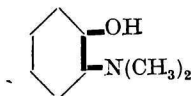
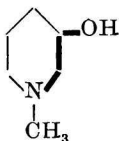


NIEKTORÉ ESTERY *o*-DIMETYLAMINOCYKLOHEXANOLU

L. DÚBRAVKOVÁ, I. JEŽO, P. ŠEFČOVIČ, Z. VOTICKÝ

Oddelenie farmaceutickej chémie a biochémie Chemického ústavu Slovenskej akadémie vied v Bratislave

V rámci výskumu hypotenzívne aktívnych látok sme opísali prípravu niektorých derivátov *N*-metyl-3-hydroxypiperidínu [1], teda zlúčenín, v ktorých bol dusík uzavretý v heterocyklickom jadre. Logickým pokračovaním týchto prác boli syntézy produktov, v ktorých väzba N—C—C—OH bola zachovaná, pravda, pri inom usporiadaní v molekule. Jednou z možných zlúčenín uvedeného typu je *o*-dimetylamino-cyklohexanol, ktorému sme v tejto práci venovali pozornosť:



Pripravili sme niekoľko esterov *o*-dimetylamino-cyklohexanolu s alifatickými a aromatickými kyselinami a preskúšali sme ich hypotenzívnu aktivitu, o ktorej budeme referovať na inom mieste. Potrebný *o*-dimetylamino-cyklohexanol sme pripravili z *o*-dimetylamino-fenolu katalytickou hydrogenizáciou za použitia Raneyovho niklu pri počiatočnom tlaku 100 atm a zvýšenej teplote. Získaný produkt po reakcii s príslušným acylchloridom dá hydrochlorid požadovaného esteru, ktorý sa po obvyklom spracovaní prevedie na voľnú bázu a identifikuje ako chloroplaticitan.

## Experimentálna časť

Všetky body varu a body topenia sú nekorigované.

*o*-Dimetylamino-cyklohexanol

63 g (0,46 mólu) *o*-dimetylamino-fenolu [2] sa rozpustí v 1000 ml etanolu a po pridaní 20 g Raneyovho niklu sa hydrogenizuje pri teplote 150 °C a počiatočnom tlaku 100 atm. Po skončení hydrogenizácie a odstránení katalyzátora sa filtrát podrobí vákuovej frakčnej destilácii.

Výťažok je 48 g produktu, t. j. 75 %; b. v.<sub>15</sub> = 88—90 °C.

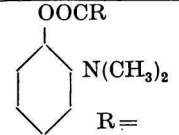
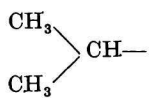
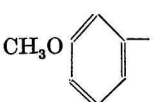
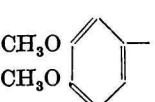
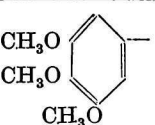
Pre C<sub>8</sub>H<sub>17</sub>NO (*M* = 143,22)

teoreticky N = 9,78 %  
nájdené N = 9,85 %

Príprava esterov *o*-dimetylamino-cyklohexanolu

K 7,15 g (0,05 mólu) *o*-dimetylamino-cyklohexanolu v 25 ml suchého benzénu sa za miešania pridá po kvapkách roztok 0,05 mólu acylchloridu v 50 ml suchého benzénu. Po skončení pridávania sa reakčná zmes varí 2 hodiny pod spätným chladičom, po ochla-

Tabuľka 1

	B. v./mm Hg	B. t. 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub>	Analýza chloroplatičitanov			Výťažok %
			zloženie	Pt <sub>t</sub>	Pt <sub>n</sub>	
CH <sub>3</sub> —	95—97 °C/14	113—115 °C/r/	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> NO <sub>2</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub> M = 390,26	25,02	25,10	69
CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> —	112—114 °C/15	136—138 °C/r/	C <sub>11</sub> H <sub>21</sub> NO <sub>2</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub> M = 404,29	24,14	24,23	74
	127—129 °C/12	127—129 °C/r/	C <sub>12</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>2</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub> M = 418,32	23,34	23,48	75
	—	110—112 °C/r/	C <sub>16</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub> M = 482,35	20,23	20,41	50
	—	123—125 °C/r/	C <sub>17</sub> H <sub>25</sub> NO <sub>4</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub> M = 512,38	19,05	19,10	58
	—	132—134 °C/r/	C <sub>18</sub> H <sub>27</sub> NO <sub>5</sub> · 1/2 H <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub> M = 542,41	18,00	18,24	56

dení sa získaný hydrochlorid vyextrahuje 2 krát po 50 ml vody, vodná fáza sa pretrepe éterom a potom sa nasýti tuhou potašou. Vylúčená báza sa vyextrahuje do éteru, extrakt sa vysuší tuhou potašou a rozpúšťadlo sa vákuove oddestiluje.

V prípade substitúcie alifatickými kyselinami sa destilačný zvyšok vákuove predestiluje, v prípade substitúcie aromatickými kyselinami je destilačný zvyšok aj vo vysokom vákuu nedestilovateľný.

Výťažok esterov sa pohybuje medzi 50—75 %, počítané na *o*-dimethylaminocyklohexanol (pozri tab. 1).

*Analýzy získaných produktov urobil inž. J. Beicht, za čo mu srdečne ďakujeme.*

### Súhrn

Pripravili a charakterizovali sme niektoré estery *o*-dimethylaminocyklohexanolu s alifatickými a aromatickými kyselinami.

### НЕКОТОРЫЕ ЭФИРЫ *o*-ДИМЕТИЛАМИНОЦИКЛОГЕКСАНОЛА

Л. ДУБРАВКОВА, И. ЕЖО, П. ШЕФЧОВИЧ, З. ВОТИЦКИЙ

Отделение фармацевтической химии и биохимии Химического института  
Словацкой Академии Наук в Братиславе

#### Выводы

Мы приготовили и охарактеризовали некоторые эфиры *o*-диметиламиноциклогексанола с алифатическими и ароматическими кислотами.

Поступило в редакцию 21. 9. 1956 г.

### EINIGE ESTER DES *o*-DIMETHYLAMINOCYCLOHEXANOLS

L. DÚBRAVKOVÁ, I. JEŽO, P. ŠEFČOVIČ, Z. VOTICKÝ

Abteilung für pharmazeutische Chemie und Biochemie des Chemischen Instituts an der  
Slowakischen Akademie der Wissenschaften in Bratislava

#### Zusammenfassung

Die Autoren synthetisierten und charakterisierten einige Ester des *o*-Dimethylaminocyclohexanols mit aliphatischen und aromatischen Säuren.

In die Redaktion eingelangt den 21. 9. 1956

#### LITERATÚRA

1. Dúbravková L., Ježo I., Šefčovič P., Votický Z., Chem. zvesti 10, 421 — 425 (1956). — 2. Heckel H., Adams R., J. am. chem. Soc. 47, 1715 (1925).

Došlo do redakcie 21. 9. 1956