

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.379+543.313

АЛКИЛИРОВАНИЕ В ВОДНО-ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ  
 В ПРИСУТСТВИИ ЧЕТВЕРТИЧНЫХ  
 АММОНИЕВЫХ СОЛЕЙ

VIII. АЛКИЛИРОВАНИЕ N-МОНОЗАМЕЩЕННЫХ АМИДОВ  
 КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ 1,3-ДИХЛОР-2-БУТЕНОМ

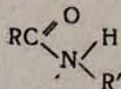
Г. О. ТОРОСЯН, Н. К. ТАГМАЗЯН, Д. Г. РАФАЕЛЯН, Т. Р. МЕЛИҚЯН  
 и А. Т. БАБАЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 19 XII 1979

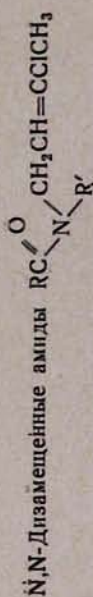
Ранее было показано, что каталитическое действие четвертичных аммониевых солей на алкилирование в водно-щелочной среде [1, 2] распространяется и на алкилирование амидов, в том числе на ацетанилид и фенацетин [3]. К сожалению, в более поздних работах [4, 5] отсутствуют ссылки на эти работы.

Настоящая работа посвящена изучению N-алкилирования N-монозамещенных амидов с целью получения их дизамещенных производных, обладающих антикоррозийной активностью. В качестве алкилгалогенида взят 1,3-дихлор-2-бутен, наличие которого в молекуле увеличивает ингибирующую активность амидов. В качестве субстрата взяты амиды общего строения



	I	II	III	IV	V
R	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>
R'	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (OCH <sub>3</sub> ) <sub>o</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (OCH <sub>3</sub> ) <sub>n</sub>	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>

Во всех случаях были получены соответствующие дизамещенные амиды алкилкарбоновых кислот с высокими выходами. Физико-химические константы амидов приведены в таблице.



Соедине- ние	R	R'	Выход, %	Т. кип., °C/мм.м	$n_D^{20}$	$d_4^{20}$	Найдено; %				Вычислено, %			
							C	H	N	Cl	C	H	N	Cl
I	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	83	77—78,4	1,4699	1,0009	57,45	7,31	7,21	18,71	57,60	7,46	7,46	18,93
II	CH <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (OCH <sub>3</sub> ) <sub>o</sub>	92	166—167/4	вязкое	—	61,21	6,58	5,48	13,89	61,54	6,31	5,52	14,00
III	CH <sub>3</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (OCH <sub>3</sub> ) <sub>n</sub>	92	175—176/2	—	—	61,78	6,12	5,36	13,90	61,54	6,31	5,52	14,00
IV	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	75	96—97/4	1,4661	0,9841	59,24	7,85	6,75	17,53	59,55	7,94	6,94	17,71
V	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	71	101—102/4	1,4638	0,9694	61,36	8,41	6,34	16,32	61,21	8,35	6,49	16,49



## Экспериментальная часть


ИК спектры сняты на приборе UR-20, ПМР спектры—на приборе «Perkin—Elmer» R-12B с рабочей частотой 60 МГц (с использованием ТМС в качестве внутреннего стандарта).

**Алкилирование. N-(Аллил)ацетамида (I).** К смеси 4,9 г (0,05 моля) I, 4,8 г (0,005 моля) катамина АБ в виде 40% водного раствора и 7,4 г (0,06 моля) 1,3-дихлор-2-бутена при нагревании (50—60°) и интенсивном перемешивании прикапывали в течение 30 мин. 12 мл 40% водного раствора КОН, нагревание продолжали еще час. Реакционную смесь экстрагировали эфиром. Получили 7,1 г (83%) N-аллил-N-(3-хлор-2-бутил)ацетамида. ИК спектр,  $cm^{-1}$ : 1640 (—C—, CH=CCl), 1610, 3020

(=CH<sub>2</sub>). ПМР спектр,  $\delta$ : 5,05—5,5 м (CH=), 3,75 т ( $N \begin{matrix} \swarrow CH_2 \\ \searrow CH_2 \end{matrix}$ ), 4,9—

5,3 м (=CH<sub>2</sub>), 2,13 ( $\sigma C \begin{matrix} \swarrow Cl \\ \searrow CH_3 \end{matrix}$ ), 1,92 ( $\sigma CH_3-C \begin{matrix} \swarrow \\ \searrow O \end{matrix}$ ).

**N-(o-Метоксифенил)ацетамида (III).** К смеси 4,12 г (0,025 моля) III, 2,4 г (0,0025 моля) катамина АБ в виде 40% водного раствора и 4,8 г (0,038 моля) 1,3-дихлор-2-бутена при нагревании (50—60°) и интенсивном перемешивании прикапывали в течение 30 мин. 9 мл 40% КОН, нагревание продолжали еще час. Реакционную смесь экстрагировали эфиром. Получили 5,8 г (92%) N-(3-хлор-2-бутил)-N-(o-метоксифенил)ацетамид. ИК спектр,  $cm^{-1}$ : 1670 (—C—, CH=CCl), 1550, 1590

(). ПМР спектр,  $\delta$ : 7,1 м (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>), 5,69 м (CH=CCl), 4,3 м (—CH<sub>2</sub>), 3,89 ( $\sigma OCH_3$ ), 2,05 ( $\sigma CH_3$ ), 1,95 ( $\sigma CH_3C$ ).

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. А. Т. Бабалян, Нина Гамбарян, Н. П. Гамбарян, ЖОХ, 24, 191, (1954).
2. А. Т. Бабалян, М. Г. Инджикян, ЖОХ, 27, 201 (1957).
3. А. Т. Бабалян, А. А. Григорян, Изв. АН Арм. ССР, 81, 8 (1955).
4. R. Vrehte, Synthesis, 1976, 113.
5. А. Ц. Малхасян, Э. М. Назарян, Э. М. Асагрян, С. М. Миракян, Г. Т. Мартиросян, Арм. хим. ж., 32, 223 (1979).