановление при 80 атм, 120° в течение 4—5 ч. Гидрогенизат отфильтровывают, отгоняют метанол, а остаток перегоняют в вакууме. Выход пиперидиламида *n*-(2-аминоэтил) бензолсульфокислоты (IV) 1,3 г (10%), т. к. 115—118°/1 мм. Найдено %: N 10,72; S 11,64. $C_{13}H_{20}N_2O_2S$. Вычислено %: N 10,44; S 11,94. К 1,07 г (0,004 моля) амина IV в 5 мл абс. бензола прибавляют по каплям 0,42 г (0,002 моля) хлорангидрида 4-бутоксibenзойной кислоты в 5 мл абс. бензола. Смесь кипятят 5 ч, прибавляют 15 мл воды, отделяют бензольный слой и сушат сернокислым натрием. После удаления растворителя и многократной обработки смесью эфир-петролейный эфир выделяют кристаллы III ($R=C_4H_9$, $NR'R''=$

$=N\langle \bigcirc \rangle$, $n=2$). Выход 0,1 г (12%). т. пл. $70-72^{\circ}$.

ИК спектр III, ν , cm^{-1} : 1150—1160 (SO_2 симм.), 1350—1360 (SO_2 асимм.), 1566—1600 ($C=C$ аром.), 1635 ($C=O$ амид.), 3270—3380 (NH амид.).

Масс-спектр III ($R=C_2H_5$, $NR'R''=N\langle \bigcirc \rangle$), m/z : 121 (40). ($C_2H_5OC_6H_4$), 149 (100) ($C_2H_5OC_6H_4CO$), 178 (15) ($C_2H_5OC_6H_4CONHCH_3$), 84 (60) ($N\langle \bigcirc \rangle$).

Таблица

N[γ-(4-N',N'-дизамещенные сульфамонилфенил)алкил]амиды 4-алкоксибензойной кислоты (III)

R	NR'R''	n	Выход, %	T. пл., °C	R _f	Элемент	Найдено, %		Вычислено, %	
							N	S	N	S
C ₂ H ₅	NH ₂	1	38	178—179	0,73	бенз. : ац. = 1 : 2	8,70	9,90	8,37	9,58
C ₂ H ₅		1	37	84—85	0,70	бенз. : ац. = 1,5 : 1	7,17	8,28	6,96	7,96
C ₃ H ₇		0	25	масло	0,83	мет. : бенз. = 2 : 1	6,59	8,14	6,96	7,96
C ₃ H ₇		1	20	110—111	0,71	бенз. : ац. = 1 : 1	7,02	8,00	6,72	7,63
C ₂ H ₅ *	N(CH ₂ CH ₂ Cl) ₂	1	20	186—187	0,65	бенз. : ац. = 1,5 : 1	5,65	6,72	5,91	6,77
C ₄ H ₉	NH ₂	1	40	182—183	0,62	бенз. : ац. = 1,5 : 1	7,46	8,79	7,72	8,84
C ₄ H ₉	N(C ₂ H ₅) ₂	1	33	119—120	0,67	бенз. : мет. = 1 : 1	6,45	7,35	6,69	7,66
C ₄ H ₉		1	30	74—75	0,80	бенз. : ац. = 1 : 2	6,40	7,43	6,50	7,44
C ₄ H ₉		1	28	70—71	0,68	бенз. : ац. = 1 : 2	6,38	7,39	6,47	7,41
C ₄ H ₉		2	24	129—130	0,66	бенз. : мет. = 1 : 1,5	6,36	7,57	6,33	7,21

* Cl_{найд.} = 14,60; Cl_{выч.} = 14,97.

ԱՐԻԼՍՈՒԼՖՈՆԱԹՔՎԻ ԱՇԱՆՑՑԱԼՆԵՐ

XVII. N[γ -(4-N',N'-երկսեղակակալստ սոուլստոուլսեուլ)ակուլ]
ԱՄԻՆՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶ

Լ. Ա. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ, Մ. Հ. ԿԱԼԴՐԻԿՅԱՆ և Ռ. Վ. ՊԱՐՈՆԻԿՅԱՆ

4-Ալկօքսիբենզոյական թթվի ամիդների և քլորսուլֆոնաթթվի փոխազդ-
մամբ ստացված են քլորանհիդրիդներ, որոնք ամինների ազդեցությամբ վեր-
են ածված համապատասխան ամիդներ:

ARYLSULFONIC ACID DERIVATIVES

XVII. SYNTHESIS OF N[γ -(4-N',N'-DISUBSTITUTED
SULFAMOYLPHENYL)ALKYL]AMIDES OF 4-ALKOXYBENZOIC ACIDS

L. A. GRIGORIAN, M. H. KALDRIKIAN and R. V. PARONIKIAN

By sulfochlorination of 4-alkoxybenzoic acids the corresponding
sulfonylchlorides have been obtained and then have been converted into
N[γ -(4-N',N'-disubstitutedsulfamoylphenyl)alkyl]-amides under the action
of amines.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Григорян Л. А., Калдрикан М. А., Пароникян Г. М., Акопян Л. Г. — Арм. хим. ж., 1983, т. 36, № 11, с. 722.
2. Засосов В. А. — Сборник трудов ВНИХФИ, М., 1971, с. 105.
3. Gagin Fb., Behesl E. — Farmacia, 1969, v. 17, p. 169.
4. Калдрикан М. А., Геболян В. А., Тер-Захарян Ю. З., Пароникян Р. В. — Хим.-фарм. ж., 1984, т. 18, № 1, с. 58.
5. Miller E., Sprague J. M., Kissinger L. W., Meburney L. F. M. — J. Am. Chem. Soc., 1940, v. 62, p. 2039.

Армянский химический журнал, т. 42, № 4, стр. 240—244 (1989 г.)

УДК 547.533+547.574+547.811

•СИНТЕЗ ОМЕШАННЫХ ТЕТРАГИДРОПИРАНИЛАРИЛАМИНОВ

Н. С. АРУТЮНЯН, К. М. ГАРИБЯН, Т. О. АСАТРЯН,
А. О. ТОСУНЯН и Л. А. АКОПЯН

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

Поступило 26 V 1987

Исходя из аминов тетрагидропиранового ряда взаимодействием с ароматически-
ми альдегидами и кетоном с последующим восстановлением боргидридом натрия осу-
ществлен синтез соответствующих гетерилариламинов.

Табл. 1, библи. ссылок 3.

В патентной литературе описан синтез биологически активного сое-
динения—верапамила [11], коронарорасширяющего средства, применяю-