

СИНТЕЗ *n*-ЙОД- N_1N -ДИ-(2-ОКСИЭТИЛ) АНИЛИНА

А. Н. НОВИКОВ, А. М. СЕДОВ, З. М. МУРАВЬЕВА, Н. П. ПОЛИЩУК

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

В опубликованных работах мы не встречали описание синтеза оксиэтилйоданилинов, в то время как соответствующие производные получены для фтор- и хлорзамещенных анилина [1, 2, 3].

Арилоксиэтиламины получают действием на соответствующий амин этиленхлоргидрином или окисью этилена [3, 4].

Оксиэтильные производные йоданилинов могут представлять интерес как полупродукты для синтеза противоопухолевых (хлорэтильных производных) веществ.

Экспериментальная часть

Для получения диоксиэтильного производного *n*-йоданилина, синтезированного по известной методике [5], мы использовали: окись этилена (способ 1) и этиленхлоргидрин (способ 2).

Способ 1. В сосуд из нержавеющей стали загружали: 2,5 г *n*-йоданилина, 3—3,5 мл *o*-ксилола и 1,5 мл окиси этилена. Бомбу выдерживали в течение 6—7 часов при температуре 160° (температура воздушной бани). После охлаждения содержимое сосуда выливали в фарфоровую чашку. Через некоторое время выпавший в осадок продукт реакции отфильтровывали и промывали небольшим количеством бензола. После перекристаллизации из бензола *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилин имел $T_{пл} = 74—75^\circ \text{C}$. Выход 2,64 г (75%).

Способ 2. В колбу помещали смесь, состоящую из 5 г *n*-йоданилина, 7,67 мл этиленхлоргидрина, 3,18 г мела и 22,7 мл воды. Реакционную массу нагревали на глицериновой бане до 110° и перемешивали при этой температуре 3 часа. Содержимое колбы еще горячим отфильтровывали от мела. Мел промывали горячей водой, а затем продукт реакции экстрагировали из фильтрата эфиром. Эфир отгоняли, а остаток после кристаллизации растворяли в ацетоне и пропускали через колонку с активированной смесью алюминия. Ацетоновый раствор был упарен и полученный *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилин очищали, как описано выше. Выход 1,4 г (20%).

По результатам анализа продукт, полученный способом 1 и способом 2, соответствует *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилину. Найдено %: N 4,80; OH 10,60. Вычислено %: N 4,56; OH 11,07. *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилин легко может быть переведен в хлоргидрат.

0,47 г *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилина растворяли в 7 мл без-

водного хлороформа. Хлороформный раствор насыщали сухим хлористым водородом в течение 5 мин. В осадок выпадает ХГ *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилина с $T_{пл} = 118-120^\circ \text{C}$. Выход 0,47 г (90%).

Выводы

1. Синтезирован не описанный в литературе *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилин с выходом 75% реакцией *n*-йоданилина с окисью этилена.
2. Получен хлоргидрат *n*-йод- N_1N -ди-(2-оксиэтил)анилина.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. М. Шиманский, А. Ф. Гаевский, М. А. Черная. Сб. научно-исслед. института полиграфической промышленности, вып. 6, 99—113 (1960).
2. Morris Freifelder, G. R. Stone, I. Org. Chem., **26**, № 5, 1477 (1961).
3. W. C. S. Ross. I. Chem. Soc., 183 (1949).
4. Н. Н. Ворожцов. Основы синтеза промежуточных продуктов и красителей. Госхимиздат, стр. 532—533, 1950.
5. Синтезы органических препаратов. Сб. 2, 271 (1949).