

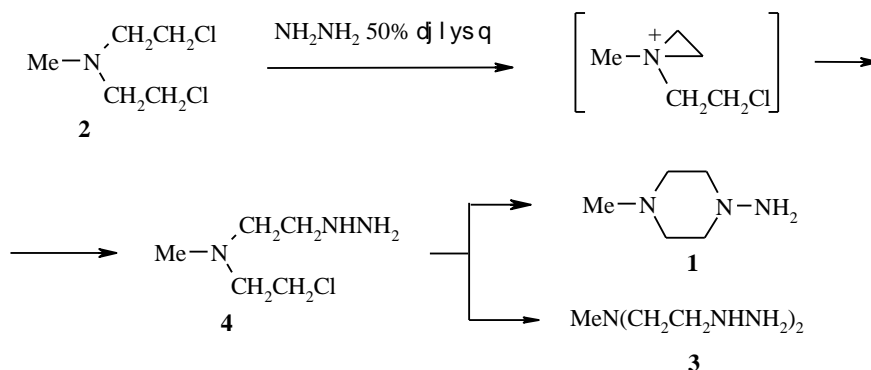
ЦИКЛИЗАЦИЯ N,N-БИС(2-ХЛОРЭТИЛ)МЕТИЛАМИНА В ВОДНОМ ГИДРАЗИНЕ

Ключевые слова: 1-амино-4-метилпиперазин, галогеналкиламины, N-(2-хлорэтил)-N-(2-гидразиноэтил)метиламин.

1-Амино-4-метилпиперазин (**1**) широко используется как промежуточный продукт в синтезе лекарственных препаратов [1]. Известно несколько способов его получения. Промышленное применение получил метод, основанный на двустадийной схеме, исходя из пиперазина с последующим его нитрозированием и восстановлением [2, 3].

Мы впервые осуществили получение соединения **1** взаимодействием N,N-бис(2-хлорэтил)метиламина (**2**) с водным раствором гидразина, а также разработали эффективный метод его выделения. Анализ литературы [3, 4] позволил нам определить оптимальное соотношение реагентов в случае использования дигалогенпроизводного в качестве субстрата. В температурном интервале 40–50 °С соотношение реагентов субстрат **1**:N₂H₄ (50%) 1:10.

Анализ реакционной массы с использованием данных ГЖХ, хромато-масс-спектрометрии, ЯМР ¹³C показал, что наряду с целевым продуктом **1** образуется ряд примесей, которые были нами идентифицированы.



В частности, с использованием метода хромато-масс-спектрометрии обнаружено образование (до 2%) N,N-бис(2-гидразиноэтил)метиламина (**3**). При степени конверсии субстрата **2** менее 80% в реакционной массе идентифицируется N-(2-хлорэтил)-N-(2-гидразиноэтил)метиламин (**4**).

Наряду с идентифицированными соединениями **1**, **3**, **4**, остающиеся в кубе после отгонки целевого продукта **1** вещества, видимо, можно отнести к четвертичным аммониевым основаниям [3, 4].

1-Амино-4-метилпиперазин (1). Добавляют 51.0 г (0.265 моль) гидрохлорида N,N-бис(2-хлорэтил)метиламина к 132 мл (2.65 моль) 50% водного раствора гидразина. Выдерживают 2 ч при 50 °С. Реакционную массу упаривают в вакууме досуха. К сухому остатку добавляют 100 мл 1 М раствора гидроксида натрия и перемешивают 40 мин. Осадок отфильтровывают. Фильтрат перегоняют под вакуумом. Выход 26.5 г (87%), т. кип. 128–131 °С (13 мм рт. ст.). Спектр ЯМР ¹³C (D₂O), δ, м. д.: 57.51 (C(2), NCH₂); 54.15 (C(3), CH₂N); 45.01 (C(1), CH₃). Масс-спектр (ЭУ 70 эВ), m/z (I_{отн.}, %): 116 [M+1]⁺ (5.5), 115 [M]⁺ (79.5), 99 [M–NH₂]⁺ (73.9), 98 [M–NH₃]⁺ (21.3), 58 [M–CH₃N(CH₂)₂]⁺ (20.6), 57 [M–NH₂N(CH₂)₂]⁺ (24.5). Найдено, %: С 52.58; Н 11.21; N 36.39. С₅H₁₃N₃. Вычислено, %: С 52.14; Н 11.38; N 36.48.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В. Т. Golding, M. J. Keibell, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 2*, 1859 (1988).
2. P. D. Barleff, S. D. Ross, C. C. Swain, *J. Am. Chem. Soc.*, **69**, 2971 (1947).
3. В. С. Борисенко, В. А. Бобылев, Г. Ф. Терещенко, *ЖОХ*, **55**, 1141 (1985).
4. В. А. Суркин, И. Г. Зенкевич, П. С. Лобанов, А. А. Потехин, *ЖОрХ*, **19**, 2288 (1983).

П. М. Кушакова, В. А. Кузнецов, А. Н. Чернобровый^а,
А. В. Гарабаджу

Санкт-Петербургский государственный
технологический институт
(Технический университет),

Поступило в редакцию 07.05.2004

Санкт-Петербург 190013, Россия

e-mail: gar@sitecs.spb.ru

³АО "Олайнфарм", Рига LV-2114, Латвия

e-mail: alchem@olainfarm.lv

ХГС. – 2004. – № 7. – С. 1111
