



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

239341

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 04.XI.1967 (№ 1194834/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 18.III.1969. Бюллетень № 11

Дата опубликования описания 5.VIII.1969

Кл. 12р, 1/10

МПК С 07d

УДК 547.755.07(088.8)

Авторы
изобретения

И. И. Грандберг и Н. И. Афонина

Заявитель

Сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева

PATENT OFFICE

DEC 17 1969

SEARCH CENTER

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТРИПТОФОЛА ИЛИ ГОМОТРИПТОФОЛА

1

Известен способ получения триптофола конденсацией эфира β -формилпропановой кислоты с арилгидразином в кислой среде, образовавшийся при этом этиловый эфир β -индолилуксусной кислоты подвергают восстановлению литийалюминийгидридом. Аналогично получают гомотриптофол, используя в качестве исходного вещества γ -формилмасляную кислоту. Способ многостадийен и сложен.

Для упрощения процесса предложен способ получения триптофола или гомотриптофола, заключающийся во взаимодействии соли арилгидразина с дигидрофураном или дигидропираном при нагревании на водяной бане в присутствии апротонных растворителей.

Пример. N-Бензилгомотриптофол. Растворяют при нагревании на кипящей водяной бане 11,7 г (0,05 моль) свежеперекристаллизованного сухого хлоргидрата несимм-бензилфенилгидразина в 50 мл абсолютного диметилформамида. Затем охлаждают и при комнатной температуре сразу прибавляют 4,7 г (0,055 моль) дигидропирана. Реакционную массу медленно нагревают на водяной бане в течение 1 час и при ее кипении еще 1 час. После охлаждения выделившийся NH_4Cl отфильтровывают и промывают бензолом. Фильтрат упаривают в вакууме почти досуха при нагревании на водяной бане. Остаток об-

2

рабатывают 20 мл воды и экстрагируют горячим бензолом (3 раза по 30 мл). Экстракт упаривают и остаток перегоняют в вакууме.

Получают 5,6 г (42,2% от теоретического);
5 N-бензилгомотриптофола в виде масла с т. кип. 215—222°C (3 мм рт. ст.), которое тут же закристаллизовывается; т. пл. 71—72°C (из водного метанола). Rf 0,8 (Al_2O_3 ст. акт., бензол-изопропанол 9:1).

10 Найдено, %: С 81,68; 81,75; Н 7,11; 7,02.
 $\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{ON}$.
Вычислено, %: С 81,47; Н 7,21.

УФ-спектр (СФ-4А метанол): $S_{\text{макс}}$ 225, 290,
15 331 мкм; $\lg E$ 4,95; 4,28; 2,94.

Гомотриптофол. Получают по вышеописанной методике из 9,2 г (0,11 моль) дигидропирана и 14,4 г (0,1 моль) хлоргидрата фенилгидразина в виде густого желтого масла с т. кип. 191—194°C при 4 мм рт. ст. Выход 5 г (28,6% от теоретического); Rf 0,5 (Al_2O_3 ст. акт., бензол-изопропанол 9:1).

20 Найдено, %: С 74,98; 75,22; Н 7,45; 7,45.
 $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{NO}$.
25 Вычислено, %: С 75,39; Н 7,48.

УФ-спектр (СФ-4А, метанол); $\lambda_{\text{макс}}$ 224,
280 мкм $\lg E$ 4,48; 3,77.

30 N-Метилтриптофол. Получают по аналогичной методике из 7,1 г (0,11 моль) дигид-

рофурана и 15,9 г (0,1 моль) хлоргидрата *несимм*-метилфенилгидразина в виде масла с т. кип. 189—191°C (3 мм рт. ст.). Выход 4,5 г (25/7% от теоретического); Rf 0,53 (Al₂O₃ ст. акт., бензол-изопропанол 9 : 1).

Найдено, %: С 74,98; 75,21; Н 7,35; 7,29.

C₁₁H₁₃NO.

Вычислено, %: С 75,39; Н 7,48.

УФ-спектр (СФ-4А метанол): λ_{макс} 224, 280 мк; lg E 4,53; 3,86.

Предмет изобретения

Способ получения триптофола или гомо-триптофола, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, соль арилгидразина обрабатывают дигидрофураном или дигидропираном при нагревании на водяной бане в среде апротонного растворителя с последующим выделением целевого продукта известным способом.