

It has been established, that the rate of the hydration decreases on the increase of carboxyl groups number in acids. The positive effect has been also achieved when calcium hydroxide was used.

It has been shown the increase of the granules strength on employing of the mentioned additives during the granulation of phosphogypsum.

ЛИТЕРАТУРА

1. Schmidt P. — TIZ-Fachber, Rohst-Eng, 1981. v. 105, № 1, p. 27.
2. Пат. 100451 (1973), ГДР/Fleisch Gunter — РЖХ, 1975, 24М193П.
3. Григорян Г. О., Багинова Л. Г., Захарова А. П., Паронян Г. А. — Арм. хим. ж., 1985, т. 38, № 9, с. 542.
4. Абрамян Р. М., Григорян Г. О., Гиргорян О. В., Копцев А. В. — ЖНХ. 1977. т. 22, № 3, с. 622.

Армянский химический журнал, т. 43, № 3, стр. 170—173 (1990 г.)

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 547.427+547.413

СИНТЕЗ НЕНАСЫЩЕННЫХ ДИОЛОВ И ДИХЛОРИДОВ

М. Г. АРЗУМАНЯН, А. А. АХНАЗАРЯН и А. А. АВЕТИСЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 10 IV 1989

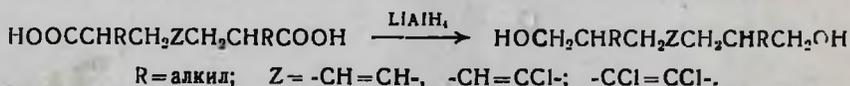
Восстановлением 2,7-диалкил-4-октен-1,8-диовых кислот, а также их 4-хлор- и 4,5-дихлорзамещенных алюмогидридом лития получены соответствующие диолы. Взаимодействием с хлористым тиоилом диолы превращены в соответствующие дихлоралкены. Изучена биологическая активность синтезированных диолов.

Табл. 2, библиограф. ссылок 6.

Диолы с различной длиной углеродной цепи находят широкое применение как в тяжелом, так и в тонком органическом синтезе. Так, они нашли применение в производстве полимерных материалов, низкотемпературных смазок [1], циклических систем [2—4], синтезе некоторых феромонов [5] и др.

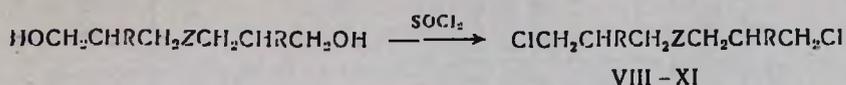
С этой точки зрения представлял определенный интерес синтез непредельных диолов, содержащих этиленовый фрагмент в молекуле, а также наличие разного числа атомов хлора при нем.

Восстановлением ранее синтезированных 2,7-диалкил-4-октен-, 2,7-диалкил-4-хлор-4-октен- и 2,7-диалкил-4,5-дихлор-4-октен-1,8-диовых кислот [6] алюмогидридом лития получены целевые диолы:



Нагревание 2,7-диалкил-4-хлор-1,8-диокси- и 2,7-диалкил-1,8-диокси-4-октенов с хлористым тиоилом в мольном соотношении 1:3 привело к

образованию соответственно 2,7-диалкил-1,4,8-трихлор- и 2,7-диалкил-1,8-дихлор-4-октенов.



R — алкил Z = —CH=CH—; —CH=CCl—.

Строение полученных соединений доказано данными ИК и ПМР спектроскопии. Чистота проверена ТСХ.

Изучение биологической активности 2,7-дипропил-1,8-диокси-4-октена показало наличие слабо выраженной противогрибковой активности, 2,7-дибутил-4,5-дихлор-1,8-диокси-4-октен проявляет слабо выраженную антистафилакокковую, а 2,7-дипропил-4-хлор-1,8-диокси-4-октен и 2,7-дибутил-4-хлор-1,8-диокси-4-октен — резкую гипотензивную активность.

Экспериментальная часть

ИК спектры сняты на спектрофотометре «UR-20», спектры ПМР — в четыреххлористом углероде на спектрометре «Tesla BS 497» с рабочей частотой 100 МГц (внутренний стандарт — ГМДС). ТСХ проводится на пластинках «Silufol UV-254» в системах этанол:хлороформ, 1:2 (А), бензол:ацетон, 3:1 (Б). Проявитель — пары йода.

2,7-Диалкил-4,5-дихлорзамещенные (или незамещенные)-1,8-диокси-4-октены (I—VII). В реакционную колбу помещают 3,8 г (0,1 моля) алюмогидрида лития, растворенного в 50 мл абс. эфира, и при постоянном перемешивании медленно прибавляют раствор 0,062 моля 2,7-диалкил-4-октен-, 2,7-диалкил-4-хлор-4-октен- или 2,7-ди- (0,1 моля) алюмогидрида лития, растворенного в 50 мл абс. эфира. Смесь нагревают на водяной бане 3 ч, охлаждают ледяной водой и прибавляют по каплям ледяную воду до прекращения выделения водорода. Для полного растворения осадка гидроокиси алюминия приливают 220 мл 10% серной кислоты. Выделившийся эфирный слой отделяют от водного, последний экстрагируют эфиром. Органический слой промывают насыщенным раствором поваренной соли, высушивают сульфатом натрия. После отгонки эфира остаток фракционируют. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3500—3200 (ОН), 1650 (—CH=CCl—), 1050 (С—О). Физико-химические характеристики синтезированных соединений приведены в табл. 1.

2,7-Диалкил-1,8-дихлор- и 2,7-диалкил-1,4,8-трихлор-4-октены (VIII—XI). В колбу помещают 0,1 моля 2,7-диалкил-4-хлор-1,8-диокси- или 2,7-диалкил-1,8-диокси-4-октена, растворенного в 30 мл абс. бензола, и прибавляют 35,7 г (0,3 моля) хлористого тионила. Реакционную смесь нагревают 4 ч. После отгонки бензола и избытка хлористого тионила остаток подвергают фракционированию. ИК спектр, ν , см^{-1} : 680 (С—Cl), 1640—1630 (С=C). ПМР спектр соединения VIII, δ , м. д.: 0,9 иск. т. (3H, CH₃), 1,2—1,5 н. м. (4H, 2CH₂), 1,75 н. м. (1H, CH), 2,1 уш. т. (2H, CH₂), 3,5 д (4H, 2CH₂Cl), 5,4 м (2H₂, CH=). Константы синтезированных соединений приведены в табл. 2.

№	R	Z	Выход, %	Т. кип., °C/мм	d_4^{20}
I	C_3H_7	CH = CH	81	162—165/3	0,9156
II	C_4H_9	CH = CH	78	158—160/1	0,9097
III	C_2H_5	CH = CCl	80	168—170/2	1,0360
IV	C_3H_7	CH = CCl	81	170—172/2	1,0094
V	C_4H_9	CH = CCl	83	195—197/2	0,9920
VI	C_4H_9	CCl = CCl	79	175—178/1	1,0574
VII	C_5H_{11}	CCl = CCl	77	205—208/3	1,0404

№	R	Z	Выход, %	Т. кип., °C/мм	d_4^{20}
VIII	C_7H_7	CH = CH	78	125—127/3	0,9807
IX	C_2H_5	CH = CCl	81	112—115/2	1,0812
X	C_3H_7	CH = CCl	79	155—158/2	1,0544
XI	C_4H_9	CH = CCl	79	165—166/2	1,0341

Таблица 1

Диолы I—VII

n _D ²⁰	M _{rD}		Найдено, %			Брутто-формула	Вычислено, %			R _f (A)
	найдено	вычислено	C	H	Cl		C	H	Cl	
1,450	70,11	69,6	73,12	11,2	—	C ₁₁ H ₂₀ O ₂	73,68	12,28	—	0,63
1,471	79,9	78,70	74,86	12,01	—	C ₁₀ H ₂₂ O ₂	75,00	12,50	—	0,87
1,490	65,44	65,09	61,89	9,77	15,08	C ₁₂ H ₂₃ O ₂ Cl	61,41	9,81	15,14	0,53
1,4870	74,79	74,33	64,33	10,10	13,05	C ₁₁ H ₂₇ O ₂ Cl	64,10	10,28	13,52	0,56
1,4860	81,07	83,57	66,12	10,14	12,19	C ₁₀ H ₃₁ O ₂ Cl	66,09	10,67	12,22	0,57
1,490	83,86	88,43	59,49	9,70	22,01	C ₁₀ H ₃₀ O ₂ Cl ₂	59,8	9,23	21,85	0,56
1,4885	97,83	97,67	61,29	9,57	20,67	C ₁₀ H ₃₄ C ₂ Cl ₂	61,19	9,63	20,11	0,48

Таблица 2

Дихлоралкены VIII—XI

n _D ²⁰	M _{rD}		Найдено, %			Брутто-формула	Вычислено, %			R _f (B)
	найдено	вычислено	C	H	Cl		C	H	Cl	
1,4770	76,35	76,15	63,97	10,01	27,03	C ₁₁ H ₂₀ Cl ₂	63,39	9,81	26,79	0,51
1,4880	72,35	71,77	53,43	8,00	39,57	C ₁₂ H ₂₁ Cl ₃	53,04	7,73	39,23	0,49
1,4865	80,85	81,01	56,55	8,33	35,63	C ₁₄ H ₂₈ Cl ₃	56,01	8,35	35,56	0,43
1,4850	90,74	90,26	59,00	8,78	32,11	C ₁₀ H ₂₉ Cl ₃	58,63	8,85	32,52	0,57

2,7-Դիալկիլ-4-օկտեն-1,8-դիթիոնների, ինչպես նաև նրանց 4-քլոր- և 4,5-դիքլորածանցյալների վերականգնումից LiAlH_4 օգնությամբ ստացված են համապատասխան դիօլները:

Վերջինները թիոնիլ քլորիդի հետ փոխազդելիս առաջացրել են համապատասխան դիքլորալկեններ: Հետազոտված է սինթեզված դիօլների կենսաբանական ակտիվությունը:

THE SYNTHESIS OF UNSATURATED DIOLS AND DICHLORIDES

M. H. ARZUMANIAN, A. H. HAKHNAZARIAN and A. A. AVETISSIAN

The reduction of 2,7-dialkyl-4-octene-1,8-dicarboxylic acids, and their 4-chloro- and 4,5-dichloroderivatives by lithium aluminumhydride results in the formation of corresponding diols.

The latter have been converted into corresponding dichloroalkenes by the reaction with thionyl chloride. The biological activity of the synthesized compounds has been investigated.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Пат. 213202 (193), ГДР/*Abel Wulf-Dietrich, Lormenn Friedrich, Ewers Hans-Peter* — РЖХ, 1932, 1П229П.
2. Ахназарян А. А., Арзуманян М. Г. — Арм. хим. ж., 1988, т. 41, № 5, с. 268.
3. Логвинюв А. С., Герасимова И. Н., Алескеров М. А. — РЖХ, 1984, 13Ж214, (Моск. хим.-технол. ин-т, М., 1984. Рукопись деп. в ВИНТИ 01 марта 1984 г., № 1191-84 Деп.).
4. *Ikedo Isao, Emura Hiroshi, Okahara Mitsuo* — РЖХ, 1934, 11Ж230 („Synthesis“ <BPD>, 1934, № 1, 73—74).
5. Матвеева Е. Д., Курц А. Л., Бундель Ю. Г. — Усп. хим., 1968, № 7, с. 1198.
6. Хачатрян Л. А., Ахназарян А. А., Манукян М. А., Дангян М. Т. — ЖОрХ, 1975, т. 2, № 1, с. 35.

Армянский химический журнал, т. 43, № 3, стр. 173—178 (1990 г.)

УДК 547.581.2

ПРОИЗВОДНЫЕ ФЕНОЛОКИСЛОТ

XXX. СИНТЕЗ ГЛЮКОЗИЛЬНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ АМИНОЭФИРОВ ФЕНОЛОКИСЛОТ

Е. А. АРАКЕЛЯН, С. А. МИНАСЯН и Э. А. МАРКАРЯН

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

Поступило 11 VII 1989

Взаимодействием аминоалкиловых эфиров 4-гидроксibenзойной и 4-гидрокси-3-метоксибензойной кислот с α -ацетобромглюкозой в присутствии различных конденсирующих агентов получены тетра-0-ацетил- β -D-глюкопиранозиды соответствующих аминоэфиров. Осуществлено дезацетилирование некоторых из них. Исследована коронарорасширяющая активность синтезированных соединений.

Табл. 1, библи. ссылок 7.