

УДК 547.56:547.264

# СИНТЕЗ И СВОЙСТВА АМИНОМЕТОКСИПРОИЗВОДНЫХ 1-ФЕНОКСИ-3-(ПРОПИЛСУЛЬФАНИЛ)ПРОПАНА

© 2019 г. И. А. Джафаров<sup>a</sup>, Э. Г. Мамедбейли<sup>b</sup> \*, К. А. Кочетков<sup>c</sup>,  
А. Д. Астанова<sup>a</sup>, Л. М. Магеррамова<sup>d</sup>

<sup>a</sup> Азербайджанский государственный педагогический университет,  
1000, Азербайджан, г. Баку, ул. У. Гаджибекова 68

<sup>b</sup> Институт нефтехимических процессов Национальной академии наук Азербайджана,  
1025, Азербайджан, г. Баку, пр. Ходжалы 30  
\*e-mail: eldar\_tamedbeyli@mail.ru

<sup>c</sup> ФГБУН «Институт элементоорганических соединений РАН», 119334, Россия, г. Москва, ул. Вавилова 28

<sup>d</sup> Азербайджанский государственный университет нефти и промышленности,  
1010, Азербайджан, г. Баку, пр. Азадлыг 20

Поступила в редакцию 18 января 2019 г.

После доработки 17 мая 2019 г.

Принята к публикации 30 мая 2019 г.

Осуществлена конденсация 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропан-2-ола с формальдегидом и вторичными алифатическими, а также гетероциклическими аминами, которая привела к образованию новых аминотоксипроизводных 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропана с 69–77%-ными выходами. Определены физико-химические показатели синтезированных соединений, их строение подтверждены методами элементного анализа, ИК, ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C спектроскопии. Полученные соединения испытаны в качестве антисептических веществ против бактерий и грибов. Установлено, что они являются более эффективными и антимикробными веществами, чем применяемые в настоящее время медицинские препараты.

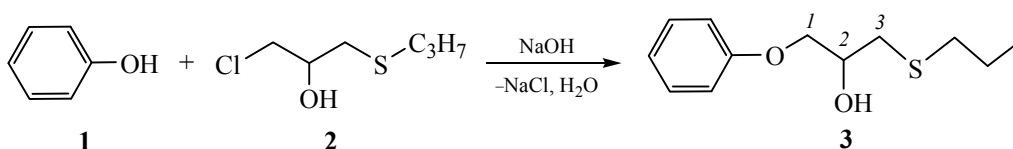
**Ключевые слова:** 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропан-2-ол, алифатические амины, гетероциклические амины, аминотоксипроизводные 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропана, реакция Манниха, антимикробные вещества.

**DOI:** 10.1134/S0514749219090027

Органические соединения, содержащие различные функциональные группы и гетероатомы, такие как сера и азот, играют огромную роль, как в развитии синтетической органической химии, так и для исследований прикладного характера. Они широко используются в качестве эффективных биологически активных веществ и фармацевтических препаратов, а также в качестве добавок для улучшения качеств масел и топлив [1–3]. Задача целенаправленного синтеза таких соединений, применяемых в различных химических областях, является весьма актуальной. В связи с этим синтез новых поколений подобных соединений на основе доступного сырья и совершенствованных методик продолжает привлекать внимание исследователей

[4, 5]. Поскольку биологически активные соединения, в составе которых сочетаются несколько фармакофорных фрагментов, обладают более эффективными действиями, исследователи стараются расширить ассортимент таких соединений и изучать их физиологическую активность [6, 7]. Одним из удобных и перспективных методов синтеза новых серосодержащих аминотоксипроизводных является трехкомпонентная реакция Манниха, так как использование широкого ассортимента подходящих исходных соединений с активной метиленовой группой, а также разнообразных аминных и альдегидных компонентов позволяет получать обширный круг полифункциональных производных данного класса соединения

Схема 1.



[8]. Многокомпонентная реакция Манниха представляет собой экологически чистый и классический метод получения биологически активных и медицинских препаратов, и является одной из наиболее важных и перспективных реакций органической химии [9]. Аминометильные производные различных классов органических соединений проявляют противоопухолевую активность [10], влияют на сердечнососудистую систему, вызывая снижение кровяного давления, используются в качестве препаратов для лечения болезни Паркинсона, входят в состав противомаларийных препаратов, проявляют антидепрессантные свойства [11], а также отмечено их эффективное действие как субстанций, оказывающих спазмолитическое, анестезирующее и диуретическое действие [12].

В данной работе приведены результаты синтеза и исследования свойств новых аминометоксипроизводных 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропана **11–17**. На первом этапе был синтезирован исходный серосодержащий вторичный спирт – 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропан-2-ол (**3**) реакцией фенола (**1**) с 1-хлор-3-пропилтиопропан-2-олом (**2**). Реакция идет по схеме 1.

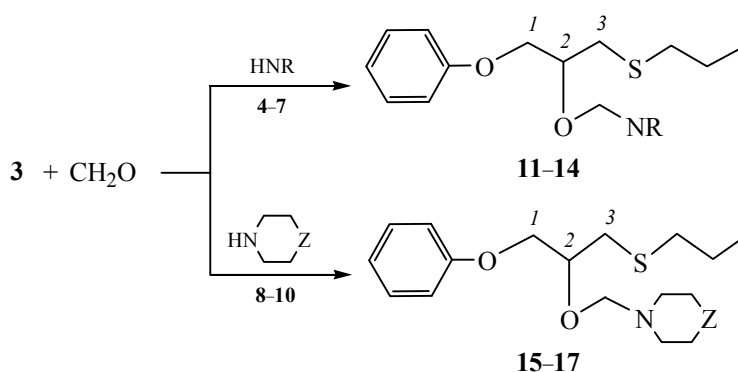
Реакция проведена при эквимольном соотношении исходных реагентов, 75–80°C, продолжительности 4 ч и в водном растворе NaOH (40%). Выход целого продукта составлял 70%. Новые представители аминометоксипроизводных 1-фено-

кси-3-(пропилсульфанил)пропана **11–17** были синтезированы взаимодействием 1-фенокси-3-пропантиопропан-2-ола (**3**) с формальдегидом и вторичными аминами **4–10** по схеме 2.

Синтез аминометоксипроизводных **11–17** по конденсации Манниха осуществляли при температуре 45–50°C в течение 3–4 ч, выход составил 69–77%. Определены физико-химические показатели синтезированных соединений. Полученные соединения **11–17** представляют собой жидкости с характерным запахом, нерастворимые в воде, хорошо растворимые в органических растворителях (этанол, ацетон, бензол, CCl<sub>4</sub>, CHCl<sub>3</sub>, и др.). Состав и строения полученных соединений **3**, **11–17** подтверждены с помощью данных элементного анализа, ИК, ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C спектроскопии, а также масс-спектрометрии. Индивидуальность исходных и синтезированных соединений, а также состав реакционных смесей контролировали методом ГЖХ.

В ИК спектре соединения **3** наблюдается широкая полоса поглощения в области 3400 см<sup>-1</sup> характерная для валентного колебания гидроксильной группы (ν<sub>OH</sub>) вторичного спирта [13], которая отсутствует в соответствующих спектрах соединений **11–17**. Для всех синтезированных соединений обнаружены полосы поглощения в области 737–730 см<sup>-1</sup>, характерные для валентных колебаний C–S связи. В спектрах этих соединений

Схема 2.



R = (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub> (**4**, **11**), (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>2</sub> (**5**, **12**), (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub> (**6**, **13**), (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>)<sub>2</sub> (**7**, **14**); Z = CH<sub>2</sub> (**8**, **15**), O (**9**, **16**), (CH<sub>2</sub>–CH<sub>2</sub>) (**10**, **17**).

имеются интенсивные полосы поглощения деформационных колебаний  $\delta_{C-H}$  в области 700–650  $cm^{-1}$ . Наряду с этим обнаружены полосы в области 2920–2890, 2880–2840  $cm^{-1}$  характерные для  $CH_3$  и  $CH_2$  групп, соответственно. Валентные колебания  $\nu_{C-N}$  для соединений **11–17** проявляются в области 1140–1130  $cm^{-1}$ . Валентные колебания  $C-O$  связи ( $\nu_{C-O}$ ) проявляются в области 1100–1050  $cm^{-1}$  в виде полосы средней интенсивности.

Спектры ЯМР  $^1H$  и  $^{13}C$  синтезированных соединений **3, 11–17** также подтверждают указанное строение (схема 1, 2). В масс-спектрах синтезированных соединений отмечены сигналы соответствующие молекулярным ионам, а также продуктам их фрагментации.

Соединения были испытаны в качестве антимикробных присадок к смазочному маслу М-11. Результаты испытаний показали, что соединения **11–17** обладают бактерицидными и фунгицидными свойствами и эффективно действуют на подавление роста микроорганизмов в масле М-11 при концентрации 0.5 и 1.0%, при этом соединения **13, 14, 17** оказывают более высокую эффективность, чем остальные соединения, и выше, чем у промышленной присадки Na-пентахлорфенолята, взятой в качестве этанола. Остальные соединения показывают близкие к эталону результаты.

Соединения **11–17** были испытаны на антимикробную активность. Изучение антимикробных свойств соединений проводили в сравнении с применяемыми на практике препаратами: этанолом, карболовой кислотой (фенол), хлораминами, риванолом, нитрофунгином. Антимикробную активность веществ изучали методом серийных разведений. В качестве тест-культур брали грам-отрицательные (кишечная и синегнойная палочка), грамположительные (золотистый стафилококк), спороносные (антракоид) бактерии и дрожжеподобные грибы (рода Кандиды). Результаты полученные при изучении антимикробной активности, показали, что испытуемые соединения: 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-(*N,N*-диэтиламинометокси)пропан (**11**), 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-(*N,N*-дипропиламинометокси)пропан (**12**), 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-(*N,N*-дибутиламинометокси)пропан (**13**), 1-фенил-3-(пропилсульфанил)-2-(*N,N*-дипетиламинометокси)пропан (**14**), 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-пиперидинометоксипропан (**15**), 1-фенокси-3-пропилсульфанил-2-морфолинометоксипропан (**16**), 1-фенокси-3-

пропилтио-2-гексаметиленаминометоксипропан (**17**) проявляют более ярко выраженную антимикробную активность, чем применяемые на практике спирт, карболовая кислота, риванол, нитрофунгин и фурацилин. Указанные соединения могут быть рекомендованы в качестве антимикробных препаратов.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры синтезированных соединений были сняты на аппарате «Spektrum BX» и «Bruker» фирмы «ALPHA IR FURYE» (Германия) в области 4000–400  $cm^{-1}$ . Спектры ЯМР  $^1H$  и  $^{13}C$  записаны на спектрометре «Bruker» AM-300, при частоте 300 МГц, растворитель  $C_6D_6$ , внутренний стандарт ГМДС.

Чистоту продуктов реакции определяли по температуре кипения, данными элементного анализа и газо-жидкостной хроматографии.

Элементный анализ осуществлен на приборе фирмы «CARLOERBA» модель EA 1108. ГХЖ анализ осуществляли на хроматографе ЛМХ-МД, стальная колонка (300×3 мм) с 5%-ным ПЭГС (полиэтиленгликольсукцинатом) на динохроме П, газ-носитель – гелий (40  $cm^3/мин$ ), детектор ката-рометр, температура колонки 150°C, испарителя – 230°C, показатель преломления определили на рефрактометре «АВВЕМАТ» 350/500, плотность на приборе – «DMA» 4500М.

Для синтеза аминотоксипроизводных 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропана **11–17** использовали соединение **3**, формальдегид и вторичные амины: диэтиламин (**4**), дипропиламин (**5**), дибутиламин (**6**), дипетиламин (**7**), пиперидин (**8**), морфолин (**9**), гексаметиленамин (**10**). Все амины **4–10** были использованы реактивные. Перед использованием амины перегнали и определили их физико-химические константы, которые совпадают с литературными данными.

Аммиачная вода, являющаяся медицинским препаратом, использовалась в виде 10%-ного раствора. В качестве растворителя был использован бензол, который был очищен и высушен известным методом [14].

Параформальдегид – продукт полимеризации формальдегида, состоящий из 8–100 мономеров, при нагревании деполимеризуется до формальдегида, использовался в виде реактивного порошка.

Влияние соединений **11–17** в качестве анти-микробных присадок к маслу М-11 изучали с применением их растворов в масле концентрацией 0.5–1.0%. Антимикробные свойства определяли в термовлагокамере по ГОСТ 9025-74 и 9052-75, а также методом Лунки при температуре 28–30°C в течение 2–3 сут. В качестве тест-организмов использовали грибные (*Aspergillus niger*, *Candida tropicalis*) и бактериальные (*Mycobacterium lacticola*, *Pseudomonas aeruginosa*) культуры.

Антимикробная активность соединений **11–17** была изучена методом серийных разведений на нескольких штаммах микроорганизмов. В качестве питательных средств использовали МПА с рН 7.2–7.4 (для бактерий) и среду Сабуро (для грибов). Степень разведения была 1:200, 1:400, 1:800, 1:1600 и 1:3200. В качестве эталонов для сравнения были исследованы в тех же разведениях спирт, фенол, хлорамин, риванол и нитрофунгин. Высевы проводили через 10, 20, 30, 40 и 60 мин для бактерий и грибов.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфанил)пропан-2-ол (3).** К смеси 23.5 г (0.25 моль) фенола (**1**) и 25 г 40%-ного водного раствора NaOH при 75–80°C и энергичном перемешивании по каплям добавляли 42.17 г (0.25 моль) 1-хлор-3-пропанилтиопропан-2-ола (**2**). Перемешивание продолжали 3–4 ч. После охлаждения к смеси добавляли бензол, органический слой отделяли и промывали 5%-ным раствором NaOH, затем водой до нейтральной реакции, сушили MgSO<sub>4</sub>. После отгонки растворителя остаток перегоняли в вакууме. Выход 39.6 г (70%), т.кип. 149–152°C (2 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5446,  $d_4^{20}$  1.08692.  $MR_D$  65.66, выч. 65.52. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 735 (C–S), 3340 (OH), 2850 (CH<sub>2</sub>), 2930 (CH<sub>3</sub>). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 0.98 т (3H, CH<sub>3</sub>, *J* 7.1 Гц), 1.20 т (2H, CH<sub>2</sub>, *J* 7.1 Гц), 2.49 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S, *J* 14.0, 7.7 Гц), 2.61 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S, *J* 14.0, 7.7 Гц), 2.7д (2H, CH<sub>2</sub>S), 3.01 с (1H, OH), 7.15–7.68 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 17.5, 18.2, 20.4, 35.8, 37.4, 38.6, 69.5, 86.4, 88.15. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{отн}$ , %): 227 (8) [M + H]<sup>+</sup>, 226 (12) [M]<sup>+</sup>, 209 (25) [M – OH]<sup>+</sup>, 195 (18) [M – OH – CH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 165 (6) [M – C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>]<sup>+</sup>, 165 (10) [M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> – H<sub>2</sub>O]<sup>+</sup>, 97 (100), 89 (15). Найдено, %: С 63.47; Н 7.95; S 14.09. C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 63.68; Н 8.02; S 14.17.

**Аминометоксипроизводные 1-фенокси-3-(пропилсульфанил)пропан 11–17 (общая методика).** К раствору 0.03 моль спирта и 0.03 моль формальдегида (получается из параформа в ходе реакции) в

30 мл сухого бензола прибавили по каплям при 20–22°C и перемешивании 0.03 моль свежеперегнанного амина **4–10**. Перемешивание продолжали при 45–50°C за 3–4 ч. После отгонки растворителя остаток перегоняли в вакууме.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-(N,N-диэтиламинометокси)пропан (11)** получен из 6.78 г (0.03 моль) соединения **3**, 0.9 г (0.03 моль) формальдегида и 2.19 г (0.03 моль) диэтиламина (**4**). Выход 6.43 г (69%), т.кип. 163–165°C (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5144,  $d_4^{20}$  1.0153.  $MR_D$  65.66, выч. 65.52. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3070 (C–H<sub>аром</sub>), 2900 (CH<sub>3</sub>), 2840 (CH<sub>2</sub>), 1600 (C=C<sub>аром</sub>), 1200 (C–N), 1100 (C–O), 735 (C–S). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 1.01 т (6H, 2CH<sub>3</sub>, *J* 7.4 Гц), 1.08 т (3H, CH<sub>3</sub>, *J* 7.2 Гц), 1.21 т (2H, CH<sub>2</sub>, *J* 7.2 Гц), 1.32–1.41 м (4H, 2CH<sub>2</sub>), 3.03 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.62 м (2H, OCH<sub>2</sub>), 4.04–4.11 м (1H, CHO), 4.59 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.15–7.34 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 17.5, 18.2, 20.2, 35.4, 37.4, 38.6, 39.6, 69.5, 86.4, 88.5. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{отн}$ , %): 311 (7) [M]<sup>+</sup>, 236 (9) [M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>S]<sup>+</sup>, 209 (15) [M – C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>NO]<sup>+</sup>, 203 (13) [C<sub>10</sub>H<sub>23</sub>SO]<sup>+</sup>, 193 (100), 142 (80) [C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>NO<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 100 (75) C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O, 79 (7), 58 (50). Найдено, %: С 65.45; Н 9.31; N 4.45; S 10.21. C<sub>17</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 65.56; Н 9.38; N 4.50; S 10.29.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-(N,N-дипропиламинометокси)пропан (12)** получен из 6.78 г (0.03 моль) соединения **3**, 0.9 г (0.03 моль) формальдегида 3.032 (0.03 моль) дипропиламина (**5**). Выход 7.35 г (72%), т.кип. 175–176°C (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5124,  $d_4^{20}$  1.0016.  $MR_D$  101.79, выч. 102.02 ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3070 (C–H<sub>аром</sub>), 2910 (CH<sub>3</sub>), 2840 (CH<sub>2</sub>) 1600 (C=C<sub>аром</sub>), 1205 (C–N), 1050 (C–O), 730 (C–S). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 0.98 т (6H, 2CH<sub>3</sub>, *J* 7.4 Гц), 1.08 т (3H, CH<sub>3</sub>, *J* 7.5 Гц), 1.21–1.32 м (8H, 4CH<sub>2</sub>), 1.65 м (2H, CH<sub>2</sub>), 2.49 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S, *J* 14.0, 7.7 Гц), 2.62 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S, *J* 14.0, 7.7 Гц), 3.03 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.62 м (2H, CH<sub>2</sub>O), 4.04 м (1H, CHO), 4.59 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.15–7.34 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 16.4, 18.2, 20.2, 35.4, 37.5, 39.6, 69.5, 88.4, 91.5. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{отн}$ , %): 340 (9) [M + H]<sup>+</sup>, 339 (11) [M]<sup>+</sup>, 313 (10) [M – OH]<sup>+</sup>, 306 (69) [M – OH – CH<sub>2</sub>]<sup>+</sup>, 265 (100) [M – C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>S]<sup>+</sup>, 182 (15) [M – C<sub>9</sub>H<sub>20</sub>NO]<sup>+</sup>, 112 (21) [C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>N]<sup>+</sup>, 82 (33). Найдено, %: С 67.02; Н 9.74; N 4.10; S 9.39. C<sub>19</sub>H<sub>33</sub>NO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 67.21; Н 9.38; N 4.14; S 9.44.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфанил)-2-(N,N-дибутиламинометокси)пропан (13)** получен из 6.78 г

(0.03 моль) соединения **3** 0.9 г (0.03 моль) формальдегида и 3.87 г (0.03 моль) дибутиламина (**6**). Выход 8.47 г (77%), т.кип. 198–199 (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5140,  $d_4^{20}$  1.0788.  $MR_D$  111.21, выч. 111.36. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3060 (C–H<sub>аром</sub>), 2910 (CH<sub>3</sub>), 2850 (CH<sub>2</sub>), 1585 (C=C<sub>аром</sub>), 1200 (C–N), 1050 (C–O), 735 (C–S). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 0.98 т (6H, 2CH<sub>3</sub>,  $J$  7.1 Гц), 1.01 т (3H, CH<sub>3</sub>,  $J$  7.1 Гц), 1.21–1.32 м (10H, 5CH<sub>2</sub>), 1.45–1.51 м (2H, CH<sub>2</sub>), 1.65 м (2H, CH<sub>2</sub>), 2.49 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 2.61 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 3.03 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.62 м (2H, CH<sub>2</sub>O), 4.04 м (1H, CHO), 4.59 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.15–7.34 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 16.4, 18.2, 20.2, 35.4, 38.6, 69.9, 86.4, 88.5. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 368 (9)  $[M + H]^+$ , 367 (8)  $[M]^+$ , 278 (12)  $[M - C_4H_9S]^+$ , 209 (15)  $[M - C_9H_{20}NO]^+$ , 203 (13)  $[C_{11}H_{23}SO]^+$ , 176 (100)  $[M - C_{10}H_{23}SO]^+$ , 82 (33). Найдено, %: С 68.57; Н 10.25; N 3.72; S 8.65. C<sub>21</sub>H<sub>37</sub>NO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 68.62; Н 10.15; N 3.81; S 8.72.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфонил)-2-(N,N-дипентиламино)метоксипропан (14)** получен из 6.78 г (0.03 моль) соединения **3**, 0.9 г (0.03 моль) формальдегида и 4.71 г (0.03 моль) дипентиламина (**7**). Выход 7.84 г (71%), т.кип. 203–204°C (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5012,  $d_4^{20}$  0.9692.  $MR_D$  120.31, выч. 120.61. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3060 (C–H<sub>аром</sub>), 2910 (CH<sub>3</sub>), 2845 (CH<sub>2</sub>), 1585 (C=C<sub>аром</sub>), 1200 (C–N), 1050 (C–O), 750 (C–S). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 0.95 т (6H, 2CH<sub>3</sub>,  $J$  7.4 Гц), 1.01 т (3H, CH<sub>3</sub>,  $J$  7.5 Гц), 1.21–1.32 м (12H, 6CH<sub>2</sub>), 1.45 м (2H, CH<sub>2</sub>), 1.65 м (2H, CH<sub>2</sub>), 2.49 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 2.61 м (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 3.03 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.62 м (2H, CH<sub>2</sub>O), 4.04 м (1H, CHO), 4.59 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.14–7.35 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 16.5, 18.2, 20.2, 24.3, 35.4, 38.6, 69.9, 86.4, 88.6. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 396 (15)  $[M + H]^+$ , 395 (9)  $[M]^+$ , 378 (70)  $[M - OH]^+$ , 364 (70)  $[M - OH - CH_2]^+$ , 324 (100)  $[M - C_3H_9S]^+$ , 322 (10)  $[M - C_4H_{10}CH_3]^+$ , 203 (13)  $[C_{11}H_{23}SO]^+$ , 112 (80)  $[C_7H_{15}]^+$ , 82 (33). Найдено, %: С 69.61; Н 10.41; N 3.51; S 8.03. C<sub>23</sub>H<sub>41</sub>NO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 69.82; Н 10.45; N 3.54; S 8.10.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфонил)-2-пиперидинометоксипропан (15)** получен из 6.78 г (0.03 моль) соединения **3**, 0.9 г (0.03 моль) формальдегида и 2.55 г (0.03 моль) пиперидина (**8**). Выход 6.97 г (72%), т.кип. 190–192°C (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5294,  $d_4^{20}$  1.0456.  $MR_D$  95.46, выч. 95.37. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3050 (C–H<sub>аром</sub>), 2895 (CH<sub>3</sub>), 2850 (CH<sub>2</sub>), 1585 (C=C<sub>аром</sub>), 1250 (C–N), 1050 (C–O), 650 (C–S).

Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 1.01 т (3H, CH<sub>3</sub>,  $J$  7.3 Гц), 1.21 м (2H, CH<sub>2</sub>), 1.32 м (6H, 3CH<sub>2</sub>цикл), 2.49 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 2.61 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 3.01 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.62 м (2H, OCH<sub>2</sub>), 4.04 м (1H, OCH), 4.51 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.15–7.34 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 17.5, 20.45, 26.21, 35.4, 36.4, 39.6, 69.9, 86.4, 88.5. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 324 (10)  $[M + H]^+$ , 323 (20)  $[M]^+$ , 248 (17)  $[M - C_3H_7S]^+$ , 240 (10)  $[M - C_5H_9N]^+$ , 230 (8)  $[M - C_3H_7S - H_2O]^+$ , 212 (25)  $[M - C_7H_7O - H_2O]^+$ , 202 (100)  $[M - C_7H_7NO]^+$ , 147 (25),  $[C_{10}H_{11}O]^+$ , 75 (60)  $[C_3H_7S]^+$ . Найдено, %: С 66.92; Н 8.96; N 4.28; S 9.80. C<sub>18</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 66.83; Н 9.04; N 4.33; S 9.91.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфонил)-2-морфолинometоксипропан (16)** получен из 6.78 г (0.03 моль) соединения **3**, 0.9 г (0.03 моль) формальдегида и 2.61 г (0.03 моль) морфолина (**9**). Выход 7.21 г (74%), т.кип. 192–194°C (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5312,  $d_4^{20}$  1.0889.  $MR_D$  92.50, выч. 92.48. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3060 (C–H<sub>аром</sub>), 2900 (CH<sub>3</sub>), 2840 (CH<sub>2</sub>), 1600, 1500 (C=C<sub>аром</sub>), 1250 (C–N), 1100 (C–O), 750 (C–S). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 1.01 т (3H, CH<sub>3</sub>,  $J$  7.1 Гц), 1.21–1.32 м (4H, 2CH<sub>2</sub>), 1.45 м (2H, CH<sub>2</sub>), 2.49 д.д (2H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 2.61 д.д (2H, CH<sub>2</sub>S), 3.03 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.75 м (4H, 2CH<sub>2</sub>Oцикл), 3.82 м (2H, OCH<sub>2</sub>), 4.04 м (1H, CHO), 4.51 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.13–7.36 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 17.5, 19.2, 20.45, 26.21, 35.4, 36.4, 39.6, 69.6, 69.9, 86.4, 88.15. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 325 (10)  $[M]^+$ , 255 (5)  $[M - C_4H_8N]^+$ , 232 (7)  $[M - C_3H_7S - H_2O]^+$ , 226 (8)  $[M - C_5H_9NO]^+$ , 208 (9)  $[M - C_5H_9ON - H_2O]^+$ , 204 (100)  $[M - C_7H_7NO]^+$ , 147 (26)  $[M - C_7H_7NO]^+$ , 101 (25), 75 (54)  $[C_3H_7S]^+$ . Найдено, %: С 62.52; Н 8.27; N 4.26; S 9.74. C<sub>17</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>3</sub>S. Вычислено, %: С 62.73; Н 8.36; N 4.30; S 9.85.

**1-Фенокси-3-(пропилсульфонил)-2-гексаметилениминометоксипропан (17)** получен из 6.78 г (0.03 моль) соединения **3**, 0.9 г (0.03 моль) формальдегида и 2.97 г (0.03 моль) гексаметиленимина (**10**). Выход 7.38 г (73%), т.кип. 193–195°C (1 мм рт.ст.),  $n_D^{20}$  1.5292,  $d_4^{20}$  1.0442.  $MR_D$  99.72, выч. 100.02. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 3050 (C–H<sub>аром</sub>), 2895 (CH<sub>3</sub>), 2830 (CH<sub>2</sub>), 1600, 1500 (C=C<sub>аром</sub>), 1200 (C–N), 1050 (C–O), 750 (C–S). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м.д.: 1.01 т (3H, CH<sub>3</sub>,  $J$  7.1 Гц), 1.21–1.32 м (10H, 5CH<sub>2</sub>), 2.49 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 2.61 д.д (1H, CH<sub>2</sub>S,  $J$  14.0, 7.7 Гц), 3.03 к (4H, 2CH<sub>2</sub>N), 3.75 м (4H, 2CH<sub>2</sub>O), 4.04 м (1H, CHO), 4.51 с (2H, OCH<sub>2</sub>N), 7.15–7.34 м (5H, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м.д.: 14.4, 15.2, 17.5, 18.2, 20.45, 21.33, 35.4, 39.6, 69.9,

86.4, 88.15. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 338 (7) [ $M + H$ ]<sup>+</sup>, 337 (5) [ $M$ ]<sup>+</sup>, 262 (18) [ $M - C_3H_7S$ ]<sup>+</sup>, 254 (11) [ $M - C_5H_9N$ ]<sup>+</sup>, 244 (8) [ $M - C_3H_7S - H_2O$ ]<sup>+</sup>, 216 (100) [ $M - C_7H_7NO$ ]<sup>+</sup>, 204 (15) [ $M - C_7H_7NO$ ]<sup>+</sup>, 122 (91) [ $C_7H_6S$ ]<sup>+</sup>, 93 (6) [ $C_6H_5O$ ]<sup>+</sup>, 75 (60) [ $C_3H_7S$ ]<sup>+</sup>. Найдено, %: С 67.42; Н 9.18; N 4.10; S 9.41.  $C_{19}H_{31}NO_2S$ . Вычислено, %: С 67.61; Н 9.26; N 4.15; S 9.50.

#### ФОНДОВАЯ ПОДДЕРЖКА

Работа выполнена на основании договора № 1/18 от 12 апреля 2018 года о научно-техническом сотрудничестве между Институтом элементоорганических соединений имени академика А.Н. Несмеянова РАН и Институтом нефтехимических процессов имени академика Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана.

#### КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кулиев А.М. *Химия и технология присадок к маслам и топливам*. М.: Химия. **1972**, 358.
2. Beletskaya I.P., Ananikov V.P. *Eur. J. Org. Chem.* **2007**, 21, 3431. doi 10.1002/ejoc.200700119
3. Мамедбейли Э.Г., Джафаров И.А., Кочетков К.А., Кязимова Т.Г., Гасанов Х. И., Алиева С.Т. *ЖОрХ.* **2011**, 47, 830. [Mamedbeili E.G., Dzhabfarov I.A., Kochetkov K.A., Kuzimova T.G., Gasanov K.I., Alieva S.T. *Russ. J. Org. Chem.* **2011**, 47, 842.] doi 10.1134/S1070428011060029
4. Головач Н.М., Ткачук В.Н., Сукач В.А., Вовк М.В. *ЖОрХ.* **2012**, 48, 1188. [Golovach N.M., Tkachuk V.N., Sukach V.A., Vovk M.V. *Russ. J. Org. Chem.* **2012**, 48, 1187.] doi 10.1134/S1070428012090060
5. Климочкин Ю.Н., Юдашкин А.В., Жилкина Е.О., Ивлева Е.А., Моисеев И.К., Ошис Я.Ф. *ЖОрХ.* **2017**, 33, 959. [Klimochkin Yu.N., Yudashkin A.V., Zhilkina E.O., Ivleva E.A., Moiseev I.K., Oshis Ya.F. *Russ. J. Org. Chem.* **2017**, 53, 971.] doi 10.1134/S1070428017070028
6. Гулюкина Н.С., Макухин Н.Н., Белецкая И.П. *Усп. Хим.* **2016**, 85, 667. [Coulioukina N.S., Nakukhim M.N., Beletskaya I.P. *Russ. Chem. Rev.* **2016**, 85, 667.] doi 10.1070/rcr4579
7. Kumar S.V., Subramanian M.R., Chinnaiyan S.K. *J. Young Pharmacists.* **2013**, 5, 154. doi 10.1016/j.jyp.2013.11.004
8. Мамедбейли Э.Г., Джафаров И.А., Рагимова С.К., Гаджиева Г.Э. *Процессы нефтехимии и нефтепереработки.* **2015**, 17, 139. [Mammadbeyli E.G., Jafarov I.A., Rahimova S.K., Hajiyeva G.E. *PPOR.* **2015**, 17, 131.]
9. Subramaniapillai S.G. *J. Chem. Sci.* **2013**, 125, 467.
10. Konishi M., Ohkuma H., Tsuno T., Oki, T., VanDuyne, G.D., Clardy J. *J. Am. Chem. Soc.* **1990**, 112, 3715. doi 10.1021/ja00165a097
11. Гринев А.Н., Архангельская Н.В., Урецкая Г.Я., Столярчук А.А., Галенко-Ярошевский П.А. *Хим.-фарм. ж.* **1979**, 3, 29.
12. Allochio Filho João F., Lemos B.C., De Souza A.S. Greco S.J. *Tetrahedron.* **2017**, 73, 6977. doi 10.1016/j.tet.2017.10.063
13. Миронов В.А., Янковский С.А. *Спектроскопия в органической химии. Сборник задач: Учебное пособие для вузов*. М.: Химия. **1985**, 232.
14. Юрьев Ю.К. *Практические работы по органической химии*. М.: Изд-во Московского ун-та. **1961**, 252.

# Synthesis and Properties of Aminomethoxy Derivatives of 1-Phenoxy-3-(propylsulfanyl)propane

I. A. Jafarov<sup>a</sup>, E. H. Mammadbayli<sup>b, \*</sup>, K. A. Kochetkov<sup>c</sup>,  
A. D. Astanova<sup>a</sup>, and L. M. Maharramova<sup>d</sup>

<sup>a</sup> Azerbaijan Pedagogical University, 1000, Azerbaijan, Baku, ul. U. Hajibeyly 68

<sup>b</sup> Institute of Petrochemical Processes, National Academy of Azerbaijan, 1025, Azerbaijan, Baku, pr. Khojaly 30,  
\*e-mail: eldar\_mamedbeyli@mail.ru

<sup>c</sup> Institute of Organoelement Compounds of the Russian Academy of Sciences, 119334, Russia, Moscow, ul. Vavilova 28

<sup>d</sup> Azerbaijan State University of Oil and Industry, 1010, Azerbaijan, Baku, pr. Azadlyg 20

Received January 18, 2019; revised May 17, 2019; accepted May 30, 2019

The condensation of 1-phenoxy-3-(propylsulfanyl)propan-2-ol with formaldehyde and secondary aliphatic as well as heterocyclic amines has been that led to the formation of new aminomethoxy derivatives of 1-phenoxy-3-(propylsulfanyl)propane with 69–77% yields. The physic-chemical parameters of the synthesized compounds have been determined, their structure has been confirmed by the methods of elemental analysis, IR, <sup>1</sup>H and <sup>13</sup>C NMR spectroscopies. The obtained compounds have been tested as antiseptic substances against bacteria and fungi. It has been established that they are more effective and antimicrobial substances than the medical drugs used currently.

**Keywords:** 1-phenoxy-3-(propylsulfanyl)propan-2-ol, aliphatic amines, heterocyclic amines, aminomethoxy-derivatives of 1-phenoxy-3-(propylsulfanyl)propane, Mannich reaction, antimicrobial substances