

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁴
C07C 93/14
C07C 91/40

(45) 공고일자 1987년02월14일
(11) 공고번호 특1987-0000183

(21) 출원번호	특1981-0004912	(65) 공개번호	특1983-0007505
(22) 출원일자	1981년12월10일	(43) 공개일자	1983년10월21일
(30) 우선권주장	3046465.4 1980년12월10일 독일(DE)		
(71) 출원인	닥 칼토매 게젤샤프트 미트 베슈랭크터 하프퉁 하인쯔 쉘플러 독일 연방공화국 7950 비베라하 안 데어리스 비르켄도르퍼 스트라세 65 칼토매 게젤샤프트 미트 베슈랭크터 하프퉁 프리쯔 줌머 독일 연방공화국 7950 비베라하 안 데어리스 비르켄도르퍼 스트라세 65		
(72) 발명자	요하네스 켁 독일 연방공화국 데-7950 비베라하 1 탈펠트 스트라세 27 헬무트 피이퍼 독일 연방공화국 데-7950 비베라하 1 카펠렌베크 5 게르트 크뤼거 독일 연방공화국 데-7950 비베라하 1 긴스터할데 30 클라우스 놀 독일 연방공화국 데-7951 바르트하우젠 1 쉐블리크 3 위르겐 뎀겐 독일 연방공화국 데-7951 바르트하우젠 1 임 웨쉬 5 루돌프 카다쯔 독일 연방공화국 데-7951 비베라하 1 암 볼프강스베르그 22 빌리 디이데렌 독일 연방공화국 데-7950 비베라하 1 할덴스트라세 10아 이병호		
(74) 대리인	이병호		

심사관 : 김영우 (책자공보 제1252호)

(54) 페닐알킬아민의 제조방법

요약

내용 없음.

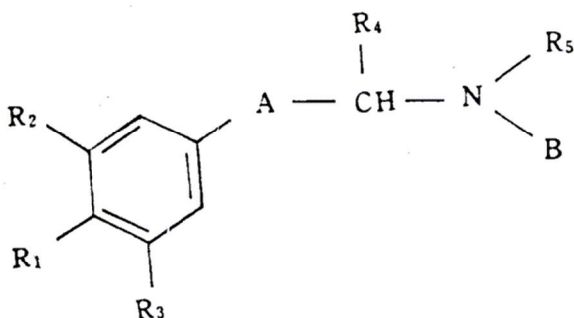
명세서

[발명의 명칭]

페닐알킬아민의 제조방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 심장 및 순환계통 질환 치료제로 유용한 다음 일반식(I)의 신규 페닐알킬아민, 그의 광학적 활성 대장체, 그의 디아스테레오 아이소머성 라세미체 및 그의 광학적 대장체, 및 무기 또는 유기산과의 생리학적으로 허용되는 산부가염의 제조방법에 관한 것이다 :



(I)

상기식에서,

R_1 은 하이드록시 그룹, 임의로 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알카노일 그룹 또는 탄소원자 총 2 내지 4개를 갖는 알콕시카보닐 그룹에 의해 치환된 아미노 그룹, 또는 각 알킬부위에 탄소원자 1 내지 3개를 함유하며 각기 페닐 그룹에 의해 치환될 수 있는 알킬아미노 또는 디알킬아미노 그룹을 나타내며 :

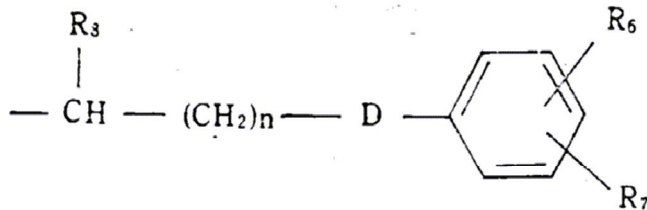
R_2 및 R_3 는 동일하거나 다를 수 있고, 각기 할로겐 원자, 트리플루오로메틸, 시아노 또는 니트로그룹을 나타내거나, R_2 및 R_3 중이 하나는 또한 수소원자를 나타내고 :

R_4 는 수소원자, 또는 탄소수 1내지 3의 알킬그룹을 나타내며 :

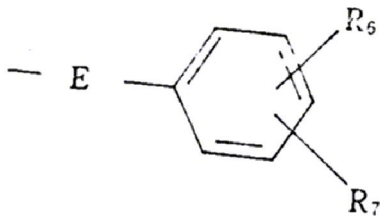
R_5 는 수소원자, 탄소수 1 내지 4의 직쇄 또는 측쇄 알킬그룹, 탄소원자 3 내지 6개를 갖는 사이클로알킬 그룹, 탄소원자 2 내지 5개를 갖는 알케닐 그룹 또는 탄소원자 7 내지 10개를 갖는 아르알킬 그룹을 나타내고 :

A는 메틸렌, 에틸렌 또는 하이드록시메틸렌 그룹을 나타내며 :

B는 다음 일반식



또는



의 그룹을 나타내고, 여기에서

R_6 가 수소원자, 할로겐원자, 하이드록시 그룹, 임의로 페닐그룹에 의해 치환된 탄소수 1 내지 3의 알콕시 그룹, 또는 각각 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알킬설피닐 또는 알킬설피닐 그룹을 나타내며,

R_7 이 수소원자, 하이드록시 그룹, 또는 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알콕시 그룹을 나타내거나, R_6 와 R_7 이 함께하는 메틸렌 디옥시 그룹을 나타내고,

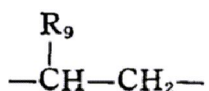
R_8 은 수소원자 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬그룹을 나타내며,

D는 산소 또는 황원자, 또는 설피닐 또는 설폰닐그룹을 나타내고,

n은 1 또는 2를 나타내며,

E는 각각 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알킬그룹 1개 또는 2개에 의해 임의로 치환되며 탄소원자 3 내지 5개를 갖는 직쇄 알킬렌 그룹을 나타내거나 단, A가 메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내고/나타내거나, R_1 이 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알카노일 그룹 또는 총 탄소수가 2 내지 4인 알콕시카보닐 그룹에 의해 치환된 아미노 그룹, 하이드록시 그룹, 또는 각각의 경우에 알킬 부위에 탄소원자 1 내지 3개를 함유할 수 있으며 각각 페닐그룹에 의해 치환될 수 있는 알킬아미노 또는 디알킬아미노 그룹을 나타내며/나타내거나, R_2 가 트리플루오로 메틸, 시아노 또는 니트로 그룹을 나타내고/나타내거나, R_3 가 불소원자를 나타내며/나타내거나, R_4 가 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알킬그룹을 나타내고/나타내거나,

R_5 가 탄소원자 1 내지 4개를 갖는 알킬 그룹, 탄소원자 3 내지 6개를 갖는 사이클로 알킬그룹, 탄소원자 2 내지 5개를 갖는 알케닐 그룹, 또는 탄소원자 7 내지 10개를 갖는 아르알킬 그룹을 나타내며/나타내거나, R_6 가 불소원자, 염소원자, 또는 각각의 경우에 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알킬설피닐 또는 알킬설피닐 그룹을 나타낼 경우에는 에틸렌 그룹을 나타내거나, 또는



A가 메틸렌 그룹을 나타낼 경우에는 또한 일반식 $CH-CH_2-$ (여기에서, R_9 는 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹이다)의 그룹을 나타낸다.

라디칼 R_1 내지 R_9 및 E의 정의에 적합한 의미는 다음과 같다 : 예를 들면,

R_1 은 하이드록시, 아미노, 메틸아미노, 에틸아미노, 프로필아미노, 이소프로필아미노, 벤질아미노, 1-페

닐에틸아미노, 2-페닐에틸아미노, 3-페닐프로필아미노, 디메틸아미노, 디에틸아미노, 디프로필아미노, 디이소프로필아미노, 디벤질아미노, 디-(2-(페닐에틸))-아미노, 디-(3-페닐프로필)-아미노, 메틸-에틸아미노, 메틸-프로필아미노, 메틸-이소프로필아미노, 에틸-이소프로필아미노, 메틸-벤질아미노, 에틸-벤질아미노, 프로필-벤질아미노, 피롤리디노, 피페리디노, 헥사메틸렌이미노, 포르밀아미노, 아세틸아미노, 프로피오닐아미노, 메톡시카보닐아미노, 에톡시카보닐아미노, 프로폭시카보닐아미노 또는 이소프로폭시카보닐아미노 그룹을 나타내고 :

R_2 및 R_3 는 동일하거나 다를 수 있으며, 각각 독립적으로 불소, 염소, 브롬 또는 요오드원자, 또는 트리플루오로메틸, 시아노 또는 니트로그룹을 나타내거나, R_2 또는 R_3 가 수소원자를 나타내고 :

R_4 및 R_5 는 동일하거나 다를 수 있으며, 각각 독립적으로 수소원자, 또는 메틸, 에틸, 프로필 또는 이소프로필 그룹을 나타내고 :

R_5 는 수소원자, 또는 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, 부틸, 이소부틸, 3급-부틸, 사이클로프로필, 사이클로부틸, 사이클로펜틸, 사이클로헥실, 알릴, 크로틸, 펜테닐, 벤질, 1-페닐에틸, 2-페닐에틸, 3-페닐프로필 또는 4-페닐부틸 그룹을 나타내며 :

R_6 가 수소, 불소, 염소 또는 브롬원자 또는 하이드록시, 메톡시, 에톡시, 프로폭시, 이소프로폭시, 메틸설페닐, 에틸설페닐, 메틸설페닐, 프로필설페닐, 벤질옥시, 2-페닐에톡시 또는 3-페닐프로폭시 그룹을 나타내고,

R_7 이 수소원자, 또는 하이드록시, 메톡시, 에톡시, 프로폭시 또는 이소프로폭시 그룹을 나타내거나, R_6 와 R_7 이 함께는 메틸렌 디옥시 그룹을 나타내며 :

R_9 은 메틸, 에틸, 프로필 또는 이소프로필 그룹을 나타내고,

E는 에틸렌, n-프로필렌, n-부틸렌, n-펜틸렌, 1-메틸-n-프로필렌, 1-에틸-n-프로필렌, 1-프로필-n-프로필렌, 1,1-디메틸-n-프로필렌, 1,1-디에틸-n-프로필렌, -1, 1-디프로필-n-프로필렌, 1-메틸-1-에틸-n-프로필렌, 1-메틸-1-프로필-n-프로필렌, -1-에틸-1-프로필-n-프로필렌, 1-메틸-n-부틸렌 또는 1-메틸-n-펜틸렌 그룹을 나타낸다.

다음의 일반식 (1) 화합물이 특히 바람직한 특성을 나타낸다 :

R_1 은 벤질 그룹 또는 탄소원자 총 2 내지 4개를 함유하는 알콕시카보닐 그룹에 의해 임의로 치환된 아미노 그룹, 또는 각 알킬부분이 탄소원자 1 내지 3개를 함유할 수 있는 알킬아미노 또는 디알킬아미노 그룹을 나타내고 :

R_2 는 수소, 염소, 브롬 또는 요오드원자, 또는 트리플루오로메틸, 시아노 또는 니트로 그룹을 나타내며 :

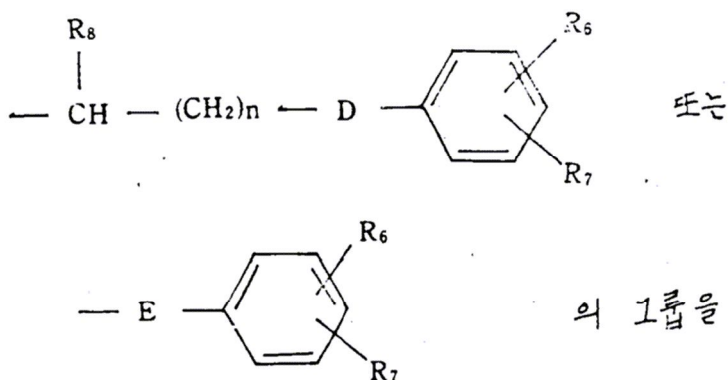
R_3 는 불소, 염소 또는 브롬원자, 또는 시아노 그룹을 나타내고 :

R_4 는 수소원자, 또는 메틸그룹을 나타내며 :

R_5 는 수소원자, 페닐 그룹에 의해 임의로 치환된 탄소수 1 내지 3개의 알킬 그룹, 또는 알릴 또는 사이클로프로필 그룹을 나타내고,

A는 메틸렌, 에틸렌 또는 하이드록시메틸렌 그룹을 나타내며,

B는 일반식



나타내고,

여기에서 R_8 , D 및 n은 상기에서 정의한 의미와 같으며,

R_6 는 수소, 불소 또는 염소원자, 또는 하이드록시, 메톡시, 에톡시, 벤질옥시, 메틸설페닐 또는 메틸설페닐 그룹을 나타내고,

R_7 는 수소원자, 또는 메톡시 그룹을 나타내거나, R_6 와 R_7 이 함께는 메틸렌디옥시 그룹을 나타내며,

E는 n-프로필렌, 1-메틸-n-프로필렌, 1,1-디메틸-n-프로필렌 또는 n-부틸렌 그룹을 나타내거나 단, A가

메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내고/나타내거나, R_1 이 벤질 그룹 또는 탄소원자 총 2개 내지 4개를 함유하는 알콕시카보닐 그룹에 의해 임의로 치환된 아미노 그룹, 또는 각각의 경우에 알킬 부위가 탄소수 1 내지 3개일 수 있는 알킬아미노 또는 디알킬아미노 그룹을 나타내며/나타내거나, R_2 가 트리플루오로메틸, 시아노 또는 니트로 그룹을 나타내고/나타내거나, R_3 가 불소원자를 나타내며/나타내거나, R_5 가 페닐그룹에 의해 임의로 치환된 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹, 알릴 그룹 또는 사이클로프로필 그룹을 나타낼 경우에는 에틸렌 그룹을 나타내는 화합물.

상기 언급한 일반식 (I) 화합물중에서 특히 바람직한 화합물은,

R_1 이 에톡시카보닐 그룹에 의해 임의로 치환된 아미노그룹, 또는 각 알킬부위에 탄소원자 1 내지 3개를 함유할 수 있는 알킬아미노 또는 디알킬아미노 그룹을 나타내며 :

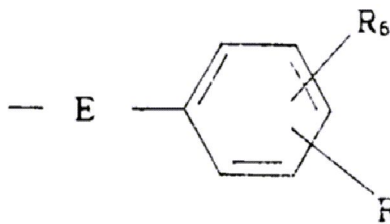
R_2 가 수소, 염소 또는 브롬원자, 또는 시아노 그룹을 나타내고 :

R_3 가 불소 또는 염소원자, 또는 시아노 그룹을 나타내며 :

R_4 가 수소원자, 또는 메틸 그룹을 나타내고 :

R_5 가 수소원자, 페닐그룹에 의해 임의로 치환된 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹, 알릴 그룹, 또는 사이클로프로필 그룹을 나타내며 :

A가 메틸렌 또는 하이드록시메틸렌 그룹을 나타내고 :



B가 일반식 $-E-$ 의 그룹을 나타내며, 여기에서 E는 n-프로필렌, 1-메틸-n-프로필렌, 1,1-디메틸-n-프로필렌, n-부틸렌 그룹을 나타내거나,

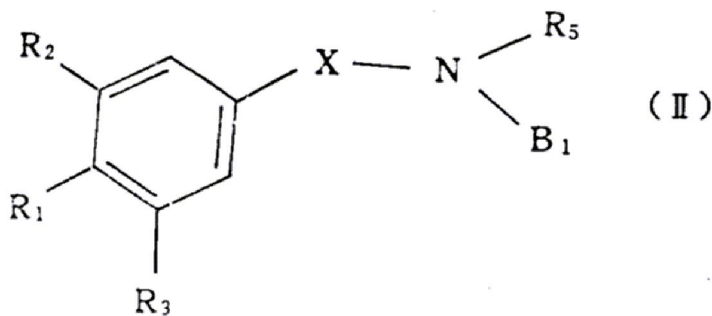
단, R_1 이 에톡시카부닐 아미노 그룹을 나타내고/나타내거나, R_2 가 시아노 그룹을 나타내며/나타내거나, R_3 가 불소원자를 나타내고/나타내거나, R_5 가 페닐 그룹에 의해 임의로 치환된 탄소수 1 내지 3의 알킬 그룹 알릴 그룹 또는 사이클로프로필 그룹을 나타낼 경우에는 에틸렌 그룹을 나타내며,

R_6 는 수소원자, 또는 하이드록시 또는 메톡시 그룹을 나타내고,

R_7 는 수소원자, 또는 메톡시 그룹을 나타내는 화합물이다.

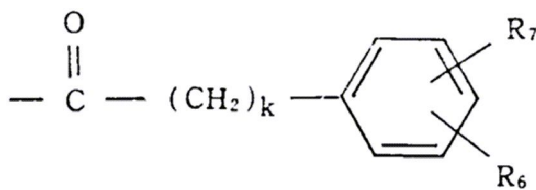
본 발명에 따르는 신규 화합물은 다음 방법들에 의해 제조할 수 있다 :

a) 일반식 (II)의 화합물을 환원시키는 방법 :



상기식에서,

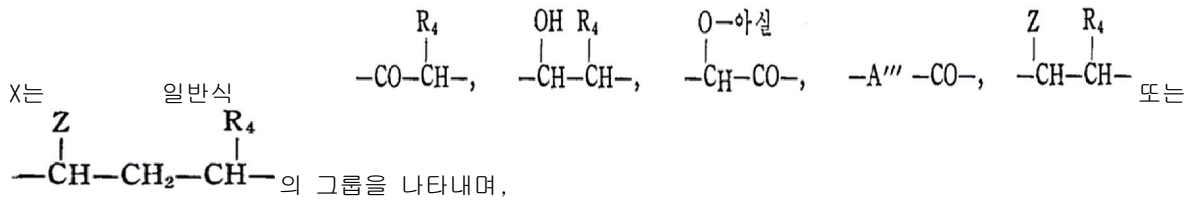
R_1 내지 R_3 및 R_5 는 상기에서 정의한 의미와 같고 :



B_1 이 일반식 $-A'''-$ 의 그룹을 나타내며,

X가 일반식 $-A'''-\text{CH}-$ 의 그룹을 나타내거나,

B₁은 B에 대하여 상기에서 언급한 바와 같은 의미를 갖고,



여기에서, R₄, R₆ 및 R₇은 상기에서 정의한 의미와 같고,

A'''는 메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내며,

k는 1, 2 또는 3을 나타내고,

아실은 아세틸, 프로피오닐 또는 벤조일 그룹과 같은 유기아실 그룹을 나타내며,

Z는 브롬 또는 요오드원자와 같은 환원에 의해 분해할 수 있는 그룹, 또는 메톡시카보닐옥시 또는 에톡시카보닐옥시 그룹과 같은 카보닐 에스테르 라디칼을 나타낸다.

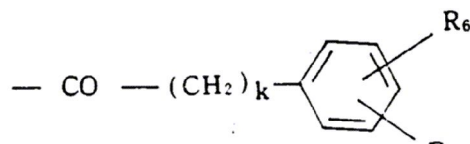
환원시키고자하는 라디칼의 정의에 따라, 환원반응은 메탄올, 메탄올/물, 에탄올, 에탄올/물, 이소프로판올, 트리플루오로아세트산, 부탄올, 디에틸에테르, 테트라하이드로푸란, 테트라하이드로푸란/물, 디옥산 또는 헥사메틸 포스포르산 트리아미드와 같은 적절한 용매 중, -20℃ 내지 반응 혼합물의 비점, 예를 들면 -20℃ 내지 100℃의 온도에서 적절하게는 수소화물, 1급 또는 2급 알콜 존재하의 알루미늄 이소프로필레이트, 촉매적으로 활성화된 수소 또는 발생기 수소를 사용하여 수행한다.

A가 하이드록시메틸렌 그룹을 나타내는 일반식 (I)의 화합물을 제조하기 위해서는, 환원반응을 예를 들면 메탄올, 메탄올/물, 디에틸에테르 또는 테트라하이드로푸란과 같은 적절한 용매중, -20℃ 내지 50℃의 온도에서 수소화붕소 나트륨 또는 수소화 알루미늄 리튬과 같은 착금속 수소화물을 사용하여 적절히 수행하는데, 이소프로판올 중의 알루미늄 이소프로필레이트에 의한 환원반응은 비점에서 생성된 아세톤을 증류시켜 제거함으로써 수행하고, 촉매적으로 활성화된 수소에 의한 환원반응은 백금, 팔라듐, 라니닉셀 또는 라니-코발트와 같은 촉매의 존재하에, 실온 및 1 내지 5바의 수소압에서 수소를 사용하여 수행하며, 발생기 수소에 의한 환원반응, 예를 들면 활성화된 금속성 알루미늄과 물에 의한 환원반응 또는 아연과 염산에 의한 환원반응은 사용된 용매의 비점까지의 온도에서 수행한다.

X가 -CO-CHR₄-그룹을 나타내는 일반식 (II) 화합물의 경우에는, 반응을 0 내지 50℃의 온도, 바람직하게는 실온에서 예를 들어, 메탄올/물, 에탄올/물 또는 이소프로판올중의 수소화붕소 나트륨을 사용하거나, 용매로써 디에틸에테르 또는 테트라하이드로푸란중의 수소화 알루미늄 리튬을 사용하여 적절히 수행하기

나, X가 $\begin{array}{c} \text{O}-\text{아실} \\ | \\ -\text{CH}-\text{CO}- \end{array}$ 그룹을 나타내는 경우의 반응은 에테르, 테트라하이드로푸란 또는 디옥산 같은 적절한 용매중의 수소화물, 예를 들면 테트라하이드로 푸란중의 디보란 또는 수소화알루미늄 리튬을 사용하여 저온 내지 약간 상승된 온도, 예를 들면 0 내지 100℃, 그러나 적절하게는 반응 혼합물의 비점에서 수행하는 것이 바람직하다.

A가 메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내는 일반식 (I)의 화합물을 제조하기 위해서는, 환원반응을 에탄올 이소프로판올, 테트라하이드로푸란, 디옥산, 트리플루오로아세트산 또는 헥사메틸 포스포르산 트리아미드와 같은 적절한 용매중, 0 내지 100℃의 온도에서 수소화붕소나트륨, 수소화알루미늄 리튬, 나트륨 시아노보로 하이드라이드 또는 피리딘-보란과 같은 수소화물을 사용하여 수행하는 것이 적합하다.



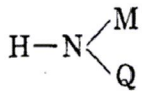
여기에서 X가 -A'''-CO-그룹을 나타내거나 B₁이 일반식 (II) 화합물의 경우에는, 반응을 승온에서, 예를 들어 테트라하이드로푸란중, 반응 혼합물의 비점에서 수소화알루미늄리튬을 사용하여 수행하는 것이 바람직하며, 또한 X가 하이드록시메틸렌 그룹을 나타내는 경우의 반응은 트리플루오로 아세트산 중, 25 내지 100℃온도에서, 피리딘-보란을 사용하여 수행하는 것이 바람직하고, 이에 따라 반응성분들은 저온, 예를 들면 -10℃에서 적절히 혼합되고, 또한 X

가, $\begin{array}{c} \text{Z} \quad \text{R}_4 \\ | \quad | \\ -\text{CH}-\text{CH}- \end{array}$ 또는 $\begin{array}{c} \text{Z} \quad \text{R}_4 \\ | \quad | \\ -\text{CH}-\text{CH}-\text{CH}- \end{array}$ 그룹을 나타내는 경우에는 이 반응을 이소프로판올, 헥사메틸포스포르산 트리아미드, 테트라하이드로푸란 또는 디옥산과 같은 적절한 용매 중, 20 내지 100℃온도에서 수소화붕소나트륨, 나트륨시아노-보로하이드라이드 또는 수소화알루미늄 리튬을 사용하여 수행하는 것이 바람직하다.

b) 반응 혼합물중에 임의로 형성된 일반식 (III)의 카보닐화합물 또는 그의 알데히드 수화물을 일반식 (IV)의 아민 및 환원제와 반응시키는 방법 :

K-L

(III)

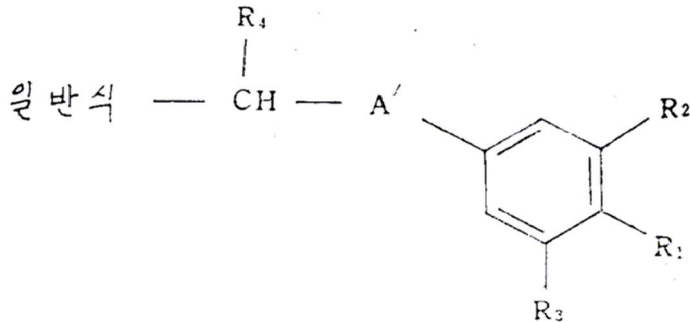


(IV)

상기식에서,

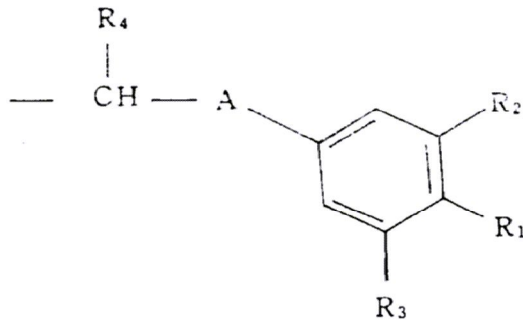
K가 라디칼 L에 존재하는 알킬부분의 인접한 수소원자와 함께는 산소원자를 나타내고 :

L은 B에 대해 상기에서 정의한 바와 같은 의미를 갖거나, 수소원자를 제외한 R₅에서 정의한 바와 같은 의미를 갖거나,



그룹을 나타내며, 여기에서 R₁ 내지 R₄는 상기에서 정의한 바와 같고, A'는 카보닐, 메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내고 :

M 및 Q는 서로 상이하며, B 및 R₅에서 상기 언급한 의미와 같거나, 라디칼 M 및 Q중의 하나는 일반식



(여기에서, R₁ 내지 R₄ 및 A는 상기에서 정의한 의미와 같다)의 그룹을 나타낸다.

이 반응은 메탄올, 메탄올/물, 에탄올, 에탄올/물, 부탄올, 디에틸, 에테르, 테트라하이드로푸란, 또는 디옥산과 같은 적절한 용매 중, -20 내지 50℃의 온도, 바람직하게는 0 내지 25℃의 온도에서 환원제의 존재하에 수행하는 것이 바람직하다. 여기에서 환원제로는 착금속 수소화물 또는 촉매적으로 활성화된 수소가 적절하다.

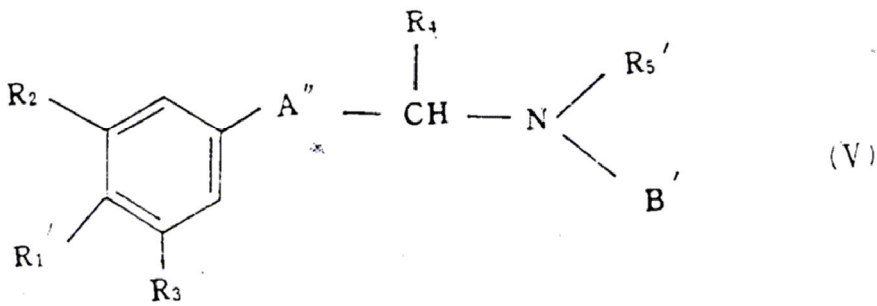
일반식(IV)의 2급 아민을 사용하여 반응을 수행할 경우에는, 용매로서 테트라하이드로푸란 중, pH<7, 예를 들면 pH 6 내지 6.5에서 나트륨 시아노보로하이드라이드를 사용하여 수행하고, 계속해서 실온에서 수소화붕소나트륨을 사용하여 수행하는 것이 바람직하다.

일반식(IV)의 1급 아민을 사용하여 반응을 수행할 경우에는, 반응 혼합물중에 형성된 쉬프염기를 메탄올, 메탄올/물, 디에틸 에테르 또는 테트라하이드로푸란과 같은 적절한 용매 중, -20℃ 내지 사용된 용매의 비점에서, 예를 들면 0 내지 80℃에서 수소화붕소나트륨 또는 수소화알루미늄 리튬과 같은 착금속 수소화물로 환원시키거나, 1 내지 5바의 수소압 및 0 내지 100℃, 바람직하게는 실온에서 촉매적으로 활성화된 수소로, 예를 들면 백금, 팔라듐, 라니닉셀 또는 라니 코발트와 같은 촉매 존재하의 수소로 환원시키는 것이 바람직하다.

메틸화반응은 또한 승온, 예를 들면 반응 혼합물의 비점에서 환원제로서 포름알데히드 및 포름산을 사용하여 수행할 수 있다.

R₁이 아미노그룹, 또는 탄소원자 1 내지 3개를 함유하는 알킬아미노그룹을 나타내는 일반식(IV)의 화합물, 및 L이 R₅에서 정의한 바와 같은 의미를 갖는 일반식(III)의 카보닐 화합물을 사용하여 반응을 수행할 경우에는, 이 그룹을 특히 과량의 카보닐 화합물을 사용하여 알킬화시킬 수 있다.

c) 일반식(V) 화합물중의 보호라디칼 하나 이상을 제거하는 방법 :



상기식에서,

R_2 , R_3 및 R_4 는 상기에서 정의한 의미와 같고 :

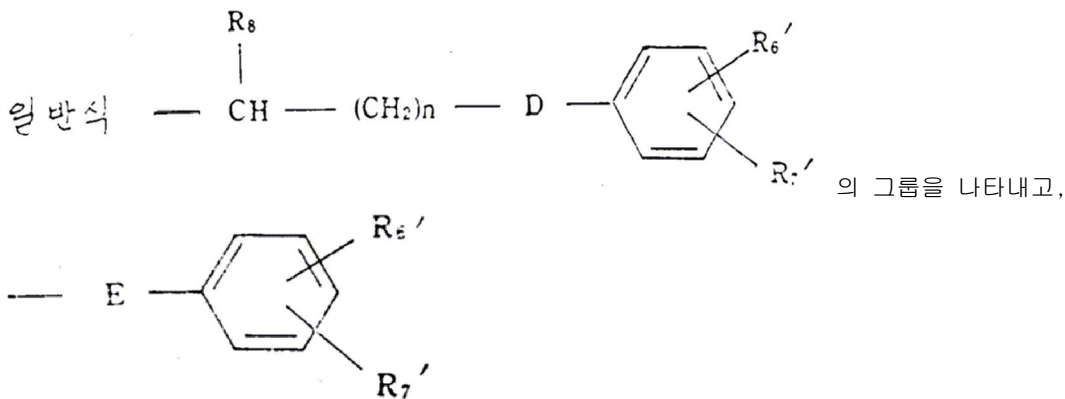
R_1' 는 R_1 에 대해 상기 언급한 바와 같은 의미를 갖거나, 보호라디칼에 의해 보호된 하이드록시 또는 아미노 그룹을 나타내며 :

A'' 는 A 에 대해 상기 언급한 의미를 갖거나, 보호라디칼에 의해 보호된 하이드록시 메틸렌 그룹을 나타내고 :

R_5' 는 R_5 에 대해 상기에서 정의한 의미와 같거나,

아미노그룹의 보호라디칼을 나타내며 :

B' 는 B 에 대해 상기에서 정의한 의미를 갖거나



여기에서 R_8 , D , E 및 n 은 상기에서 정의한 의미와 같으며,

R_6' 및 R_7' 는 동일하거나 다를 수 있고,

R_6 및 R_7 에서 정의한 의미와 같거나,

보호라디칼에 의해 보호된 하이드록시 그룹을 나타내며,

R_1' , A , R_5 및/또는 B' 라디칼 중 적어도 하나는 각각 상기 언급된 보호라디칼중의 하나를 함유하여야 한다.

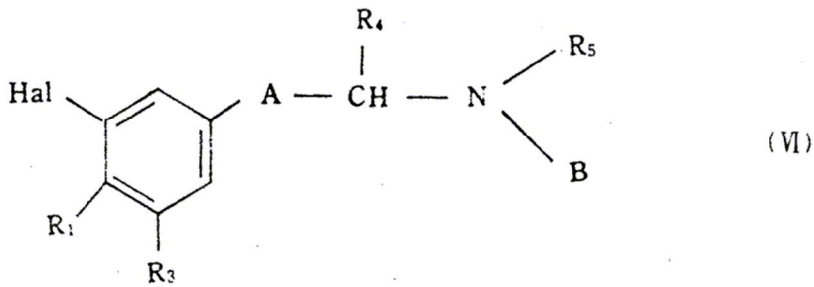
보호라디칼로는, 예를 들면 에톡시카보닐, 아세틸, 프로피오닐 또는 벤조일 그룹, 또는 벤질 그룹이 적절하며, A'' 의 보호라디칼로는 아세틸, 메톡시카보닐 또는 에톡시카보닐 그룹이 적절하다.

상기 언급된 아실 및/또는 알콕시 카보닐라디칼중의 하나의 분해 반응은 물, 이소프로판올/물, 테트라하이드로퓨란/물, 또는 디옥산/물과 같은 수성 용매 중, 0 내지 100°C의 온도, 바람직하게는 반응 혼합물의 비점에서 염산 또는 황산과 같은 산의 존재하에, 또는 수산화나트륨 또는 수산화칼륨과 같은 알칼리 염기의 존재하에 가수분해에 의해 수행하는 것이 바람직하다.

벤질라디칼의 분해는 예를들면 팔라듐/목탄과 같은 촉매 존재하의 수소를 사용하여 메탄올, 에탄올, 에틸아세테이트 또는 빙초산과 같은 용매중, 0 내지 50°C의 온도, 바람직하게는 실온 및 1 내지 7바아, 바람직하게는 3 내지 5바아의 수소압에서 염산과 같은 산을 임의로 가하면서 가수소분해하여 수행하는 것이 바람직하다.

d) 라디칼 R_2 및 R_3 중의 하나가 수소원자를 나타내는 일반식(I)의 화합물을 제조하기 위해서, 일반식

VI)의 화합물을 탈할로겐화 하는 방법 :

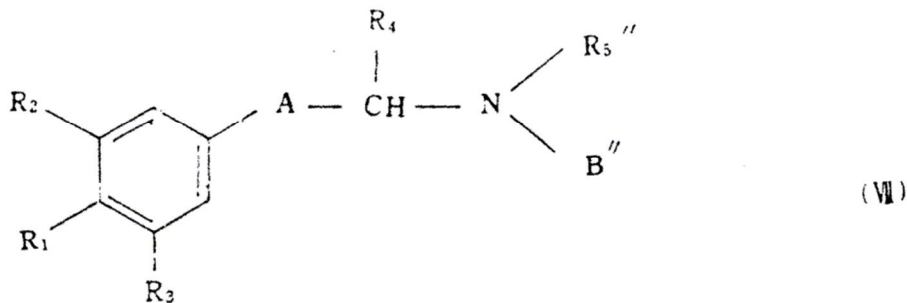


상기식에서,

R_1 , R_3 내지 R_5 , A 및 B는 상기에서 정의한 의미와 같고, Hal은 염소, 브롬 또는 요오드 원자를 나타낸다.

탈할로겐화 반응은 용매중에서 수행하는 것이 바람직하며, 적절하게는 벤젠 또는 톨루엔중에서 트리페닐 포스핀을 사용하거나, 메탄올, 에탄올, 에틸 아세테이트 또는 테트라 하이드로푸란중에서 수소화촉매 존재하의 수소를 사용하거나, 테트라하이드로푸란, 디옥산 수소화알루미늄 리튬 또는 나트륨-디에톡시-알루미늄 수소화물과 같은 착금속 수소화물을 사용하여 수행한다. 사용된 방법에 따라, 반응은 실온 또는 승온, 예를들면 60 내지 150°C 온도, 및 상압 또는 중등도로 상승된 압력에서 수행한다. 라니-니켈 또는 팔라듐/목탄을 사요하는 경우에는, 탈할로겐화 반응은 실온 및 상압에서 수행한다.

e) 일반식(VII)의 화합물을 알킬화 하는 방법 :



상기식에서,

R_1 내지 R_4 및 A는 상기에서 정의한 의미와 같고 :

R_5'' 는 R_5 에서 정의한 의미와 같거나, 수소원자를 나타내어야 하며 :

B''는 B에서 정의한 의미와 같고, 이때 R_5'' 가 수소원자를 나타내지 않은 경우에, 라디칼 R_6 및 R_7 중의 적어도 하나는 반드시 하이드록시그룹을 나타내야 하거나 R_1 이 탄소수 1 내지 3의 알킬그룹에 의해 임의로 치환된 아미노 그룹을 나타내야 하며, 이때 알킬그룹은 페닐라디칼에 의해 추가로 치환될 수 있다.

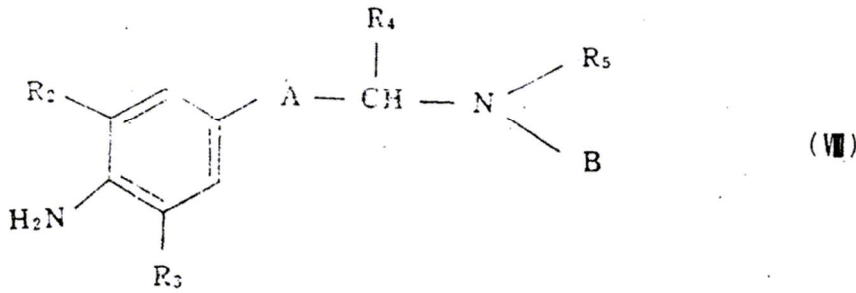
이 반응은 물/메탄올, 에탄올/물, 테트라하이드로푸란, 디옥산, 아세톤 또는 디메틸 설펍사이드와 같은 용매 중, 적절하게는 -10°C 내지 50°C, 바람직하게는 0 내지 30°C의 온도에서, 임의로는 수산화나트륨용액 또는 탄산칼륨과 같은 염기의 존재하에, 메틸 요다이드, 디메틸 설펍사이드, 에틸 브로마이드, 디에틸 설펍사이드, 벤질 브로마이드, 2-페닐에틸 브로마이드 또는 메틸-P-톨루엔 설펍사이드와 같은 알킬화제를 사용하여 수행한다. 그러나, 이 반응은 용매를 사용하지 않고 수행할 수도 있다.

질소원자의 알킬화 반응은 또한 포름알데히드/포름산을 사용하여 승온에서, 예를들면 반응 혼합물의 비점에서 수행할 수 있거나, 상응하는 카보닐 화합물 및 착금속 수소화물, 바람직하게는 나트륨 시아노보로하이드라이드를 사용하여 pH<7, 예를 들면 pH 6 내지 6.5에서 물/메탄올, 에탄올, 에탄올/물 또는 테트라하이드로푸란과 같은 용매 중, 0 내지 50°C의 온도, 바람직하게는 실온에서 수행할 수 있다.

또한, 페놀성 하이드록시 그룹의 알킬화 반응은 디에틸에테르 또는 테트라하이드로푸란과 같은 용매중, 0 내지 50°C, 바람직하게는 실온에서 상응하는 디아조알칸을 사용하여 수행할 수 있다.

f) R_1 이 탄소원자 1 내지 3개를 함유하는 알카노일 그룹 또는 질소원자 총 2 내지 4개를 함유하는 알콕시 카보닐 그룹에 의해 치환된 아미노그룹을 나타내고, R_5 가 수소원자를 나타내지 않는 일반식(I)의 화합물

을 제조하기 위해서, 일반식(VIII)의 화합물은 일반식(IX)의 화합물로 아실화 하는 방법 :



상기식에서,

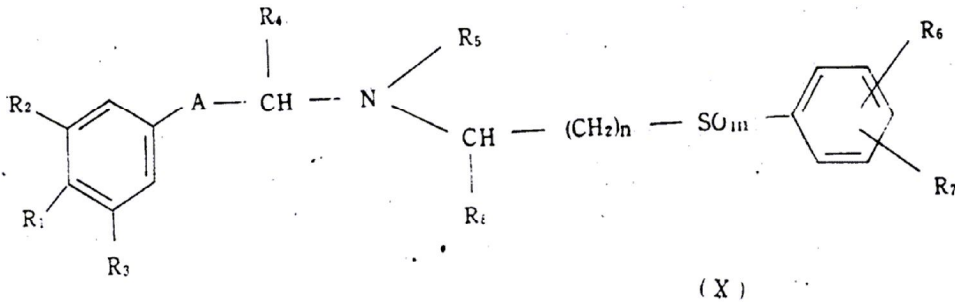
R_2 내지 R_5 , A 및 B는 상기에서 정의한 의미와 같고 :

R_{10} 은 수소원자, 메틸 또는 에틸그룹, 또는 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알콕시 그룹을 나타내며 :

Y는 할로겐원자, 니트로페닐라디칼, 이미다졸릴 그룹 또는 일반식 $-O-COR_{10}$ 의 라디칼과 같은 친핵성 치환 가능한 그룹을 나타낸다.

이 반응은 예를 들면, 임의로는 물/테트라하이드로푸란, 디에틸에테르, 테트라하이드로푸란 또는 메틸렌 클로라이드와 같은 용매중에서, 임의로는 트리에틸아민 또는 피리딘과 같은 염기(이때, 3급 유기 염기는 동시에 용매로도 제공될 수 있다)의 존재하에, 동시에 용매로 제공될 수 있는 아세틸 클로라이드, 아세트산무수물, 프로피온산 무수물 또는 상응하는 클로로포름에이트(예, 에틸 클로로포름에이트)를 사용하여 0 내지 100℃, 바람직하게는 실온에서 수행한다. 이 반응은 또한 용매 없이도 수행할 수 있다.

g) D가 설피닐 또는 설포닐 그룹을 나타내는 일반식(I)의 화합물을 제조하기 위해, 일반식(X)의 화합물을 산화시키는 방법 :



상기식에서,

R_1 내지 R_8 , A 및 n은 상기에서 정의한 의미와 같고 :

m은 0 또는 1을 나타낸다.

산화반응은 사용된 산화제에 따라 물, 물/피리딘, 에탄올, 메탄올, 아세톤, 빙초산, 포름산, 회 황산 또는 트리플루오로아세트산과 같은 용매중, -80 내지 100℃의 온도에서 수행하는 것이 바람직하다.

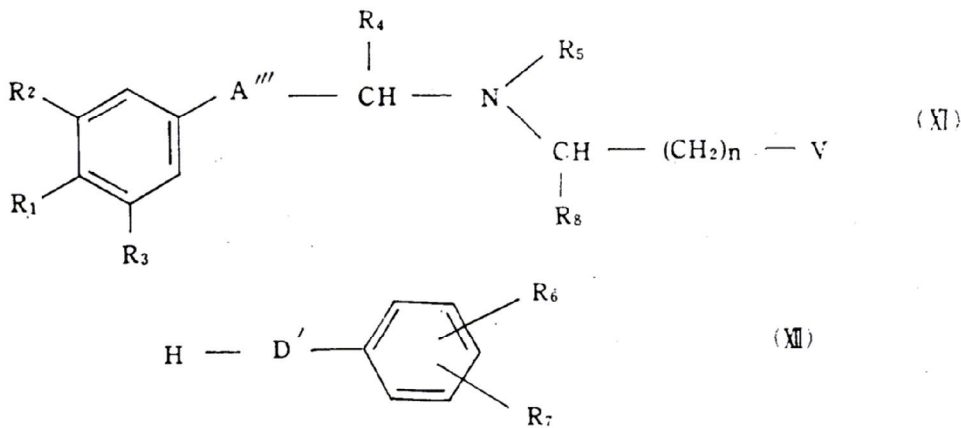
일반식(I)의 설피닐 화합물을 제조하기 위해서는, 산화 반응을 산화제 등몰량을 사용하여 수행하는 것이 적절하며, 예를들면 빙초산, 트리플루오로아세트산 또는 포름산중, 0 내지 20℃에서 과산화수소를 사용하거나, 아세톤 중 0 내지 60℃에서 과산화수소를 사용하거나, 빙초산 또는 트리플루오로아세트산 중, 0 내지 50℃에서 과포름산과 같은 과산을 사용하거나, 메틸렌 클로라이드 또는 클로로포름중, -20 내지 60℃에서 m-클로로퍼벤조산을 사용하거나, 메탄올 또는 에탄올 수용액 중, 15 내지 25℃에서 나트륨 메타퍼요다이트를 수용하여 수행한다.

일반식(I)의 설포닐 화합물을 제조하기 위해서는 산화제 등몰량 또는 2배 이상의 몰량을 사용하는 것이 적절하며, 예를 들면 빙초산, 트리플루오로아세트산, 또는 포름산 중, 20내지 100℃에서 과산화수소를 사용하거나, 아세톤 중, 0 내지 60℃에서 과산화수소를 사용하거나, 빙초산, 트리플루오로아세트산, 메틸렌 클로라이드 또는 클로로포름중, 0 내지 60℃에서 과포름산 또는 m-클로로퍼벤조산과 같은 과산을 사용하거나, 빙초산, 물/황산 또는 아세톤 중, 0 내지 20℃에서 과망간산 칼륨을 사용하여 수행한다.

h) D가 산소 또는 황원자를 나타내고, R_5 가 수소원자를 나타내지 않는 일반식(I)화합물을 제조하기 위해

서, 일반식(XI)의 화합물을 일반식(XII)의 화합물 또는 그의 알카리염 또는 알카리 토금속염과 반응시

키는 방법 :



상기식에서,

R_1 내지 R_8 및 n 은 상기에서 정의한 의미와 같고 :

V 는 할로겐원자 또는 설폰산 에스테르라디칼, 예를들면 염소, 브롬 또는 요오드원자, p -톨루엔 설폰닐옥시 또는 메탄설폰닐옥시 그룹과 같은 친핵성 치환 가능한 그룹을 나타내며 :

A''' 은 메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내고 :

D' 는 산소 또는 황원자를 나타낸다.

이 반응은 클로로포름, 테트라하이드로푸란, 디옥산 또는 톨루엔과 같은 용매, 바람직하게는 아세톤, 디메틸포름 아마이드 또는 디메틸 설폭사이드와 같은 무수 비양자성 용매 중, -10°C 내지 사용된 용매의 비점, 예를들면 -10° 내지 100°C , 바람직하게는 0 내지 50°C 에서 임의로는 탄산나트륨, 탄산칼륨, 수산화나트륨, 수소화나트륨 또는 칼륨-3급-부틸레이트와 같은 알칼리 염기의 존재하에 수행하는 것이 적절하다. 그러나 이 반응은 용매의 부재하에 수행할 수도 있다.

1,2 또는 3개의 광학적 활성 탄소원자를 함유하는 본 발명의 일반식(I)화합물은 계속하여 통상의 방법에 따라 그의 광학적 활성 대장체, 그의 디아스테레오아이소머성 라세미체 및 그의 광학적 대장체로 분리시킬 수 있다.

상기 일반식(I)화합물의 라세미체는 그의 디아스테레오 아이소머 염과 광학적 활성산, 예를 들면 D(-)-타타르산, L(+)-타타르산, 디벤조일-D-타타르산, 디벤조일-L-타타르산, (+)-캄포르-10-설폰산, L(-)-말

산, L(+)-만델산, d- α -브로모-캄포르-11-설폰산 또는 11-퀸산과의 혼합물을 분별 결정시킨후 계속하여 각각의 광학적 활성 염기를 유리시킴으로써 바람직하게 분리할 수 있다. 라세미체는 또한 광학적 활성 담체, 예를 들면 아세틸 셀룰로즈 상에서 컬럼 크로마토그래피하여 분리할 수도 있다.

디아스테레오아이소머성 라세미체의 정제는, 예를 들면 분별 결정화법 및/또는 불활성 담체상에서의 컬럼 크로마토그래피방법에 의해 행한다.

또한, 수득된 신규의 화합물은, 경우에 따라 계속해서 무기 또는 유기산을 사용하여 그의 생리학적으로 허용되는 염으로 전환시킬 수 있다. 적절한 산으로는 염산, 브롬산, 황산, 인산, 푸마르산, 석신산, 락트산, 시트르산, 또는 말레산을 들 수 있다.

출발물질로 사용된 일반식(II) 내지 (XII)의 화합물은 부분적으로 신규하다. 이들은 공지의 방법에 따라 수득할 수 있다.

따라서, X가 $-\text{CO}-\text{CHR}_4-$ 그룹을 나타내는 일반식(II)의 화합물은, 예를 들면 상응하는 α -할로겐 케톤을 상응하는 아민과 반응시켜 제조할 수 있고, X가 $-\text{A}'''-\text{CO}-$ 그룹을 나타내는 일반식(II)의 화합물은, 예를들면 상응하는 페닐 아세트산 유도체를 상응하는 아민과 반응시켜 제조할 수 있다.

출발물질로 사용된, A' 가 카보닐 그룹을 나타내고 R_4 가 수소원자를 나타내는 일반식(III)의 화합물은 상응하는 아세트페논을 이산화 셀렌으로 산화시켜 제조할 수 있고, A' 가 메틸렌 또는 에틸렌 그룹을 나타내는 일반식(III)의 화합물은 상응하는 하이드록시 화합물을 상응하는 할로겐 화합물로 전환시키거나, 상응하는 하이드록시 화합물을 상응하는 클로로포르메이트로 아실화시키고, 계속해서 환원시킴으로써 제조할 수 있다.

출발물질로 사용된 일반식(V)의 화합물은, 예를들면 상응하는 ω -페닐알킬 할로게나이드를 상응하는 아민과 반응시켜 제조할 수 있다.

출발물질로 사용된 일반식(VI), (VII) 및 (VIII)화합물은, 예를들면 상응하는 카복실산 아마이드 또는 아미노 아세트페논을 환원시켜 제조할 수 있다.

출발물질로 사용된 일반식(X)의 화합물은, 예를들면 상응하는 메르캅토 화합물을 알킬화 한 후, 임의로 계속해서 산화시켜 제조할 수 있다.

출발물질로 사용된 일반식 (XI)의 화합물은 예를들면 상응하는 페닐알킬아민을 알킬화하여 제조할 수 있다.

이미 언급한 바와 같이, 신규의 화합물은 중요한 약물학적 작용, 즉 심장 및 순환기에 대한 효과, 특히 혈압, 부정맥에 대한 작용 및/또는 강심 작용을 지니며, 독성이 낮고 약간의 부작용을 나타낼 뿐이다.

예를 들어 다음 화합물을 사용하여 생물학적 활성에 대해 시험한다 :

A=1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올,

B=1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)프로필]메틸아미노]에탄올,

C=1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염,

D=1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올,

E=N-[1-메틸-2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아민-염산염,

F=N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]이소프로필아민,

G=N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]-N-[2-(3,5-디클로로-4-이소프로필아미노-페닐)-에틸]-이소프로필아민, 및

H=N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민.

1. 마취시킨 고양이에서 수축력 파라미터 dp/dt_{max} 및 심박동수 측정

체중이 약 2 내지 4kg인 암수 고양이를 펜토바비탈 나트륨(40mg/kg, 복강내)으로 마취시킨 후 계속하여 펜토바비탈 나트륨(8mg/kg/h)을 주입시켜 마취상태를 유지시킨다. 동물의 호흡은 자연적으로 이루어지도록 한다. 체온은 가열패드 및 정온기를 사용하여 38℃로 유지시킨다. 좌심실의 혈압은 우경동맥을 통해 좌심실에 도입시킨 혈압전도기(Millar PC 350)를 사용하여 측정한다. 혈압 시그널로부터 좌심실내의 혈압 상승속도(dp/dt)를 미분기로 사용하여 측정한다. 심박동수는 그래프 속도측정기(Model 7 P 4)를 사용하여 측정한다. 제동시그널로서 ECG 또는 좌심실 혈압곡선을 이용한다. 모든 파라미터는 그래프 폴로그래프로 기록한다.

모든 물질을 용액(물 또는 폴리에틸렌글리콜 200)으로서 잠재정맥에 주입시킨다. 정맥주사 용량은 각기 0.3mg/kg이다. 투여후 최대 활성화도 및 시간은 최대활성도가 반감되기까지 측정한다.

다음 표는 그 결과를 나타낸다 :

[표 1]

시 험 화 합 물	dp/dt_{max} 의 증가율 %	반감기(분)
A	+93	38
B	+123	>140
C	+83	112
D	+105	>100

[표 2]

시험화합물	심박동수 감소율 %	반감기(분)	시험화합물	심박동수 감소율 %	반감기(분)
E	-27	39	G	-13	>90
F	-17	150	H	-14	>52

2. 급성 독성 :

체중이 약 20g인 암수 마우스에게 각 시험 화합물(0.1 또는 0.2ml/체중 10g)을 정맥 투여(잠재정맥) 또는 위내에 투여한후 급성 독성을 측정한다. 14일간 관찰후, 리히트필드(LICHTFIELD) 및

윌콕슨(WILCOXON)에 의해 기술된 방법에 따라 LD₅₀을 측정한다.

시 험 화 합 물	LD ₅₀ mg/kg정맥내 투여	경구투여(P.O)
A	19	>100
C	32	250

본 발명에 따라 제조된 화합물은 그의 약물학적 작용으로 심혈관계 질환 치료에 적합하다. 따라서 양성 심수축 효과를 지닌 화합물은 심부전증 치료에 특히 적합하며, 심박동수를 저하시키는 화합물은 특히 심 부정맥 및 심장관상 질환 치료에 적합하다.

신규의 화합물을 임의로 기타의 활성 성분과 배합하여 약학적으로 투여할 경우에 당의정, 정제, 산제, 좌제, 현탁제, 앰플제 또는 점적제와 같은 통상의 약제학적 제제로 투여할 수 있다 : 성인의 1회 투여량은 5 내지 75mg, 바람직하게는 10 내지 50mg으로, 1일 1 내지 4회 투여한다.

다음 실시예는 본 발명을 설명한다.

[실시예 1]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

0.5g(13.5밀리몰)의 수소화붕소 나트륨을 40mℓ의 에탄올 및 15mℓ의 물중의 3.45g(9밀리몰)의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논의 용액에 조금씩 나누어 가하고, 이때 pH는 2N염산을 사용하여 pH 3 내지 6으로 유지시킨다. 첨가가 완료된 후에 반응 혼합물을 30분간 교반하고 용액을 회전 증발기내에서 증발시킨다. 수득된 잔류물을 100mℓ의 에테르와 100mℓ의 2N암모니아용액 사이에 분배시킨다. 에테르상을 물로 세척하여 황산 나트륨상에서 건조시킨후 증발시킨다. 잔류오일은 실리카 겔상에서 용출제로서 염화메틸렌 : 메탄올 =19 : 1(Macherey and Nage 70 내지 230 메쉬 ASTM)을 사용하여 크로마토그래피한다. 목적화합물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨 후 수득된 오일로부터 잔류 용매를 진공중에서 40℃에서 제거시킨다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3610cm ⁻¹	OCH ₃	2830cm ⁻¹
NH ₂	3400+3490cm ⁻¹	N-알킬	2800cm ⁻¹
CH ₂	2850+2940cm ⁻¹	C=C	1610cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} : 243nm (0.23)

280nm (0.08)

300nm (0.08)

[실시예 2]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[3-페닐-프로필]-메틸-아미노]에탄올-염산염

10g(0.035몰)의 4'-아미노-2-브로모-3',5'-디클로로-아세트페논, 6.7g(0.036몰)의 N-(3-페닐-프로필)-메틸아민-염산염 및 10.5mℓ(0.075몰)의 트리에틸아민을 250mℓ의 메틸렌 클로라이드에 가한다. 이 혼합물을 6시간동안 환류시키고, 계속해서 실온에서 밤새 방치한다. 다음에는, 혼합물을 물로 세척하여 황산나트륨 상에서 건조시키고 회전 증발기상에서 증발시킨다. 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-(3-페닐-프로필)-메틸-아미노]아세트페논의 오일상 잔류물을 100mℓ의 90% 에탄올에 용해시킨다. 교반 및 물로 외부 냉각시키면서 5g의 수소화붕소 나트륨을 일부씩 가한다. 1시간동안 실온에서 방치한 후 아세톤을 사용하여 과량의 수소화붕소 나트륨을 제거한다. 반응 혼합물을 물로 희석하여 메틸렌 클로라이드로 추출한다. 메틸렌 클로라이드상을 분리하여 물로 세척하고 황산나트륨 상에서 건조시킨 다음 회전 증발기상에서 진공하에 증발시킨다. 황색오일상 잔류물을 실리카 겔상에서 크로마토그래피한다(용출제 : 메틸렌 클로라이드 ; 메틸아세테이트=4 : 1). 목적 화합물을 함유하는 획분을 증발시킨다. 남아 있는 오일상 잔류물을 이소프로판올에 용해시키고 에테르성 염산으로 산성화한 후 결정화가 시작될때까지 에테르와 혼합한다. 무색의 결정성 생성물을 수득된다.

융점 : 85℃(소결)

[실시예 3]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올

빙수로 냉각시킨 300ml의 테트라하이드로퓨란 및 50ml의 물중의 0.1몰의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]아세트 페논의 용액에 0.2몰의 수소화붕소 나트륨을 조금씩 나누어 가한다. 반응용액을 실온에서 60분간 교반하여 2N염산으로 산성화한후 테트라하이드로퓨란을 회전 증발기상에서 증류시켜 제거한다. 수득된 염산 수용액 잔류물에 염기성 반응이 일어날때까지

지 8.5N암모니아를 가한 후 매회 에테르 250㎖ 씩으로 2회 추출한다. 계속하여, 에테르 추출물을 매회 75㎖ 씩의 물로 2회 세척하여 황산 마그네슘상에서 건조시킨다. 여액을 회전 증발기중에서 증발시키고 수득된 증발 잔류물을 실리카겔 60(Macherey and Nagel · 70 내지 230 메쉬-ASTM)상에서 정제한다. 용출제로써 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=30 : 1의 혼합물을 사용한다. 획분화 및 회전증발기중에서 증발시킨 후 수득된 증발잔류물에 미리 제조된 화합물 샘플을 가하여 결정화한다. 수득된 1 : 1혼합물의 디아스테레오아이소머 결정을 메틸렌 클로라이드로부터 재결정시킨다.

융점 : 112 내지 115℃

[실시에 4]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올

0.02몰의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸-아미노]에탄올을 22㎖의 1N수산화나트륨 용액 및 10㎖의 물에 용해시킨다. 교반하고 빙수로 냉각시키면서 이 용액에 0.022몰의 디메틸 설페이트를 적가하여 반응 용액에 50㎖의 테트라 하이드로푸란을 가한 후 20시간 동안 실온에서 교반한다. 계속하여 100㎖의 에테르를 가하고 유기상을 분리하여 50㎖의 0.5N수산화나트륨 용액으로 세척하고, 매회 75㎖ 씩의 물로 3회 세척한후 황산 마그네슘 상에서 건조시킨다. 유기상을 회전 증발기상에서 증발시켜 수득된 증발 잔류물을 실리카겔 60(Macherey and Nagel, 70 내지 230 메쉬, ASTM)상에서 정제한다(용출제 ; 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=30 : 1). 수득된 오일상 증발 잔류물을 진공중에서 황산상에서 용해 잔류물로부터 분리시킨다. 수득된 오일은 디아스테레오아이소머 이성체 1 : 1 혼합물으로써 존재한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3200-3500cm⁻¹ 브로드(NH₂이하)

NH₂ 3480+3390cm⁻¹

CH₂ 2930, 2850cm⁻¹

OCH₃ 2830cm⁻¹

N-알킬 2800cm⁻¹

C=C 1580, 1510, 1485cm⁻¹

C=C⁺ NH₂변형 1620cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} : 244nm (0.27)

280nm (0.08)

300nm (0.08)

[실시에 5]

1-(4-에톡시카보닐아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

60℃에서 교반하면서 12㎖의 디옥산 및 0.7㎖의 물중의 1.16g(0.01몰)의 이산화 셀렌의 용액에 0.5g의 셀라이드를 가하고, 이어서 2.5g (0.01몰)의 4'-에톡시-카보닐아미노-3'-시아노-5'-플루오로-아세토페논을 일부씩 가한다. 계속하여 반응혼합물을 4시간동안 환류시키고 용해되지 않은 부분은 여과하여 제거시킨다. 냉각시키고 외부에서 빙냉한 후에, 이 용액에 12㎖의 에탄올에 용해된 2.01g(0.01몰)의 3-(4-메톡시-페닐)-프로필아민-염산염 및 1.01(0.01몰)의 트리에틸아민을 적가한다. 조 4'-에톡시카보닐아미노-3'-시아노-5'-플루오로-페닐-글리옥살리덴-3(4-메톡시-페닐)-프로필아민을 함유하는 용액을 교반 및 빙냉시키면서 1.5g의 수소화붕소 나트륨과 반응시킨 후 실온에서 방배 방치한다. 계속하여 과량의 수소화붕소 나트륨은 아세톤으로 제거하고 반응 혼합물을 진공중에서 증발시켜 소용적으로 만든 다음 물과 혼합하여 메틸렌 클로라이드로 추출한다. 메틸렌 클로라이드 용액을 물로 세척하여 황산나트륨으로 건조시키고 진공중에서 증발 건조시킨다. 남아있는 오일상 잔류물을 200g의 실리카 겔상에서 크로마토그래피한다(용출제 ; 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=20 : 1). 목적 화합물을 함유하는 획분을 증발시키면 무색의 결정성 생성물이 수득된다.

융점 : 111 내지 112℃

[실시에 6]

1-(4-에톡시카보닐아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

15g(0.06몰)의 4'-에톡시카보닐아미노-3'-시아노-5'-플루오로-아세토페논을 60㎖의 디옥산 및 2㎖의 물중의 6.6g(0.06몰)의 이산화 셀렌의 용액에 60℃에서 교반하면서 일부씩 가한다. 계속해서, 반응 혼합물을 4시간동안 환류시킨후 100㎖의 테트라하이드로푸란으로 희석하고 비용해된 부분을 여과하여 제거

한다. 100mℓ의 테트라하이드로푸란에 용해시킨 10.7g(0.06몰)의 N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민을 실온에서 냉각시킨 후 4'-에톡시카보닐 아미노-3'-시아노-5'-플루오로-페닐글리옥살의 용액에 가한다. 수득된 용액을 8g(0.13몰)의 나트륨 시아노보로 하이드라이드와 일부씩 혼합한 후 2N염산을 적가하여 용액의 pH를 6으로 유지한다. 반응 혼합물을 밤새 실온에서 방치하여 5g의 수소화붕소 나트륨과 혼합한 후 다시 실온에서 5시간동안 방치한다. 아세톤으로 과량의 수소화붕소 나트륨을 제거시킨 후 반응 혼합물을 물로 희석하여 메틸렌 클로라이드로 추출한다. 메틸렌 클로라이드 용액을 물로 세척하여 황산나트륨 상에서 건조시키고 진공중에서 증발 건조시킨다. 남아 있는 오일상 잔류물을 700g의 실리카겔상에서 용출제로써 에틸 아세테이트를 사용하여 크로마토그래피한다. 목적 화합물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨 후 진공 중, 40℃에서 수득된 오일로부터 잔류 용매를 제거한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,600cm ⁻¹	N-알킬	2,800cm ⁻¹
NH	3,400cm ⁻¹	CN	2,220cm ⁻¹
CH ₂	2,930cm ⁻¹	NHCOC ₂ H ₅	1,735cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} : 228nm (숄더 : 0.19)

240nm (숄더 : 0.12)

285nm (0.06)

UV 스펙트럼(에탄올+KOH) : λ_{max} : 223nm (숄더 : 0.39)

253-265nm (숄더 : 0.1)

318nm (0.06)

[실시예 7]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민-이염산염

2.9g(0.077몰)의 수소화 알루미늄 리튬을 질소 대기하에서 100ml의 무수 테트라하이드로푸란에 현탁시킨다. 여기에 100mℓ의 무수 테트라하이드로푸란중의 14.4g(0.031몰)의 4-아미노-3,5-디브로모-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐아세트산 아미드의 용액을 실온에서 교반하면서 적가한다. 계속하여 반응 혼합물을 1시간동안 환류시키고 과량의 수소화 알루미늄 리튬을 에틸 아세테이트 및 물로 분해시키고 무기물질이 과립상 물질로 침전될 때까지 10N수산화나트륨 용액을 적가한다. 상등의 테트라하이드로푸란을 경사시키고 황산나트륨상에서 건조시킨 후 회전 증발기중에서 증발시킨다. 증발 생성물을 실리카겔 상에서 크로마토그래피한다(용출제 : 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=19 : 1)(Macherey and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM). 목적 생성물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨다. 수득된 오일을 소량의 무수 에탄올에 용해시키고 에테르를 가한 후에 에탄올성 염산을 사용하면 결정성 이염산염이 수득된다.

용점 : 168 내지 171℃(분해).

[실시예 8]

N-[2-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

2.9g(0.077몰)의 수소화 알루미늄 리튬을 질소 대기하에서 100mℓ의 무수 테트라하이드로푸란에 현탁시킨다. 다음에는 100mℓ의 무수 테트라하이드로푸란중의 15.0g(0.031몰)의 4-아미노-3,5-디브로모-N-4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-N-메틸-페닐 아세트산 아미드의 용액을 실온에서 교반하면서 적가한다. 계속하여 반응 혼합물을 1시간 동안 환류시키고 과량의 수소화 알루미늄 리튬을 에틸 아세테이트 및 물로 분해시키고 무기물질이 과립상 물질로 침전될 때까지 10N수산화나트륨 용액을 가한다. 상등의 테트라하이드로푸란을 경사시키고 황산나트륨 상에서 건조시켜 회전 증발기상에서 증발시킨다. 증발 생성물은 실리카겔상에서 용출제로 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=19 : 1을 사용하여 크로마토그래피한다(Macherey and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM). 목적 생성물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨다. 수득된 오일을 40℃진공중에서 용매 잔류물로부터 분리시킨다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,380+3,470cm ⁻¹	지방족 CH ₂ ²	2,850+2,930cm ⁻¹
N-알킬	2,790cm ⁻¹	C=C	1,610cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} : 246nm (0.24)

281nm (0.08)

305nm (0.09)

[실시예 9]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

70mℓ의 이소프로판올에 6.6g(0.014몰)의 1-(에톡시카보닐옥시)-1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]-에탄올 용해시키고 5.5g(0.14몰)의 수소화붕소 나트륨과 함께 실온에서 방배 교반시킨다. 수득된 용액을 증발 건조시키고 물 100mℓ 중에 녹인다. 50mℓ의 2N염산으로 과량의 수소화붕소 나트륨을 제거한다. 계속하여 반응 혼합물을 100mℓ의 2N암모니아로 염기성화하여 150mℓ의 에틸 아세테이트로 2회 추출한다. 유기상을 황산마그네슘으로 건조시키고 증발시킨다. 수득된 오일을 실리카겔(Macherey and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM)상에서 용출제로써 메틸렌 클로라이드/메탄올=19 : 1을 사용하여 크로마토그래피한다. 목적 화합물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨다. 수득된 오일을 진공 중, 40℃에서 용매 잔류물로부터 분리시킨다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,400+3,500cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹
지방족 CH ₂	2,860+2,940cm ⁻¹
방향족 C=C	1,600cm ⁻¹
NH ₂ 변형	1,625cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} : 244nm (0.23)

278nm (0.06)

330nm (0.13)

[실시예 10]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

1.3g(0.0027몰)의 1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필 메틸아미노]에틸 요오다이드를 300mℓ의 헥사메틸 포스포산 트리아미드에 용해시킨다. 0.25g(0.04몰)의 나트륨 시아노보로 하이드라이드를 가하고 반응 용액을 계속하여 3시간동안 70℃까지 가열한다. 냉각시킨 후 반응 혼합물을 100mℓ의 물로 희석하여 에테르로 추출한다. 에테르성 용액을 물로 세척하여 황산 나트륨 상에서 건조시킨 후 진공중에서 증발 건조시킨다. 남아있는 오일 잔류물을 실리카겔 상에서 크로마토그래피한다(용출제 : 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=20 : 1). 수득된 오일상 증발 잔류물을 진공중에서 용매 잔류물로부터 분리시킨다.

질량스펙트럼 : 실측치 M⁺ 357/59

분자량 : 357.8

[실시예 11]

1-(4-아미노-3-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올

50mℓ의 메탄올중이 3.9g (0.0095몰)의 1-(4-아미노-3-브로모-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올의 용액을 2g의 10%팔라듐/목탄과 반응시키고 실온 및 3.5바 압력의 오오토클레이브중에서 수소화한다. 이론량의 수소가 흡수되면 촉매를 여과시켜 제거하고 여액을 회전 증발기상에서 증발시킨다. 이렇게 하여 수득된 오일 4g을 용출제로써 클로로포름 : 메탄올=19 : 1을 사용하여 크로마토그래피한다(Macherey and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM). 목적 화합물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨다. 수득된 오일을 이소프로판올에 용해시키고 이소프로판올성 염산 및 에틸 아세테이트로 염산염을 침전시킨다. 결정을 흡인 여과시키고 소량의 냉 이소프로판올로 세척하여 진공중에서 건조시킨다.

용점 : 110℃(분해)

[실시예 12]

1-(4-에톡시카보닐아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올

1.5mℓ(0.015몰)의 에틸 클로로포르 메이트를 0℃에서 냉각시키면서 40mℓ의 무수 피리딘중의 5.1g(0.0125몰)의 1-(4-아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]-에탄올의 용액에 가한다. 생성된 용액을 냉상고에서 +4℃로 방배 방치한다. 계속하여 피리딘을 회전 증발기 중, 50℃에서 증류시켜 제거한다. 수득된 오일을 100mℓ의 메틸렌 클로라이드에 용해시키고 100mℓ의 물로 2회 세척한다. 유기상을 황산나트륨 상에서 건조시키고 여과하여 회전 증발기상에서 증발시킨다. 수득된 오일을 실리카 겔(Macherey and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM)상에서 용출제로 메틸렌 : 클로라이드 : 메탄올 =9

: 1을 사용하여 크로마토그래피한다. 목적 화합물을 함유하는 획분을 합하여 증발시킨다. 수득된 오일을 진공중 40℃에서 용매 잔류물로부터 분리시킨다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,610cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2,860+2,940cm ⁻¹
NH	3,400cm ⁻¹	C=O	1,735cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹	방향족 C=C	1,610cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} : 224nm (0.42)

240nm (0.29)

280nm (0.04)

[실시예 13]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아민

0.012몰의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]아민을 13mℓ의 1N 수산화나트륨 용액에 용해시킨다. 빙수로 냉각시키면서 이 용액에 0.014몰의 디메틸 설페이트를 적가한다. 잠시 후 오일상 반응 생성물이 침전되면 150mℓ의 테트라하이드로푸란을 가하여 용해시킨다. 반응 용액을 24시간동안 실온에서 교반한후 매회 150mℓ 씩의 에테르로 2회 추출한다. 유기 추출물을 물로 세척하여 황산 마그네슘 상에서 건조시켜 진공중에서 증발시킨다. 수득된 증발 잔류물을 실리카겔(Polygosil 60 내지 1,525 : Macherey and Nagel)상에서 용출제로 메틸렌 클로라이드 : 메탄올 : 농암모니아 = 19 : 1 : 0.1을 사용하여 정제한다. 오일상 증발 잔류물을 진공중, 수산화칼륨 상에서 용매 잔류물로부터 분리시킨다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,580cm ⁻¹
NH ₂	3,480+3,380cm ⁻¹
CH ₂	2,930, 2,960, 2,850cm ⁻¹
N-알킬	2,790cm ⁻¹
C=C	1,580, 1,510, 1,480cm ⁻¹
C=C+NH ₂ 변형	1,610cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} : 240nm (0.26 : 솔더)

288nm (0.08)

301nm (0.08)

UV 스펙트럼(에탄올+KOH) : λ_{\max} : 241nm (0.56)

299nm (0.17)

[실시예 14]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐설피닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

7.0g의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐설피닐)-에틸]메틸아미노]에탄올을 100mℓ 빙초산에 용해시키고 실온에서 교반하면서 30%의 과산화수소 2.0g과 혼합한다. 실온에서 밤새 계속해서 교반한후 용매를 진공중에서 증발시킨다. 잔류물을 물에 녹이고 염기성 용액이 될때까지 탄산 칼륨과 혼합한다. 반응 혼합물을 디클로로 메탄으로 추출하여 유기상을 물로 세척하고 황산 마그네슘상에서 건조시켜 진공중에서 증발시킨다. 잔류물을 크로마토그래피하여 정제한다 (컬럼 : 40×200mm : Messrs, E. Merck의 실리카겔 60, 입자크기 : 0.06 내지 0.2mm, 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=50 : 1). 진공중에서 목적하는 획분을 증발시키면 상기 언급된 화합물이 오일로써 수득된다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,480cm ⁻¹	N-알킬	2,800cm ⁻¹
CH ₂	2,940cm ⁻¹	C=C	1,590, 1,510+1,480cm ⁻¹

OCH_3 $2,840\text{cm}^{-1}$ $\text{S}=\text{O}$ $1,040\text{cm}^{-1}$ (솔더)

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} : 244nm (0.54)

300nm (0.07 : 솔더)

[실시예 15]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐-설포닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

7.0g의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐설포닐)-에틸]메틸아미노]에탄올을 실시예 14에 기술된 바와 같이 설피닐 유도체로 전환시킨다. 디클로로메탄 추출물을 증발시킨 후 수득된 잔류물(4.7g)을 100ml의 디옥산 및 30ml의 물에 용해시키고 4.0g의 황산 마그네슘과 혼합한다. 다음에는 교반하면서 2.5g의 과망간산 칼륨 분말을 조금씩 나누어 가한다. 첨가가 완료된 후에 2시간동안 교반을 계속하고 용해되지 않은 부분을 셀라이드 상에서 여과하여 제거한다. 진공중에서 디옥산을 제거시킨후 잔류물을 디클로로메탄과 물 사이에 분배시킨다. 건조시킨 유기상의 증발 잔류물을 크로마토그래피하여 2회 정제한다(1, 컬럼 : $60 \times 300\text{nm}$, Al_2O_3 II 중성, 메틸렌 클로라이드 : 테트라하이드로푸란=5 : 1; 2, 컬럼 : $35 \times 300\text{nm}$, 실리카겔 60, Messrs, E. Merck, 입자크기 : 0.015 내지 0.025mm, 디클로로메탄, 8.5 바아). 진공중에서 목적하는 획분을 증발시킨후 상기 언급된 화합물을 오일로써 수득한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH_2 $3,395+3,480\text{cm}^{-1}$ N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

CH_2 $2,940\text{cm}^{-1}$ C=C $1,595, 1,520+1,495\text{cm}^{-1}$

OCH_3 $2,840\text{cm}^{-1}$ SO_2 $1,150+1,315\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 241nm(0.59)

300nm(0.09)

[실시예 16]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

9.2g의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올을 150ml의 에탄올에 용해시킨다. 용액을 1g의 5%팔라듐/목탄과 혼합하여 실온에서 5바아의 수소압하에 수소화시킨다. 계산량의 수소가 흡수되면 촉매를 여과하여 제거하고 용액을 회전 증발기중에서 증발 건조시킨 후 오일상 잔류물을 실리카겔 상에서 용출제로써 메틸렌 클로라이드 : 메탄올 =20 : 1을 사용하여 크로마토그래피한다. 목적 화합물을 함유하는 획분을 합하여 증발시키고 잔류 오일을 진공중, 40℃에서 용매 잔류물로부터 분리시킨다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,580\text{cm}^{-1}$

NH_2 $3,395+3,495\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

[실시예 17]

1-(4-아미노-3-브로모-페닐)-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-메틸아미노]에탄올

3g의 1-(4-아세트아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올을 100ml의 1/2농축된 염산중에서 1시간동안 환류시킨다. 냉각시킨 후 반응 혼합물을 10N수산화나트륨 용액으로 알칼리성으로 조정하고 메틸렌 클로라이드로 추출한후, 메틸렌 클로라이드 용액을 물로 세척하여 황산나트륨 상에서 건조시키고 회전증발기 중에서 증발 건조시킨다. 잔류 오일을 실리카겔상에서 용출제로서 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=20 : 1로 실리카겔상에서 크로마토그래피한다. 목적 화합물을 함유하는 획분을 40℃, 진공중에서 증발시켜 표제 화합물을 오일로써 수득한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590\text{cm}^{-1}$

NH_2 $3,380+3,4470\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

OCH_3 $2,830\text{cm}^{-1}$

지방족 CH₂ 2,850+2,930cm⁻¹방향족 C=C 1,620cm⁻¹UV스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 224nm(0.20)

243nm(0.14)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 18]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

90%에탄올중의 4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-[N-[3-(4-메톡시페닐)프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,590cm⁻¹ N-알킬 2,800cm⁻¹NH₂ 3,400+3,490cm⁻¹ C≡N 2,210cm⁻¹CH₂ 2,850+2,940cm⁻¹ NH₂ 변형 1,635cm⁻¹OCH₃ 2,830cm⁻¹ 방향족 C=C 1,610cm⁻¹UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.3)

325nm(0.14)

[실시예 19]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[3-(4-메톡시페닐)프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다 :

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,950cm⁻¹(약) C≡N 2,200cm⁻¹NH₂ 3,400+3,480cm⁻¹ C=C 1,640cm⁻¹CH₂ 2,850+2,930cm⁻¹UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.20)

280nm(0.04)

334nm(0.12)

[실시예 20]

1-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80%에탄올중의 4'-아미노-3',5'-디브로모-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,590cm⁻¹NH₂ 3,380+3,460cm⁻¹N-알킬 2,800cm⁻¹OCH₃ 2,830cm⁻¹지방족 CH₂ 2,850+2,940cm⁻¹C=C 1,610cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 244nm(0.16)

303nm(0.06)

[실시예 21]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-메톡시페닐)-프로필]아미노]에탄올

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 테트라하이드로푸란, 수산화나트륨 용액 및 디메틸 설페이트로부터 실시예 13과 동일한 방법에 따라 반응을 수행하여 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,600cm ⁻¹	OCH ₃	2,830cm ⁻¹
NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹	C=C	1,580+1,620cm ⁻¹
CH ₂	2,830+2,960cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.23)

280nm(0.08)

300nm(0.08)

[실시예 22]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-메톡시페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시페닐)-프로필]아미노 에탄올]. 테트라하이드로푸란, 수산화나트륨 용액 및 디메틸설페이트로부터 실시예 13과 동일한 방법에 따라 반응을 수행하여 표제화합물을 제조한다. 오일.

계산치 : C61.31 H6.86 Cl 17.24 N6.81

실측치 : C61.13 H6.99 Cl 17.25 N6.75

[실시예 23]

1-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-5'-트리플루오로메틸-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]-아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 반응을 수행하여 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,590cm ⁻¹	OCH ₃	2,830cm ⁻¹
NH ₂	3,410+3,510cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2,850+2,940cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	C=C	1,630cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 225nm(0.36)

245nm(0.31)

280nm(0.05)

310nm(0.1)

[실시예 24]

1-(3,5-디클로로-4-하이드록시-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 3',5'-디클로로-4'-하이드록시-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 반응을 수행하여 표제화합물 제조한다.

융점 : 156 내지 157°C.

[실시예 25]

1-(3,5-디브로모-4-하이드록시-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 3',5'-디브로모-4'-하이드록시-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 159 내지 162°C.

[실시예 26]

1-(4-아미노-3-브로모-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-플루오로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점(무정형) : 60℃.

[실시예 27]

1-(4-아미노-3-클로로-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-5'-플루오로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 103 내지 108℃(분해)

[실시예 28]

1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-5'-시아노-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,950cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2,800+2,940cm ⁻¹
NH ₂	3,400+3,500cm ⁻¹	C≡N	2,210cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	C=C	1,625cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.26)

278nm(0.06)

332nm(0.16)

[실시예 29]

1-(4-아미노-3-클로로-5-니트로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-5'-니트로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,590cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2,850+2,940cm ⁻¹
NH ₂	3,390+3,500cm ⁻¹	C=C	1,630cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	NO ₂	1,330+1,515cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 227nm(0.64)

280nm(0.16)

400nm(0.12)

[실시예 30]

1-(4-아미노-3-클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,600cm ⁻¹	OCH ₃	2,830cm ⁻¹
NH ₂	3,380+3,470cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2,850+2,940cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	C=C	1,620cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 225nm(0.44)

243nm(0.36)

280nm(0.09)

295nm(0.08)

[실시예 31]

1-(4-아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

이연산염의 융점 : 137°C(분해)

[실시예 32]

1-(4-아미노-3,5-디시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3',5'-디시아노-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 167 내지 170°C

[[실시예 33]]

1-(4-아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[4-메톡시-페닐]-부틸]-메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	OCH ₃	$2,830\text{cm}^{-1}$
NH ₂	$3,380+3,470\text{cm}^{-1}$	지방족 CH ₂	$2,850+2,930\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	C=C	$1,620\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 224nm(0.44)

243nm(0.28)

280nm(0.08)

300nm(0.06)

[[실시예 34]]

1-(4-아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	OCH ₃	$2,830\text{cm}^{-1}$
NH ₂	$3,380+3,470\text{cm}^{-1}$	지방족 CH ₂	$2,830+2,940\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	C=C	$1,620\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 225nm(0.43)

243nm(0.36)

280nm(0.08)

296nm(0.08)

[실시예 35]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[4-(메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	OCH ₃	$2,830\text{cm}^{-1}$
NH ₂	$3,390+3,490\text{cm}^{-1}$	지방족 CH ₂	$2,850+2,930\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	C=C	$1,610\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.25)

320nm(0.48)

[실시예 36]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	지방족 CH ₂	$2,850+2,930\text{cm}^{-1}$
NH ₂	$3,390+3,490\text{cm}^{-1}$	C≡N	$2,210\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	C=C	$1,620\text{cm}^{-1}$
OCH ₃	$2,830\text{cm}^{-1}$		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.27)

278nm(0.08)

330nm(0.15)

[실시예 37]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	지방족 CH ₂	$2,850+2,950\text{cm}^{-1}$
NH ₂	$3,390+3,490\text{cm}^{-1}$	C≡N	$2,210\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	C=C	$1,620\text{cm}^{-1}$
OCH ₃	$2,830\text{cm}^{-1}$		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.25)

277nm(0.09)

331nm(0.10)

[실시예 38]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]-메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	OCH ₃	$2,830\text{cm}^{-1}$
NH ₂	$3,390+3,490\text{cm}^{-1}$	지방족 CH ₂	$2,850+2,930\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	C=C	$1,610\text{cm}^{-1}$

[실시예 39]

1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-5'-시아노-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]아세트페논

및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,590cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2,850+2,940cm ⁻¹
NH ₂	3,340+3,500cm ⁻¹	C≡N	2,210cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	C=C	1,625cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.24)

280nm(0.04)

332nm(0.13)

[실시예 40]

1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올의 4'-아미노-3'-클로로-5'-시아노-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,590cm ⁻¹	CH ₂	2,850+2,940cm ⁻¹
NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹	C≡N	2,210cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	C=C	1,620cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV스펙트럼(메탄올) : λ_{max} 245nm(0.24)

280nm(0.04)

332nm(0.13)

[실시예 41]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐설페닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

테트라하이드로푸란 : 물 : 메탄올=25 : 5 : 10중의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[2-(4-메톡시-페닐설페닐)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,200-2,500cm ⁻¹ (NH ₂ 이하)	N-알킬	2,800cm ⁻¹
NH ₂	3,480+3,390cm ⁻¹	OCH ₃	2,830cm ⁻¹
CH ₂	2,940cm ⁻¹	C=C	1,580+1,490cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 230nm(0.58 : 솔더)

245nm(0.54)

298nm(0.14)

[실시예 42]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페녹시)에틸]메틸아미노]에탄올

테트라하이드로푸란 : 물 : 메탄올=15 : 5 : 3중의 4'-아미노-3,5'-디클로로-2-[N-[2-(4-메톡시-페녹시)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,200-3,500cm ⁻¹ (NH ₂ 이하)	OCH ₃	2,830cm ⁻¹
NH ₂	3,480+3,390cm ⁻¹	C=C	1,580, 1505+1,485cm ⁻¹

CH₂ 2,940cm⁻¹ C-O-아릴 1,250cm⁻¹

N-알킬 2,790cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 230nm(0.32 : 솔더)

244nm(0.26 : 솔더)

294nm(0.12)

[실시예 43]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]프로판올-(1)

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]프로피오페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 201 내지 202℃(분해)

[실시예 44]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-2-프로필아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-2-프로필아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,600cm⁻¹

NH₂ 3,400+3,490cm⁻¹

OCH₃ 2,830cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.13)

280nm(0.03)

300nm(0.03)

[실시예 45]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]에틸아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]에틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,600cm⁻¹

NH₂ 3,395+3,490cm⁻¹

OCH₃ 2,830cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.13)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 46]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]프로필아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]프로필아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,600cm⁻¹

NH₂ 3,395+3,495cm⁻¹

OCH₃ 2,850cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.10)

280nm(0.03)

300nm(0.03)

[실시예 47]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]사이클로프로필아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]사이클로프로필아미노]아세트페논 및 수소화 붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590\text{cm}^{-1}$ NH₂ $3,395+3,495\text{cm}^{-1}$ OCH₃ $2,850\text{cm}^{-1}$ UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.12)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 48]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]프로판올-(1), 이성체 B

N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민, 4'-아미노-2-브로모-3',5'-디클로로-프로피오페논, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,600+3,680\text{cm}^{-1}$ NH₂ $3,390+3,490\text{cm}^{-1}$ OCH₃ $2,835+2,940\text{cm}^{-1}$ 방향족 $1,510, 1,585+1,610\text{cm}^{-1}$ UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 246nm(0.14)

278nm(0.08)

285nm(0.08)

300nm(0.08)

NMR 스펙트럼(CDDI₃/D₂O) : 프로판올 부분의 탄소원자 1 위치에서의 양자 시그널 : 4.1ppm에서 이중선(J=10Hz)

[실시예 49]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]프로판올-(1), 이성체 A

N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민, 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-브로모-프로피오페논, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 178 내지 181°C

염기의 NMR 스펙트럼(CDCI₃/D₂O) : 프로판올 부분의 수소원자 1에서 양자 시그널 : 4.66ppm에서 이중선(J=4.5Hz).

[실시예 50]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-브로모-아세트페논, 1-(4-메톡시-페닐)-3-메틸아미노-프로판 염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590\text{cm}^{-1}$ NH₂ $3,395+3,495\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.13)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 51]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-벤조일옥시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-브로모-아세트페논, 1-(4-벤질옥시-페닐)-3-메틸아미노-프로판-염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590\text{cm}^{-1}$

NH₂ $3,395+3,495\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

[실시예 52]

1-(4-아미노-3-요도-5-플루오로-페닐)-2-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-아미노-3'-요도-5'-플루오로-2-브로모-아세트페논, 1-(4-메톡시-페닐)-3-메틸아미노-프로판-염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590\text{cm}^{-1}$

NH₂ $3,395+3,495\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

[실시예 53]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-2-프로필아미노]에탄올

4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-브로모-아세트페논, 1-(4-메톡시-페닐)-3-(2-프로필아미노)-프로판-염산염, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,600\text{cm}^{-1}$

NH₂ $3,395+3,495\text{cm}^{-1}$

OCH₃ $2,830\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,800\text{cm}^{-1}$

C≡N $2,220\text{cm}^{-1}$

[실시예 54]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-브로모-아세트페논, 1-(2-메톡시-페닐)-3-메틸아미노-프로판-염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 의해 제조한다.

융점 : 75°C(소결)

[실시예 55]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(3,4-디메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-브로모-아세트페논, 1-(3,4-디메톡시-페닐)-3-메틸아미노-프로판-염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 의해 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,600\text{cm}^{-1}$

NH₂ 3,390+3,485cm⁻¹

OCH₃ 2,830cm⁻¹

N-알킬 2,800cm⁻¹

[실시예 56]

1-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄올

4'-아미노-3'-클로로-5'-트리플루오로메틸-2-[N-[3-(2-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,600cm⁻¹ OCH₃ 2,830cm⁻¹

NH₂ 3,410+3,510cm⁻¹ 지방족 CH₂ 2,850+2,940cm⁻¹

N-알킬 2,800cm⁻¹ C=C 1,630cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 225nm(0.38)

244nm(0.34)

280nm(0.07)

307nm(0.10)

[실시예 57]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올-염산염

90% 에탄올중의 4'-아미노-3', 5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 185 내지 186°C(에탄올/에테르).

[실시예 58]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3', 5'-디클로로-2-브로모-아세트페논, 1-페닐-3-(2-프로필아미노)-프로판-염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 124 내지 128°C

[실시예 59]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3', 5'-디클로로-2-브로모-아세트페논, 1-(4-플루오로-페닐)-3-메틸아미노-프로판 염산염, 트리에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 2와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 185 내지 188°C(분해).

[실시예 60]

1-(4-아미노-3, 5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]아미노]에탄올

테트라하이드로푸란 수용액중의 4'-아미노-3', 5'-디클로로-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]-아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 4와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

실리카겔상에서의 크로마토그래피 정제용 용출제로는 디클로로메탄 : 메탄올 : 농 암모니아 = 19 : 1 : 0.05의 혼합물을 사용한다. (디아스테레오 아이소머성 라세미체의 1 : 1혼합물, 오일)

IR 스펙트럼(KBr) :

OH 2,300-3,500cm⁻¹(브로드, 관련)

NH₂ 3,460+3,370cm⁻¹

CH₂ 2,920+2,960cm⁻¹

C=C 1,580, 1,510+1,480cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 244nm(0.28)

280nm(0.08)

300nm(0.08)

UV 스펙트럼(에탄올+KOH) λ_{\max} 243nm(0.54)

299nm(0.15)

[실시예 61]

1-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]아미노]에탄올

테트라하이드로푸란 수용액중의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 4와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

이 화합물은 디아스테레오 아이소머성 라세미체의 1 : 1혼합물로 존재한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,600cm ⁻¹	OCH ₃	2,830cm ⁻¹
NH ₂	3,480+3,390cm ⁻¹	C=C	1,580, 1510+1,485cm ⁻¹
CH ₂	2,930cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 244nm(0.28)

280nm(0.08)

300nm(0.09)

[실시예 62]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3'-플루오로-5'-시아노-아세트페논, 이산화셀렌, 2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 196 내지 197°C(분해)

[실시예 63]

1-(4-아미노-3-플루오로-5-요도-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3-요도-아세트페논, 이산화셀렌, 2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 192 내지 193°C(분해).

[실시예 64]

1-(4-아미노-3-클로로-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3'-클로로-5'-플루오로-아세트페논, 이산화셀렌, 2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 184 내지 186°C(분해).

[실시예 65]

1-(4-아미노-3-브로모-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3'-브로모-5-플루오로-아세트페논, 이산화셀렌, 2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 194 내지 195°C(분해).

[실시예 66]

1-(4-아미노-3-플루오로-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

4'-아미노-3'-플루오로-5'-시아노-아세트페논, 이산화셀렌, 3-(4'-메톡시-페닐)-프로필아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 119 내지 121°C

[실시예 67]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-아미노]-에탄올-염산염

4'-아미노-3',5'-디클로로-아세트페논, 이산화셀렌, 3-페닐-프로필아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 의해 제조한다.

융점 : 180 내지 181℃(분해).

[실시에 68]

1-(4-아미노-3-클로로-5-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올-이염산염

4'-아미노-3'-클로로-5'-플루오로-아세트페논, 이산화셀렌, 1-메틸-2-펜옥시-에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 158 내지 160℃(분해).

[실시에 69]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-아세트페논, 이산화셀렌, 1-메틸-2-펜옥시-에틸아민 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융 점 : 178 내지 184℃(분해).

[실시에 70]

1-(4-아미노-3-브로모-5-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올 -이염산염

4'-아미노-3'-브로모-5'-플루오로-아세트페논, 이산화셀렌, 1-메틸-2-펜옥시-에틸아민, 및, 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 156 내지 158℃(분해).

[실시에 71]

N-[2-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

4-아미노-3,5-디브로모-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐-아세트산-아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 149 내지 153℃

[실시에 72]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐-아세트산-아미드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 90 내지 94℃

[실시에 73]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]-N-메틸-페닐-아세트산 아미드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,380+3,470cm ⁻¹
N-알킬	2,780cm ⁻¹
OCH ₃	2,850+2,930cm ⁻¹
C=C	1,610cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.24)

281nm(0.08)

305nm(0.07)

[실시에 74]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-N-메틸-페닐-아세트산 아미드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,380+3,480cm ⁻¹	NH ⁺	2,100-2,500cm ⁻¹
-----------------	-----------------------------	-----------------	-----------------------------

OCH₃ 2,830cm⁻¹ C=C 1,630cm⁻¹

지방족 CH₂ 2,850+2,930cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.22)

280nm(0.07)

304nm(0.08)

[실시에 75]

N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아민-염산염

3-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]프로피온산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 142 내지 145°C

[실시에 76]

N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸-N-메틸-프로피온산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,400+3,500cm⁻¹ NCH₃ 2,800cm⁻¹

OCH₃ 2,835+2,960cm⁻¹ 방향족 1,510+1,590/1,615cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(솔더)

281nm(0.11)

300nm(0.08)

[실시에 77]

N-[3-(4-아미노-3-브로모-페닐)-프로필]-2-(3,4-디메톡시-페닐)에틸아민-염산염

3-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]프로피온산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 131 내지 134°C

[실시에 78]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]아민

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필페닐]-아세트산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 크로마토그래피에 의한 정제는 실리카겔(입자크기 : 0.015 내지 0.025mm)상에서 용출제로써 메틸렌 클로라이드 : 메탄올 : 농 암모니아=19 : 1 : 0.1을 사용하여 중등도 압력 크로마토그래피에 의해 수행한다. 포말상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,580cm⁻¹ CH₂ 2,920cm⁻¹

NH₂ 3,480+3,385cm⁻¹ C=C 1,580, 1,510+1,480cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.024 : 솔더)

280nm(0.07)

303nm(0.08)

UV 스펙트럼(에탄올+KOH) : λ_{max} 242nm(0.53)

300nm(0.16)

[실시에 79]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]아민

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸프로필]페닐아세트산-아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,480+3,385cm ⁻¹
CH ₂	2,930cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹
C=C	1,580, 1510+1485cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 242nm(0.25 : 솔더)

280nm(0.07)

302nm(0.08)

[실시예 80]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐아세트산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.10)

280nm(0.04)

[실시예 81]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(3,4-디메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3,4-디메톡시-페닐]-프로필]-N-메틸-페닐아세트산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드):

NH ₂	3395+3495cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 230nm(솔더 : 0.18)

245nm(솔더 : 0.12)

282nm(0.04)

302nm(0.03)

[실시예 82]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(2-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민-염산염

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(2-메톡시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐아세트산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 160 내지 164°C

[실시예 83]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(3-페닐-프로필)-메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-(3-페닐-프로필)-N-메틸-페닐 아세트산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.12)

300nm(0.03)

[실시예 84]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아민-염산염

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]페닐 아세트산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 203 내지 205°C

[실시예 85]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]사이클로 프로필아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-사이클로프로필-페닐아세트산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.15)

280nm(0.04)

300nm(0.05)

[실시예 86]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]프로필아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-프로필-페닐아세트산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.13)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 87]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]에틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-에틸-페닐아세트산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.13)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 88]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-2-프로필아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-(2-프로필)-페닐아세트산 아마이드 및 수소화 알

루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제 화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드)

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.13)

280nm(0.04)

300nm(0.04)

[실시예 89]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)프로필]메틸아민

4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐 아세트산 아미드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.12)

280nm(0.03)

300nm(0.04)

[실시예 90]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아민

이소프로판올중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3480+3380cm ⁻¹
CH ₂	2930cm ⁻¹
N-알킬	2790cm ⁻¹
OCH ₃	2840cm ⁻¹
C=C	1580, 1510=1480cm ⁻¹

[실시예 91]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-메틸아미노]에탄, 및 수소화 붕소 나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

원소분석 :

계 산 치 : C 60.6 H 6.3 Br 19.2 N 10.1

실 측 치 : C 60.5 H 6.1 Br 19.2 N 10.1

[실시예 92]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3400+3490cm ⁻¹
-----------------	---------------------------

N-알킬	3790cm ⁻¹
OCH ₃	2830cm ⁻¹
지방족 CH ₂	2850+2940cm ⁻¹
C≡N	2210cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 224nm(0.26)

280nm(0.04)

335nm(0.15)

[실시에 93]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

1-에톡시 카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
N-알킬	3,790cm ⁻¹
OCH ₃	3,830cm ⁻¹
지방족 CH ₂	2,850+2,940cm ⁻¹
C≡N	2,210cm ⁻¹
C=C	1,620cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 244nm(0.20)

280nm(0.04)

334nm(0.13)

[실시에 94]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-클로로-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-메틸아미노]에탄, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

분석치 :

계산치 : C 67.5 H 7.3 Cl 9.53 N 11.25

실측치 : C 67.5 H 7.14 Cl 9.65 N 11.34

[실시에 95]

1-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아미노-3'-클로로-5'-트리플루오로메틸-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소나트륨으로부터 실시예 1와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,590cm ⁻¹
NH ₂	3,410+3,510cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹
지방족 CH ₂	2,850+2,930cm ⁻¹
방향족 C=C	1,630cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 225nm(0.32)

245nm(0.31)

280nm(0.06)

308nm(0.10)

[실시예 96]

1-(4-아미노-3-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올

팔라듐/목탄 및 수소의 존재하에서 1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-메틸아미노]-에탄올로부터 실시예 11과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,610cm ⁻¹
NH ₂	3,400+3,490cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹
C≡N	2,210cm ⁻¹
C=C	1,630cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 251nm(0.31)

280nm(0.60)

328nm(0.12)

[실시예 97]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-벤질옥시페닐)-프로필]메틸아민

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]메틸아민 및 수소로부터 실시예 11과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
N-알킬	2,790cm ⁻¹

[실시예 98]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아민

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]메틸아민 및 수소로부터 실시예 16과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3580cm ⁻¹
NH ₂	3390+3490cm ⁻¹
N-알킬	2800cm ⁻¹

[실시예 99]

1-(4-아미노-3-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올-토실레이트

1-(4-아세트아미노-3-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시)-에틸]아미노-에탄올 및 수산화 나트륨으로부터 실시예 17과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

용점 : 124 내지 128℃

[실시예 100]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-펜옥시)-프로필]메틸아민

1.74g(0.014몰)의 4-메톡시-페놀을 60mℓ의 무수 테트라하이드로푸란에 용해시키고, 이 용액을 -5℃로 냉각시킨 다음 교반하면서 오일중의 수소화 나트륨의 50%분산액 0.67g(0.014몰)을 가한다. 0℃에서 2시간 동안 교반을 계속하고 이 온도를 유지시키면서 반응 혼합물을 50mℓ의 무수 테트라하이드로푸란중의 4.2g의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(3-클로로-프로필)-메틸아민의 용액과 적가 혼합한

다. 대략 20℃에서 18시간동안 교반시킨 후에, 반응 혼합물을 진공중에서 증발시키고 증발 잔류물을 에테르와 물사이에 분배시킨다. 상을 분리시킨후, 수층을 에테르로 3회 추출한다. 에테르 추출물을 물로 세척하여 합하고 건조시킨후 진공중에서 증발시킨다. 오일상 증발 잔류물을 실리카겔 컬럼(용출제 : 에테르)상에서 크로마토그래피하여 정제시키고 목적하는 화분을 증발시키면 표제화합물이 오일로 수득된다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,480cm ⁻¹
CH ₂	2,950cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹
C=C	1,585+1,560+1,505cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 230nm(0.18 : 솔더)

246nm(0.085 : 솔더)

295nm(0.05)

[실시예 101]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-에틸-아미노]에탄올-염산염

2g의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-아미노]-에탄올-염산염을 50mℓ의 에탄올에 용해시킨다. 이 용액에 0.4mℓ의 아세트 알데히드를 가하고, 계속해서 실온에서 교반하면서 1.2g의 나트륨 시아노 보로하이드라이드를 가하며, 이때 pH는 2N염산을 가하여 6 내지 6.5로 조정하여 유지한다. 혼합물을 동일한 pH가에서 2시간동안 더 교반한다. 용액을 물에 붓고 2N염산으로 산성화하여 과량이 나트륨 시아노 보로하이드라이드를 제거한다. 다음에는, 2N수산화나트륨 용액을 알칼리성 반응액이 될 때까지 가하고 반응 혼합물을 메틸렌 클로라이드로 2회 추출하고 메틸렌 클로라이드 상을 합하여 물로 세척한 다음 황산 나트륨상에서 건조시키고 진공중에서 증발 건조시킨다. 거의 무색의 오일이 수득되며, 이를 에탄올에 용해시킨다. 이 에탄올성 용액을 에테르성 염산으로 pH5까지 산성화하여 회전 증발기중, 진공에서 용매를 제거시킨다. 잔류의 오일상 잔류물을 에틸 아세테이트중에서 결정화하면 무색결정이 수득된다.

용점 : 102 내지 105℃

[실시예 102]

1-(4-에톡시카보닐 아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아미노]에탄올-염산염

4'-에톡시카보닐아미노-3'-시아노-5'-플루오로-아세트페논, 이산화셀렌, 2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸아민, 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 4와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

용점 : 190 내지 191℃(분해)

[실시예 103]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄올

80%에탄올중의 4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,590cm ⁻¹	지방족 CH ₂	2850+2930cm ⁻¹
NH ₂	3,400+3,490cm ⁻¹	C≡N	2210cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹	C=C	1635cm ⁻¹
OCH ₃	2,830cm ⁻¹		

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 241nm(0.27)

280nm(0.07)

322nm(0.14)

[실시예 104]

1-(4-아세트아미노-3-브로모-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-메틸아미노]에탄올

80% 메탄올중의 4'-아세트아미노-3'-브로모-2-[N-[4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]아세트페논 및 수소

화붕소나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	$3,590\text{cm}^{-1}$	지방족 CH_2	$2,850+2,930\text{cm}^{-1}$
NH_2	$3,10\text{cm}^{-1}$	방향족 $\text{C}=\text{C}$	$1,610\text{cm}^{-1}$
N-알킬	$2,800\text{cm}^{-1}$	$\text{C}=\text{O}$	$1,700\text{cm}^{-1}$
OCH_3	$2,830\text{cm}^{-1}$	아미드 II	$1,510\text{cm}^{-1}$

[실시예 105]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올의 라세미체 A 및 B

36g의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올(디아스테레오 아이소머성 라세미체 A와 B의 1 : 1혼합물)을 에테르에 용해시키고 에테르중의 3N염화수소 0.5등물량과 반응시킨다. 수득된, 라세미체 A염산염의 조 결정성 생성물을 먼저 이소프로판올로부터 재결정시킨후 다량의 메탄올에 용해시키고 계속해서 결정화가 시작될 때까지 증발시킨다. 염산염의 융점 : 248 내지 249°C(분해). 염기의 ^{13}C -NMR 스펙트럼($\text{CDCl}_3/\text{CD}_3\text{OD}$) :

$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	37.50ppm
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	58.36ppm
$\begin{array}{c} \diagup \\ \text{CH}-\text{CH}_3 \\ \diagdown \end{array}$	13.91ppm
$\begin{array}{c} \diagup \\ \text{N}-\text{CH}_3 \\ \diagdown \end{array}$	36.33ppm
$\begin{array}{c} \diagup \\ \text{N}-\text{CH}_2- \\ \diagdown \end{array}$	61.03ppm
$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}- \end{array}$	68.89ppm

이소프로판올 모액을 증발시키고 에테르와 2N암모니아사이에 분해시킨다. 건조시킨 유기상의 증발 잔류물을 HPLC에 의해 분리하여 라세미체 A로부터 라세미체 B를 얻는다(SiO_260 , Merck ; 0.015-0.025mm ; 에테르 : 메탄올=10 : 1) 결정성 증발 잔류물을 다량의 에테르로부터 재결정시키며 비등 가열하여 농축한다.

융점 : 128 내지 131°C

^{13}C -NMR 스펙트럼($\text{CDCl}_3/\text{CD}_3\text{OD}$) :

^{13}C -NMR 스펙트럼($\text{CDCl}_3/\text{CD}_3\text{OD}$) :

$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	35.61ppm
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	59.21ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{CH}-\text{CH}_3 \\ \diagdown \end{array}$	14.56ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{N}-\text{CH}_3 \\ \diagdown \end{array}$	35.03ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{N}-\text{CH}_2- \\ \diagdown \end{array}$	63.11ppm
$\begin{array}{c} \text{O H} \\ \\ -\text{C H}- \end{array}$	69.08ppm

[실시예 106]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)벤질아미노]에탄올-염산염

90%에탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-1'-시아노-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)벤질아미노] 아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 1225 내지 126°C

[실시예 107]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)알릴아미노]에탄올

90%에탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)알릴아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수지상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH_2	$3,390+3,490\text{cm}^{-1}$
OCH_3	$2,830+2,940\text{cm}^{-1}$
CN	$2,210\text{cm}^{-1}$
방법족 C=C	$1,610\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 223nm(0.43)

244nm(숄더, 브로드, 0.07)

330nm(브로드, 0.05)

[실시예 108]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸) 이소프로필아미노]에탄올-염산염

90%에탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)이소프로필아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 40°C에서 소결.

계산치 : C 55.60 H 6.29 Br 16.20 Cl 2.14 N 8.46

실측치 : C 55.30 H 6.37 Br 15.40 Cl 6.84 N 8.83

[실시예 109]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)-n-프로필아미노]에탄올-염산염

90%에탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-(4-(4-메톡시-페닐)-부틸)-n-프로필아미노]-아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 40°C에서 소결.

계산치 : C 55.60 H 6.29 N 8.46

실측치 : C 55.52 H 6.32 N 8.39

[실시예 110]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]에틸아미노]에탄올-염산염

90%메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]에틸아미노] 아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 139 내지 142℃

[실시예 111]

1-(4-아미노-3-브로모-5-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

90% 메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-트리플루오로메틸-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노] 아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,400+3,490cm⁻¹

OCH₃ 2,840+2,940cm⁻¹

방향족 C=C 1,610cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 223nm(0.26)

244nm(0.10)

310nm(매우 브로드 : 0.04)

[실시예 112]

1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-(4-페닐-부틸)-메틸아미노]에탄올-염산염

90%메탄올중의 4'-아미노-3'-브로모-5'-시아노-2-[N-(4-페닐-부틸)-메틸아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

[실시예 113]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸 아미노]에탄올-염산염

90%메탄올중의 4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노] 아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 68℃에서 소멸.

계산치 : C 60.10 H 6.12 Cl 9.35 N 11.05

실측치 : C 59.9 H 6.07 Cl 9.40 N 10.69

[실시예 114]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐설페닐-프로필)-메틸아미노]에탄올

80%메탄올중의 4'-아미노-2-브로모-3',5'-디클로로-아세트페논, N-[3-(4-메톡시-페닐설페닐)-프로필]-메틸아민 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 2과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

OH 3,600+3,680cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 246nm(0.18)

300nm (0.05)

[실시예 115]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

수성 테트라하이드로푸란중의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]아미노]아세트페논 및 수소화붕소 나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(KBr) : OH, NH₂ 3,300-3,600cm⁻¹

방향족 C=C 1,615cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올+KOH): λ_{max} 244nm(0.26)

299nm(0.08)

[실시예 116]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]아미노]에탄올

수성 테트라푸란중의 4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 103 내지 106°C

[실시예 117]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]이소프로필아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]이소프로필아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

계산치 : C 61.31 H 6.86 Cl 17.24 N 6.81

실측치 : C 61.07 H 6.86 Cl 16.67 N 6.53

[실시예 118]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]에틸아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]에틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

계산치 : C 60.45 H 6.60 Cl 17.85 N 7.05

실측치 : C 60.45 H 6.76 Cl 17.70 N 6.86

[실시예 119]

1-(4-메틸아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N[3-(4-하이드로시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-메틸아미노-3',5'-디클로로-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

계산치 : C 60.45 H 6.60 Cl 17.85 N 7.05

실측치 : C 60.68 H 6.73 Cl 17.50 N 6.71

[실시예 120]

1-(4-디메틸아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-디메틸아미노-3',5'-디클로로-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

계산치 : C 61.31 H 6.86 Cl 17.24 N 6.81

실측치 : C 61.28 H 6.57 Cl 16.80 N 6.42

[실시예 121]

1-(4-아세틸아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-아세틸아미노-3',5'-디클로로-2-[N[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 포말상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,580cm ⁻¹
NH	3,410cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹
C=O	1,700cm ⁻¹
C=C	1,610, 1,595cm ⁻¹
아미드 II	1,515cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 230nm(0.30 : 솔더)

280nm(0.04)

(에탄올+KOH) : λ_{\max} 243nm(0.46)

294nm(0.08)

[실시예 122]

1-(4-에톡시카보닐아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-에톡시카보닐아미노-3',5'-디클로로-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]-메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

계산치 : C 58.02 H 6.20 Cl 15.57 N 6.15

실측치 : C 58.20 H 6.32 Cl 15.32 N 6.03

[실시예 123]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[1-메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올의 라세미체 A 및 B

4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-[N-[1-메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수득된 디아스테레오 아이소머성 라세미체와 혼합물을 컬럼 크로마토그래피(SiO₂; 메틸렌 클로라이드; 메탄올: 농암모니아=50:1:0.1)에 의해 분리시킨다.

라세미체 A :

융점 : 161 내지 163°C

¹³C-NMR 스펙트럼(d₆-디메틸 설펁사이드) :

¹³C-NMR 스펙트럼(d₆-디메틸 설펁사이드) :

$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	37.17ppm
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	57.91ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{CH}-\text{CH}_3 \end{array}$	13.26ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{N}-\text{CH}_3 \end{array}$	35.74ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{N}-\text{CH}_2 \end{array}$	60.90ppm
$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}- \end{array}$	69.21ppm

라세미체 B :

융점 : 92 내지 98°C

¹³C-NMR 스펙트럼(d₆-디메틸 설펁사이드) :

$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	36.52ppm
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}- \end{array}$	57.78ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{CH}-\text{CH}_3 \end{array}$	13.19ppm
$\begin{array}{c} \diagup \text{N}-\text{CH}_2 \end{array}$	61.48ppm
$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}- \end{array}$	69.02ppm

[실시예 124]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[1-메틸-3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-[N-[1-메틸-3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]-아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 108 내지 110°C

[실시예 125]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[1-메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

4'-아미노-3'-시아노-5'-플루오로-2-[N-[1-메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]아미노]-아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 162 내지 164°C

[실시예 126]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[1-메틸-3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

테트라하이드로푸란중의 1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[1-메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올 및 디메틸 설페이트/1N 수산화나트륨 용액으로부터 실시예 4와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,400+3,500cm ⁻¹
O-CH ₃	2,830cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹
C≡N	2,210cm ⁻¹
C=C	1,580, 1,510cm ⁻¹
C=C+NH ₂ 변형	1,620cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.27)

278nm(0.05)

286nm(0.05)

324nm(0.12)

[실시예 127]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1-메틸-2-펜옥시-에틸]-아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3',5'-디클로로-아세트페논, 이산화셀렌, 1-메틸-2-펜옥시-에틸아민, 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 무정형 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.15)

300nm(0.04)

[실시예 128]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3',5'-디클로로 아세트페논, 이산화셀렌, 3-(4-플루오로-페닐)-프로필아민, 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 185 내지 187°C(분해).

[실시예 129]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-페닐-1-메틸-프로필]-메틸아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-아세트페논, 이산화셀렌, 3-페닐-1-메틸-프로필아민 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
OH	3,600+3,680cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.18)

300nm (0.06)

[실시예 130]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올-염산염

4'-아미노-3',5'-디클로로-아세트페논, 이산화셀렌, 1-메틸-2-펜옥시-에틸아민, 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 122 내지 125℃

[실시예 131]

N-[3-(4-아미노-3-브로모-페닐)-프로필]-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]메틸아민-염산염

무수 테트라하이드로푸란중의 N-메틸-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]-3-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-프로피온산 아마이드, 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 70 내지 120℃(소결)

IR 스펙트럼(KBr) : NH^+ 2,500-2,650 cm^{-1}

알킬 2,800-3,000 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 234nm(0.17)

280nm(0.04)

300nm(솔더 : 0.03).

[실시예 132]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-페닐)-에틸]N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-이소프로필아민

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-이소프로필-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-페닐아세트산 아마이드 및 수소화알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH_2 3,390+3,490 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 241nm(0.15)

300nm(0.03)

[실시예 133]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-이소프로필아민

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-이소프로필-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-페닐아세트산 아마이드 및 수소화알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH_2 3,390+3,490 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.15)

302nm(0.04)

[실시예 134]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-3-(4-플루오로-페닐)-프로필아민-염산염

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]페닐 아세트산 아마이드 및 수소화알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

[실시예 135]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-메틸아민

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-페닐아세트산아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH_2 3,390+3,490 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.14)

300nm(0.05)

[실시예 136]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-설페닐]-프로필]메틸아민

테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-메톡시-페닐)설페닐]-프로필]-N-메틸-페닐아세트산아미드 및 수소화알루미늄 리튬으로부터 실시예 7과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH_2 3,390+3,490 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.16)

300nm(0.04)

[실시예 137]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

테트라 하이드로푸란중의 4-아미노-3-브로모-N-[2-(4-메톡시-페닐)-부틸]-N-메틸-페닐아세트산아미드 및 수소화알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH_2 3,380+3,470 cm^{-1}

OCH_2 2,830+2,930 cm^{-1}

방향족 C=C 1,620 cm^{-1}

NMR 스펙트럼($\text{CDCl}_3/\text{D}_2\text{O}$) : 방향족 H 6.4-7.3ppm(m, 7H)

OCH_3 3.7ppm(s, 3H)

NCH_3 2.2ppm(s, 3H)

지방족 H 1.3-2.8ppm(m, 8H)

[실시예 138]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

무수 테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3-브로모-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]-N-메틸-페닐아세트산아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH_2 3,380+3,480 cm^{-1}

OCH_3 2,840+2,940 cm^{-1}

방향족 C=C 1,620 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 224nm(0.24)

242nm(0.15)

280nm(브로드, 0.03)

300nm(브로드, 0.03)

[실시예 139]

N-[2-(4-아미노-3-플루오로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

무수 테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3-플루오로-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]-N-메틸-페닐아세트산아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH_2 3,390+3,490 cm^{-1}

OCH_3 2,840+2,940 cm^{-1}

방향족 C=C 1,610 cm^{-1}

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 227nm(0.30)

279nm(0.06)

285nm(0.06)

[실시예 140]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

무수 테트라하이드로푸란중의 4-아미노-3-클로로-N-메틸-N-[3(4-메톡시-페닐)프로필]페룸아세트산 아미드 및 수소화알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수지상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,470cm ⁻¹
-----------------	-----------------------------

OCH ₃	2,840+2,940cm ⁻¹
------------------	-----------------------------

방향족 C=C	1,610cm ⁻¹
---------	-----------------------

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 224nm(0.25)

240nm(0.18)

280nm(0.04)

300nm(0.03)

[실시예 141]

N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아민-염산염

무수 테트라하이드로푸란중의 3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]프로피온산 아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 138 내지 142℃

[실시예 142]

N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아민-이염산염

무수 테트라하이드로푸란중의 3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-N-메틸-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]프로피온산 아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

이염산염의 융점 : 147 내지 157℃

[실시예 143]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(4-메톡시페닐)-부틸]아민-염산염

무수 테트라 하이드로푸란중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-4-(4-메톡시-페닐)-부티르산아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 186 내지 189℃

[실시예 144]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아민-염산염

무수 테트라 하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]페닐 아세트산아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 186 내지 190℃

[실시예 145]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N[4-(4-메톡시페닐)-부틸]이소프로필아민

무수 테트라 하이드로푸란중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-이소프로필-4-(4-메톡시-페닐)-부티르산아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
-----------------	-----------------------------

OCH ₃	2,850+2,930cm ⁻¹
------------------	-----------------------------

방향족 C=C	1,610cm ⁻¹
---------	-----------------------

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 242nm(0.12)

280nm(0.04)

310nm(0.04)

[실시예 146]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]이소프로필아민

무수 테트라 하이드로푸란중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-이소프로필-4-메톡시-페닐아세트산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
-----------------	-----------------------------

OCH ₃	2,830+2,960cm ⁻¹
------------------	-----------------------------

방향족 C=C	1,610cm ⁻¹
---------	-----------------------

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 244nm(솔더 : 0.12)

280nm(솔더 : 0.05)

310nm(0.05)

[실시예 147]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시페닐)-에틸]아민-염산염

무수 테트라 하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]-페닐아세트산아미드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 206 내지 208℃

[실시예 148]

N-[3-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-프로필]-N-[2-(3,4-디메톡시페닐)-에틸]메틸아민

무수 테트라 하이드로푸란중의 N-메틸-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]-3-(4-아미노-3,5-디브로모-페닐)-프로피온산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로 부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,480+3,380cm ⁻¹
-----------------	-----------------------------

OCH ₃	2,840+2,940cm ⁻¹
------------------	-----------------------------

NMR 스펙트럼(CDCI₃/D₂O)O-CH₃ 4.85ppm(s,6H)N-CH₃ 2.25ppm(s,3H)

방향족 H 6.75ppm(d,3H)

7.2ppm(d,2H)

지방족 H 1.5-2.9ppm(m, 12H)

[실시예 149]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-3-페닐-프로필아민염산염

무수 테트라 하이드로푸란중의 4-아미노-3,5-디클로로-N-(3-페닐-프로필)-페닐아세트산 아마이드 및 수소화 알루미늄 리튬으로부터 실시예 8과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 197 내지 199℃

[실시예 150]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시페닐)-부틸]벤질아민

이소프로판올중의 1-에톡시 카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]벤질아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
-----------------	-----------------------------

OCH ₃	2,830+2,930cm ⁻¹
------------------	-----------------------------

CN $2,210\text{cm}^{-1}$

방향족 C=C $1,620\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 222nm(0.42)

244nm(솔더 : 0.09)

335nm(브로드 ; 0.05)

[실시에 151]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]알릴아민

이소프로판올중의 1-에톡시 카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]알릴아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 의해 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ $3,390+3,490\text{cm}^{-1}$

OCH₃ $2,830+2,930\text{cm}^{-1}$

CN $2,210\text{cm}^{-1}$

방향족 C=C $1,620\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 222nm(0.49)

244nm(솔더 : 0.01)

355nm(브로드 : 0.06)

[실시에 152]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시페닐)-부틸]에틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]에틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ $3,390+3,490\text{cm}^{-1}$

OCH₃ $2,830+2,960\text{cm}^{-1}$

CN $2,210\text{cm}^{-1}$

방향족 C=C $1,620\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 222nm(0.49)

244nm(솔더 : 0.08)

333nm(브로드 : 0.06)

[실시에 153]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시페닐)-부틸]이소프로필아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]이소프로필아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수지상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ $3,390+3,490\text{cm}^{-1}$

OCH₃ $2,830+2,960\text{cm}^{-1}$

CN $2,210\text{cm}^{-1}$

방향족 C=C $1,620\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 221nm(0.53)

244nm(숄더 : 0.1)

330nm(브로드 : 0.07)

[실시예 154]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시페닐)-부틸]-n-프로필아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]-n-프로필아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
CN	2,210cm ⁻¹
OCH ₃	2,830+2,950cm ⁻¹
방향족 C=C	1,620cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 222nm(0.46)

244nm(숄더 : 0.08)

330nm(숄더 : 0.05)

[실시예 155]

N-[2-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-에틸]-N-(4-페닐부틸)-메틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시 시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-브로모-5-시아노-페닐)-2-[4-(4-페닐)-부틸]-메틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

NMR 스펙트럼(CDCI₃) :

방향족 H	7.0-7.4ppm(m, 7H)
NCH ₃	2.2ppm(s, 3H)
지방족 H	1.3-2.7ppm(m, 12H)

[실시예 156]

N-[2-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

NMR 스펙트럼(CDCI₃) :

방향족 H	6.7-7.2ppm(m, 6H)
OCH ₃	3.75ppm(s, 3H)
NCH ₃	2.3ppm(s, 3H)
지방족 H	2.4-2.7ppm(m, 8H)

[실시예 157]

N-[2-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시페닐)-프로필]메틸아민-염산염

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄 및 수산화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수지상의 염산염.

NMR 스펙트럼(CDCI₃) :

방향족 H	6.7-7.2ppm(m, 6H)
OCH ₃	3.75ppm(s, 3H)
 NCH ₃	2.8ppm(s, 3H)

지방족 H 1.5-3.5ppm(m, 12H)

[실시예 158]

N-[2-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시페닐)-부틸]메틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수지상 물질.

NMR 스펙트럼(CDCI₃) :

방향족 H 7.2ppm(s, 2H)

6.85ppm(q, 4H)

OCH₃ 3.8ppm(s, 3H)

NCH₃ 2.25ppm(s, 3H)

지방족 H 1.5-2.7ppm(m, 12H)

[실시예 159]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 29℃

[실시예 160]

N-[2-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3-클로로-5-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]메틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,400+3,500cm⁻¹

OCH₃ 2,840+2,960cm⁻¹

방향족 C=C 1,610cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 228nm(솔더 : 0.10)

244nm(0.10)

330nm(0.03)

[실시예 161]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]메틸아민

이소프로판올 중의 1-에톡시카보닐옥시-1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 9와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.13)

300nm(0.03)

[실시예 162]

1-(4-아미노-3-트리플루오로메틸-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

항상 바람상 산화 팔라듐의 존재하에 메탄올중에서 1-(4-아미노-3-브로모-5-트리플루오로메틸페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올 및 수소를 사용하여 실시예 11과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

NMR 스펙트럼(CDCI₃/D₂O) :

방향족 H 6.6-7.3ppm(m, 7H)

CH-OH	4.5ppm(t, 1H)
OCH ₃	3.7ppm(s, 3H)
NHCH ₃	2.3ppm(s, 3H)
지방족 H	2.2-2.7ppm(m, 6H)
-CH ₂ -	1.8ppm(q, 2H)

[실시예 163]

N-[3-(4-아세트아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]메틸아민

톨루엔중의 N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-프로필]-N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]메틸아민, 아세트 클로라이드 및 트리에틸아민으로부터 실시예 12과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH	3,450cm ⁻¹
OCH ₃	2,830+2,940cm ⁻¹
CO	1,700cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 228nm(솔더 : 0.17)

280nm(0.04)

[실시예 164]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]알릴아미노-에탄올

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]-아미노] 에탄올 및 알릴브로마이드/탄산나트륨으로부터 실시예 13과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,580cm ⁻¹
NH ₂	3,390+3,480cm ⁻¹
지방족 CH ₂	1,850+2,930cm ⁻¹
C=C	1,615cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.26)

282nm(0.08)

300nm(0.08)

(에탄올+KOH) : λ_{\max} 242nm(0.47)

298nm(0.19)

[실시예 165]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]-이소프로필아미노]에탄올-염산염

목탄상 팔라듐 존재하의 수소 및 1-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-2-[N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]이소프로필아미노]에탄올로부터 실시예 16과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 90 내지 110℃

[실시예 166]

1-(4-아미노-3-클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]-에틸아미노]에탄올

목탄상 팔라듐 존재하의 수소 및 1-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-2-[N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]에틸아미노]에탄올로부터 실시예 16과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,595cm ⁻¹
NH ₂	3,400+3,490cm ⁻¹

지방족 CH_2 $2,840+2,940\text{cm}^{-1}$

$\text{C}=\text{C}$ $1,625\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 227nm(0.19)

244nm(0.17)

290nm(0.04)

(에탄올+KOH) : λ_{max} 243nm(0.32)

297nm(0.08)

[실시예 167]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]에틸아미노]에탄올

1-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-2-[N-[3-(4-벤질옥시-페닐)-프로필]에틸아미노]에탄올 및 목탄상 팔라듐 존재하의 수소로부터 실시예 16과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 수지상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590, 3,620+3,580\text{cm}^{-1}$

NH_2 $3,390+3,480\text{cm}^{-1}$

방향족 $\text{C}=\text{C}$ $1,615\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 244nm(0.17)

284nm(0.06)

200nm(0.05)

(에탄올+KOH) : λ_{max} 243nm(0.31)

298nm(0.08)

[실시예 168]

N-[3-(4-디메틸아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

에탄올중의 N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아민, 파라포름알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OCH_3 $2,830+2,940\text{cm}^{-1}$

NHCH_3 $2,790\text{cm}^{-1}$

NH_2 -

방향족 $\text{C}=\text{C}$ $1,610\text{cm}^{-1}$

NMR 스펙트럼($\text{CDCl}_3/\text{D}_2\text{O}$) :

방향족 H $7.0\text{ppm}(\text{q}, 4\text{H})$

$7.1\text{ppm}(\text{s}, 2\text{H})$

OCH_3 $3.75\text{ppm}(\text{s}, 3\text{H})$

$\text{N}(\text{CH}_3)_2$ $2.85\text{ppm}(\text{s}, 6\text{H})$

지방족 H $2.2-2.8\text{ppm}(\text{m}, 8\text{H})$

$\text{N}-\text{CH}_3$ $2.2\text{ppm}(\text{s}, 3\text{H})$

$-\text{CH}_2-$ $1.6-1.8\text{ppm}(\text{q}, 2\text{H})$

[실시예 169]

N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-N-[3-(4-메톡시페닐)-프로필]메틸아민

에탄올중의 N-[3-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-프로필]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아민, 파라포름알데히드 및 나트륨 시아노 보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조

한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
OCH ₃	2,830+2,940cm ⁻¹
방향족 C-C	1,610cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 230nm(솔더 : 0.21)

242nm(0.10)

278+285(브로드 : 0.03)

302nm(브로드 : 0.03)

[실시에 170]

N-[2-(4-디메틸아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]메틸아민

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아민 파라포름 알데하이드 및 나트륨 시아노 보로하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NCH ₃	2,790cm ⁻¹
NH ₂	-
NH	-

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 273nm(브로드 : 0.04)

[실시에 171]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]-2-페닐에틸아민-염산염

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아민 페닐아세트 알데하이드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 158 내지 161℃

[실시에 172]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-에틸]N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]에틸아민

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]아민, 아세트알데하이드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OCH ₃	2,860+2,930cm ⁻¹
방향족 C=C	1,610cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.09)

278nm(0.02)

282nm(0.02)

300nm(0.01)

[실시에 173]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]벤질아민-염산염

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아민, 벤즈알데하이드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 164 내지 168℃

[실시에 174]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]이소프로필아민

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]-아민, 아세톤 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,480cm⁻¹

방향족 C=C 1,615cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 241nm(0.13)

300nm(0.05)

[실시예 175]

N-[1-메틸-2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]N-[3-(4-메톡시페닐)-프로필]아민-염산염

에탄올중의 1-(4'-아미노-3',5'-디클로로-페닐)-아세톤, 3-(4-메톡시페닐)-프로필아민 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 193 내지 195℃

[실시예 176]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]-n-프로필아민

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)프로필]아민, 프로피온알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,380+3,480cm⁻¹

방향족 C=C 1,610cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.13)

301nm(0.05)

[실시예 177]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]에틸아민

에탄올중, pH 6 내지 6.5에서 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아민, 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,480cm⁻¹

방향족 C=C 1,615cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.14)

305nm(0.04)

[실시예 178]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시페닐)-에틸]에틸아민

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[2-(4-메톡시-페닐)-에틸]아민, 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,890±3,480cm⁻¹

OCH₃ 2,830+2,940cm⁻¹

방향족 C=C 1,620cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 244nm(0.16)

284nm(숄더 : 0.04)

300nm(0.04)

[실시예 179]

N-[1-메틸-2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아민

에탄올중의 1-(4'-아미노-3',5'-디클로로-페닐)-아세톤, 3-(4-메톡시-페닐)-N-메틸-프로필아민 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

$$\text{NH}_2 \quad 3,390+3,480\text{cm}^{-1}$$

$$\text{OCH}_3 \quad 2,840+2,940\text{cm}^{-1}$$

$$\text{방향족 C=C} \quad 1,615\text{cm}^{-1}$$
UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.14)

280nm(솔더 : 0.04)

302nm(0.05)

[실시예 180]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(3-페닐-프로필)-이소프로필아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-3-페닐-프로필아민, 아세톤, 분자체 3A 및 시아노 보로하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 포말상물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

$$\text{NH}_2 \quad 3,390+3,490\text{cm}^{-1}$$

$$\text{NH}^+ \quad 2,300-2,400\text{cm}^{-1}$$
UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.12)

302nm(0.04)

[실시예 181]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-메틸아미노]에탄올-염산염

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)아미노]에탄올, 파라포름알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

$$\text{NH}_2 \quad 3,390+3,490\text{cm}^{-1}$$

$$\text{NH}^+ \quad 2,300-2,400\text{cm}^{-1}$$

$$\text{OH} \quad 3,580\text{cm}^{-1}$$
UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.12)

302nm(0.03)

[실시예 182]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-메틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-아미노]에탄올, 파라포름 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 170 내지 173°C

[실시예 183]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-프로필아미노]에탄올-염산염

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-아미노]에탄올, 프로피온 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
NH ⁺	2,300-2,400cm ⁻¹
OH	3,590+3,580cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.12)

302nm(0.03)

[실시예 184]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(3-페닐-프로필)-n-프로필아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-3-페닐-프로필아민, 프로피온알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,90cm ⁻¹
NH ⁺	2,300-2,400cm ⁻¹
OH	3,600+3,650cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.17)

302nm(0.05)

[실시예 185]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(3-페닐-프로필)-에틸아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-3-페닐-프로필 아민, 아세트 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
NH ⁺	2,300-2,400cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 245nm(0.12)

302nm(0.04)

[실시예 186]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-에틸아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)아민, 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.11)

300nm(0.04)

[실시예 187]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-에틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올, 아세트 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
NH ⁺	2,320-2,460cm ⁻¹
OH	3,600+3,680cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 248nm(0.12)

300nm(0.03)

[실시예 188]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]에틸아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-디메톡시-페닐)-에틸]아미노]-에탄올, 아세트 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

CN 2,205cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 240nm(솔더 : 0.16)

280nm(0.04)

325nm(0.06)

[실시예 189]

1-(4-아미노-3-클로로-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-메틸렌 디옥시-펜옥시)-1-메틸-에틸]에틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3-클로로-5-플루오로-페닐)-2-[N-[2-(3,4-메틸렌디옥시-펜옥시)-1-메틸-에틸]아미노]에탄올, 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

NH⁺ 2,300-2,450cm⁻¹

OH 3,600+3,680cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.7)

287nm(0.07)

[실시예 190]

1-(4-아미노-3-브로모-5-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-에틸아미노]에탄올

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3-브로모-5-플루오로-페닐)-2-[N-(1-메틸-2-펜옥시-에틸)-아미노]에탄올, 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 240nm(0.14)

280-290nm(0.03)

[실시예 191]

1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]에틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3-시아노-5-플루오로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 아세트 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

NH⁺ 2,300-2,500cm⁻¹

CN 2,205cm⁻¹

OH 3,590+3,680cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 248nm(0.11)

280nm(0.03)

320nm(0.06)

[실시예 192]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]벤질아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아민, 벤즈알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 118 내지 120°C

[실시예 193]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]-n-프로필아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아민, 프로피온알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 130 내지 133°C

[실시예 194]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]에틸아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아민, 아세트알데히드, 분자체 3Å 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 182 내지 184°C(분해).

[실시예 195]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]이소프로필아민-염산염

무수 에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아민, 아세톤, 분자체 3N 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 182 내지 184°C(분해).

[실시예 196]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]-2-페닐 에틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 페닐아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 무정형 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

NH⁺ 2,300-2,500cm⁻¹

OH 3,590+3,680cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{\max} 243nm(0.11)

300nm(0.04)

[실시예 197]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]벤질아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 벤즈알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시시 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 132 내지 134°C(분해).

[실시예 198]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]-n-프로필아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 프로피온알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을

을 제조한다.

염산염의 융점 : 136 내지 138℃(분해).

[실시에 199]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]-에틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 130 내지 134℃

[실시에 200]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-페닐-에틸아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-아미노]에탄올, 페닐아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 무정형의 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH ₂	3,390+3,490cm ⁻¹
NH ⁺	2,300-2,500cm ⁻¹
OH	3,590+3,690cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.12)

300nm(0.04)

[실시에 201]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]이소프로필아미노]에탄올-염산염

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-플루오로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 아세톤, 분자체 3Å 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 80 내지 85℃

[실시에 202]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-에틸아미노]에탄올

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-아미노]에탄올, 아세트알데히드, 분자체 3Å 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.13)

300nm(0.03)

[실시에 203]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-1-메틸-프로필)-메틸아미노]에탄올

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-1-메틸-프로필)-아미노]에탄올, 포름알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH	3,600+3,680cm ⁻¹
N-알킬	2,800cm ⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 275nm(0.03)

[실시에 204]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-벤질아미노]에탄올

무수 에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-아미노]에탄올, 벤즈알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오

일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390+3,490cm⁻¹

OH 3,600+3,680cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.12)

300nm(0.03)

[실시에 205]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]아미노]에탄올

1.5g(0.0039몰)의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]아미노]에탄올 및 639mg(0.0078몰)의 무수 나트륨 아세테이트를 60ml의 50%아세트산에 용해시킨다. 이 용액에 3ml의 50%아세트산중의 622mg(0.0039몰)의 브롬의 용액을 실온에서 교반하면서 서서히 적가한다. 첨가가 완료된 후에 연갈색 용액을 실온에서 1시간동안 방치하여 물에 붓는다. 반응 혼합물을 빙냉시키면서 암모니아로 pH 8.5까지로 알칼리성으로 조정하여 메틸렌 클로라이드로 완전히 추출한다. 메틸렌 클로라이드 추출물을 황산 나트륨상에서 건조시키고 진공중에서 증발 건조시킨다. 잔류물을 메탄올/에테르로부터 결정화 한다. 무색결정.

융점 : 127 내지 129°C

[실시에 206]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]아미노]에탄올

4'-아미노-3',5'-디클로로-아세트페논, 이산화 셀렌, 3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필아민 및 수산화붕소 나트륨으로부터 실시에 5과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 128 내지 130°C

[실시에 207]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

메탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 파라 포름알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 포말상 물질.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,660+3,600cm⁻¹

NH₂ 3,490+3,390cm⁻¹

SO 1,050cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 242nm(0.16)

300nm(0.03)

[실시에 208]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

메탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메틸설페닐-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 파라 포름 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 무색 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,690+3,590cm⁻¹

NH₂ 3,490+3,390cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.23)

295 내지 300nm(0.04)

[실시에 209]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]-n-프로필아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 프로피온 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제

조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390, 3,490cm⁻¹

방했족 C=C 1,620cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.13)

300nm(0.04)

[실시에 210]

1-(4-디메틸아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-메틸-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

에탄올중, pH 3 내지 7.5에서 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-메틸-2-N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 파라포름알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,590cm⁻¹

NH, NH₂ 무

방했족 C=C 1,610cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.20)

278nm(0.06)

[실시에 211]

1-(4-벤질아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 벤즈알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염기의 융점 : 85 내지 95℃

[실시에 212]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]벤질아미노]에탄올-염산염

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 벤즈알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 110 내지 114℃

[실시에 213]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]에틸아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올 아세트알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390, 3,490cm⁻¹

방했족 C=C 1,620cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 244nm(0.13)

300nm(0.04)

[실시에 214]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-N-[-(4-클로로-페닐)-프로필]메틸아민

에탄올중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-3-(4-클로로-페닐)-프로필아민, 파라포름알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시에 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,390, 3,490cm⁻¹

방향족 C=C

$1,615\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 241nm(0.10)

300nm(0.04)

[실시에 215]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]-2-페닐에틸아미노]에탄올-염산염

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올 페닐아세트 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 103 내지 109°C(분해).

[실시에 216]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]-메틸아미노]에탄올-염산염

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 파라포름 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

염산염의 융점 : 85 내지 100°C(분해).

[실시에 217]

1-(3-클로로-4-피페리디노-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올-염산염

에탄올중의 3'-클로로-4'-피페리디노-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]아세트페논 및 수소화 붕소나트륨으로부터 실시예 1과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일상의 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,600\text{cm}^{-1}$

OCH₃ $2,840\text{cm}^{-1}$

NH⁺ $2,300=2,700\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 258nm(0.12)

283nm(솔더 : 0.05)

[실시에 218]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

4'-아미노-3,5'-디클로로-아세트페논, 이산화셀렌, 3-(3-메톡시-페닐)-프로필아민 및 수소화붕소 나트륨 으로부터 실시예 5와 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다.

융점 : 124°C

[실시에 219]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 아세트알 데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조 한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,580\text{cm}^{-1}$

NH₂ $3,490+3,390\text{cm}^{-1}$

OCH₃ $2,830\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 247nm(0.06)

300nm(0.04)

[실시에 220]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(3-메톡시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(3-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 파라포름 알데히드 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제

조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,680+ 3,620cm⁻¹

NH 3,490+3,390cm⁻¹

OCH₃ 2,840cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 246nm(0.15)

300nm(0.04)

[실시에 221]

1-(3,5-디클로로-4-이소프로필아미노-페닐)-2-[N-[3-(3-메톡시-페닐)-프로필]이소프로필아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(3-메톡시-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 아세톤 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH 3,600cm⁻¹

NH₂ 3,350cm⁻¹

OCH₃ 2,840cm⁻¹

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 250nm(0.12)

278 내지 280nm(0.03)

[실시에 222]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]이소프로필아미노]에탄올

에탄올중의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 아세톤 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

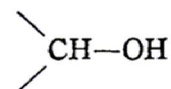
IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,380+3,480cm⁻¹

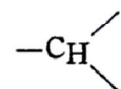
방향족 C=C 1,615cm⁻¹

NMR 스펙트럼(CDCI₃/D₂O) :

방향족 H 7.0-7.4ppm(m, 6H)



4. 4ppm(dd, 1H)



3. 0ppm(dd, 1H)

지방족 CH₂ 2.3-2.7ppm(m, 6H)

1.6-2.0ppm(m, 2H)

이소프로필-CH₃ 0.8-1.2ppm(dd, 6H)

[실시에 223]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]-알릴아미노]에탄올

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아미노]에탄올, 알릴브로마이드 및 트리에틸아민으로부터 실시예 13과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

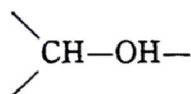
IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,380+3,480cm⁻¹

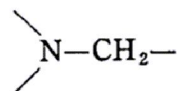
방향족 C=C 1,610cm⁻¹

NMR 스펙트럼 (DCCl₃/D₂O) :

방향족 H 7.0-7.4ppm(m, 6H)
 올레핀 H 5.5-6.1ppm(m, 1H)
 5.0-5.3ppm(m, 2H)



4.3—4.7ppm(dd, 1H)



2.8—3.5ppm(m, 2H)

지방족 CH₂ 2.2-2.7ppm(m, 6H)

1.5-2.0ppm(m, 2H)

[실시예 224]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]알릴아민

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-3-(4-클로로페닐)-프로필아민, 알릴브로마이드 및 트리에틸아민으로부터 실시예 13과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,380+3,480cm⁻¹

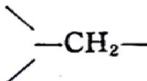
방향족 C=C 1,610cm⁻¹

NMR 스펙트럼 (CDCl₃/D₂O) :

방향족 H 6.9-7.4ppm(m, 6H)

올레핀 H 5.6-6.1ppm(m, 1H)

5.0-5.3ppm(m, 2H)



3.0—3.3ppm(d, 2H)

지방족 CH₂ 2.7-3.3ppm(m, 8H)

1.3-1.9ppm(m, 2H)

[실시예 225]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-1-메틸-에틸]-N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민

4'-아미노-3,5'-디클로로-프로피오페논, N-[4-(4-메톡시-페닐)-부틸]메틸아민 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

NH₂ 3,380+3,480cm⁻¹

방향족 C=C 1,610

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.13)

280nm(브로드 : 0.04)

300nm(브로드 : 0.04)

[실시예 226]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-메톡시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아민

테트라 하이드로푸란중의 N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]-메틸아민, 수산화나트륨 용액 및 디메틸 설페이트로부터 실시예 13과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 용출제로써 에테르 : 석유에테르=1 : 1.5를 사용하여 산화 알루미늄(중성활성 단계 I)을 통해 정제한다. 오일.

계산치 : C 63.79 H 7.14 Cl 17.94 N 7.09

실측치 : C 63.17 H 7.09 Cl 17.90 N 7.15

[실시예 227]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시페닐)-프로필]메틸아민

1.8mℓ (0.018몰)의 피리딘 보란을 -10℃에서 교반하면서 12mℓ의 트리플루오로 아세트산 중의 3g(0.0075몰)의 1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올의 용액에 적가한다. 냉각욕을 치우고, 반응용액을 30분내에 실온으로 가온시킨 다음 계속하여 증기욕상에서 60분간 가열한다. 진공중 50℃의 회전 증발기상에서 트리플루오로 아세트산을 증발시킨후 증발잔류물을 40mℓ의 2N수산화나트륨 용액과 혼합하여 120℃에서 30분간 가열한다. 냉각시킨 후에 반응 혼합물을 염산으로 주의하여 산성화시키고 염기성 반응액이 될때까지 농 암모니아와 혼합한 후 매회 75mℓ씩의 에테르로 2회 추출한다. 수득된 에테르 추출물을 매회 50mℓ씩의 물로 2회 세척하여 합한후 황산마그네슘상에서 건조시키고 진공중에 회전증발기내에서 증발 건조시킨다. 증발 잔류물을 실리카겔 60(Machcrey and Nagel 70 내지 230메쉬, ASTM)상에서 용출제로써 메틸렌 클로라이드 : 메탄올=2 : 1을 사용하여 미리 정제한다. 후-정제과정은 산화알루미늄(중성, 활성 단계 III)상에서 시행한다. 사용된 용출제는 에테르 : n-헥산=2 : 1이다. 잠시후 오일상 증발 잔류물을 결정화한다. 융점 : 122 내지 124℃

[실시예 228]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아민

테트라하이드로푸란 수용액중의 4'-아미노-2-브로모-3',5'-디클로로-아세토페논, N-[3-(4-하이드록시-페닐)-1-메틸-프로필]메틸아민 및 탄산나트륨을 사용하여 반응시킨후 수득된 반응생성물 트리플루오로 아세트산중의 피리딘-보란과 반응시켜 실시예 227과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 정제는 산화 알루미늄(중성, 활성 단계 III)상에서 시행한다. 용출제는 에테르 : 석유에테르=2 : 1이다. 오일.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

OH $3,590\text{cm}^{-1}$

NH₂ $3,480+3,390\text{cm}^{-1}$

CH₂, CH₃ $2,960+2,930+2,860\text{cm}^{-1}$

N-알킬 $2,810\text{cm}^{-1}$

C=C $1,585+1,510+1,485\text{cm}^{-1}$

UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 241nm(솔더 : 0.28)

280 내지 302nm(0.08)

(에탄올+KOH) : λ_{max} 241nm(0.56)

298nm(0.17)

[실시예 229]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아미노]에탄올

4'-아미노-2-브로모-3',5'-디클로로-아세토페논, N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]메틸아민 및 탄산나트륨을 반응시킨 후, 계속해서 테트라하이드로푸란 수용액중의 수소화 붕소나트륨으로 환원시켜 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 예비-및 후-정제는 실리카겔 60(Macherery and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM)상에서 시행한다. 용출제로는 에테르 : 테트라 하이드로푸란=3 : 1과 메틸렌 클로라이드 : 메탄올 : 농 암모니아 =30 : 1 : 0.3을 사용한다. 융점 : 155 내지 158℃

[실시예 230]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-[1,1-디메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필]아미노]에탄올

4'-아미노-2-브로모-3',5'-디클로로-아세토페논, 1,1-디메틸-3-(4-하이드록시-페닐)-프로필아민과 탄산나트륨을 반응시키고, 계속해서 테트라하이드로푸란 수용액중의 수소화 붕소나트륨으로 환원시켜 실시예 3과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 정제는 실리카겔 60(Macherery and Nagel, 70 내지 230메쉬, ASTM)상에서 시행한다. 용출제는 메틸렌 클로라이드 : 메탄올 : 농 암모니아=25 : 1 : 0.2의 혼합물이다. 융점 142 내지 144℃

[실시예 231]

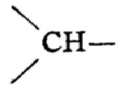
N-[3-(4-클로로페닐)-프로필]-N-[2-(3,5-디클로로-4-이소프로필-아미노-페닐)-에틸]이소프로필아민

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로페닐)-에틸]-[3-(4-클로로-페닐)-프로필]아민, 아세톤 및 나트륨 시아노보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다. 오일.

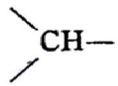
NMR 스펙트럼(CDCI₃) :

방향족 H

7 내지 7.3ppm(m,6H)



3.5 내지 4.1ppm(m,1H)



약 3ppm(m,1H)

지방족 H

2.3 내지 2.7ppm(m,8H)

1.5 내지 2.0ppm(m,2H)

0.9 내지 1.3ppm(dd,12H)

[실시에 232]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-메틸아민

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-아민, 파라포름알데히드 및 나트륨 시아노 보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) : NH_2 3,390+3,490 cm^{-1} CH_2 2,930 cm^{-1} UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 243nm(0.12)

300nm(0.04)

[실시에 233]

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-n-프로필아민

N-[2-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-에틸]-N-(1-메틸-3-페닐-프로필)-아민, 프로피온알데히드 및 나트륨 시아노 보로 하이드라이드로부터 실시예 101과 동일한 방법에 따라 표제화합물을 제조한다 오일상 염산염.

IR 스펙트럼(메틸렌 클로라이드) :

 NH_2 3,390+3,490 cm^{-1} CH_2 2,930 cm^{-1} UV 스펙트럼(에탄올) : λ_{max} 245nm(0.11)

300nm(0.04)

[실시에 A]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(4-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염 25mg을 함유하는 정제

조성(1정당)

활성성분	25.0mg	젤라틴	3.0mg
옥수수 전분	30.0mg	마그네슘 스테아레이트	0.5mg
락토즈	61.5mg		120.0mg

제조방법 :

활성성분, 옥수수전분 및 락토즈를 혼합하여 젤라틴 수용액으로 균질하게 축인 후 과립화한다. 순환 건조기중에서 건조시키고 선별(1.5mm 메쉬크기)하여 활탁제를 혼합한다. 이렇게하여 수득된 혼합물을 타정한다.

형태 : 한쪽 면에는 분할 홈이 있고 양면에 절단면을 갖는 양면 정제

직경 : 7mm

중량 : 120mg

[실시에 B]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염 10mg을 함유하는 제피정

1. 핵정당

활성성분	10.0mg	젤라틴	3.0mg
옥수수 전분	35.0mg	마그네슘 스테아레이트	0.5mg
락토즈	, 71.5mg		120.0mg

제조방법

실시에 A와 동일한 방법에 의해 제조한다. 수득된 혼합물을 타정하여 핵정을 얻은 후 당 페이스트로 160mg의 중량이 되도록 제피한 후 순수한 당시럽으로 165mg중량까지 제피하여 연마시킨다.

[실시에 C]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염 20mg을 함유하는 캡슐제

1캡슐당 :

활성성분	20.0mg	가용성 성분	5. mg
락토즈분말	114.0mg	마그네슘 스테아레이트	1.0mg
옥수수전분	60.0mg		200.0mg

제조방법 :

활성성분을 기타의 보조물질과 균질하게 혼합하여 수득된 혼합물을 캡슐 충전기를 사용하여 젤라틴 캡슐에 충전시킨다. 캡슐중량 : 200mg

[실시에 D]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염 20mg/50mℓ를 함유하는 점적제.

점적액 100mℓ 당 :

활성성분	0.4g	글리세린	10.0g
하이드록시에틸셀룰로즈	0.15g	벤조산	0.15g
타타르산	0.1g	증류수를 가하여	100.0mℓ로 만든다.
소르비트 용액 70%	30.0g		

건조물질

제조방법

하이드록 시에틸 셀룰로즈는 물론 벤조산 및 타타르산을 교반하면서, 70℃까지 가열시킨 물중에 용해시킨다. 수득된 용액을 실온으로 냉각하여 글리세린 및 소르비트 용액을 교반하면서 가한다. 활성성분을 실온에서 가하며 이때 용해될 때까지 교반을 계속한다. 생성된 주스를 교반하면서 탈기시킨다.

[실시에 E]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필 아미노]에탄올-염산염 50mg을 함유하는 좌제

1좌제당 :

활성성분	0.05g
1.70g	

제조방법 :

경화지를 용해시킨다. 38℃에서 미세 활성성분을 용융물에 분산시킨다. 따라서 생성된 액체 혼합물을 35℃로 냉각시킨후 미리 약간 냉각시킨 좌제 주형에 붓는다. 좌제중량 : 1.7g

[실시에 F]

1-(4-아미노-3,5-디클로로-페닐)-2-[N-(3-페닐-프로필)-2-프로필아미노]에탄올-염산염 20mg을 함유하는 앰플

1앰플당 :

시트르산	12.5mg	주사용수를 가하여	5.0mℓ로 만든다.
인산일수소나트륨	37.5mg		

제조방법 :

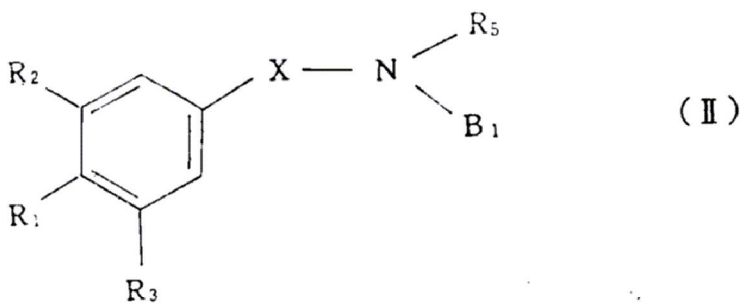
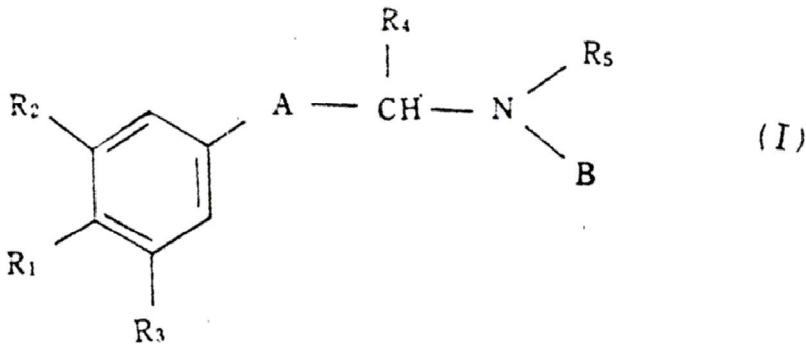
활성성분, 시트르산 및 인산일수소나트륨 및 소르비트를 실온에서 연속적으로 주사용수에 용해시킨다. 눈금표시까지 충전시킨 후에 용액을 막 여과기에 통과시켜 여과하고, 세척된 무균앰플에 충전시킨다.

열균 : 121°C에서 20분간.

(57) 청구의 범위

청구항 1

다음 일반식 (II)의 화합물을 환원시킴을 특징으로하여, 일반식 (I)의 페닐알킬 아민, 그의 광학적 활성 대장체, 그의 디아스테레오 아이소머성 라세미체 및 그의 광학적 대장체, 및 그의 생리학적으로 허용되는 산부가염을 제조하는 방법.



상기식에서,

R₁은 하이드록시 그룹, 임의로 탄소원자 1 내지 3개를 갖는 알카노일 그룹 또는 탄소원자 총 2내지 4개를 갖는 알콕시카보닐 그룹에 의해 치환된 아미노그룹, 또는 각 알킬부분에 탄소원자 1 내지 3개를 함유하며, 각각 페닐그룹에 의해 치환될 수 있는 알킬아미노 또는 디알킬아미노 그룹을 나타내며 :

R₂ 및 R₃는 동일하거나 다를 수 있고, 할로겐 원자, 트리플루오로메틸, 시아노 또는 니트로그룹을 나타내거나, 라디칼 R₂ 및 R₃중의 하나는 또한 수소원자를 나타내며 :

R₄는 수소원자, 또는 탄소수 1 내지 3의 알킬그룹을 나타내고 :

R₅는 수소원자, 탄소수 1 내지 4의 직쇄 또는 측쇄 알킬그룹, 탄소원자 3내지 6개를 갖는 사이클로알킬그룹, 탄소원자 2내지 5개를 갖는 알케닐그룹 또는 탄소원자 7 내지 10개를 갖는 아르알킬그룹을 나타내며 :

A는 메틸렌, 에틸렌 또는 하이드록시 메틸렌 그룹을 나타내고 :

B는 일반식

