

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Brandsma L., Nedolya N. A., Verkruijsse H. D., Trofimov B. A. // *Synthesis*. — 1997. — N 4. — P. 423.

Л. Брандсма, Н. А. Недоля, Х. Д. Веркruitсе,
Б. А. Трофимов

*Отделение препаративной органической химии
Утрехтского университета,
Падуалаан, 8, 3584 СХ Утрехт, Нидерланды*

Поступило в редакцию 30.07.97

Иркутский институт органической химии

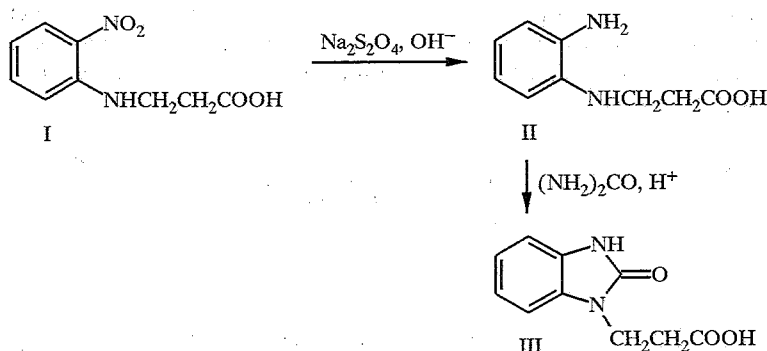
СО РАН, Иркутск 664033

E-mail: admin@irioch.irk.ru

ХГС. — 1997. — № 9. — С. 1275

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 3-(1-БЕНЗИМИДАЗОНИЛ)ПРОПАНОВОЙ КИСЛОТЫ

Нами предложен способ синтеза 3-(1-бензимидазолонил)пропановой кислоты на основе конденсации N-(2-аминофенил)-β-аланина с мочевиной. Реакцию ведут в уксусной кислоте с последующей обработкой смеси соляной кислотой. N-(2-Аминофенил)-β-аланин (II) не может быть синтезирован непосредственно из o-фенилендиамина и акриловой кислоты, так как наряду с реакцией присоединения происходит гетероциклизация промежуточной аминокислоты II в тетрагидро-1,5-бензодиазепинон [1]. N-(2-Аминофенил)-β-аланин (II) нами получен гидрированием N-(2-нитрофенил)-β-аланина (I) дитионитом натрия в водно-щелочной среде.



Соединение III также образуется при плавлении β-аланина II с карбамидом, однако выход при этом не превышает 35%.

Строение синтезированных соединений подтверждают данные элементного анализа, ИК, ЯМР ¹H и ¹³C, масс-спектров.

N-(2-Аминофенил)-β-аланин (II). Нагревают 14,7 г (0,07 моль) N-(2-нитрофенил)-β-аланина (I), 8 г (0,2 моль) гидроксида натрия и 100 мл воды до кипения. В кипящий раствор небольшими порциями добавляют дитионит натрия до исчезновения красной окраски (примерно 40...45 г). Редукция практически заканчивается через 20 мин. Раствор нейтрализуют до pH 7, охлаждают, выделившиеся кристаллы после 10 ч стояния при 4 °С фильтруют, промывают водой.

Выход 7,3 г (58%). $T_{пл}$ 119 °С (с разл.). Спектр ЯМР 1H ($(CD_3)_2CO$): 2,60 (2H, т, CH_2CO); 3,39 (2H, т, NCH_2); 3,4...4,6 (2H, уш. с, NH_2), 6,0...6,7 (4H, м, H аром.).

3-(1-Бензимидазолонил)пропановая кислота (III). Кипятят 1,8 г (0,01 моль) β -аланина II, 1,8 г (0,03 моль) мочевины и 10 мл 90% уксусной кислоты 10 ч, смесь подкисляют соляной кислотой (1 : 1) и кипятят еще 30 мин. Жидкие фракции отгоняют в вакууме, остаток заливают 10 мл воды и перемешивают. Выделившийся осадок соединения III фильтруют, промывают водой. Выход 1,21 г (59%). $T_{пл}$ 186...188 °С (из этанола). ИК спектр: 1680, 1740 (CO). Спектр ЯМР 1H ($DMCO-D_6$): 2,62 (2H, т, CH_2CO); 4,03 (2H, т, NCH_2); 6,9...7,3 (4H, м, H аром.); 10,85 (1H, с, NH); 12,31 (1H, с, OH). Спектр ЯМР ^{13}C ($DMCO-D_6$): 32,93 (CH_2CO), 36,44 (NCH_2), 108,18 (C_7), 108,88 (C_4), 120,68 и 120,99 (C_5 и C_6), 128,44 (C_9), 130,19 (C_8), 154,22 (CO), 172,60 (COOH). M^+ 206.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Соломко З. Ф., Кост А. Н., Половина Л. Н., Салимов М. А. // ХГС. — 1971. — № 7. — С. 987.

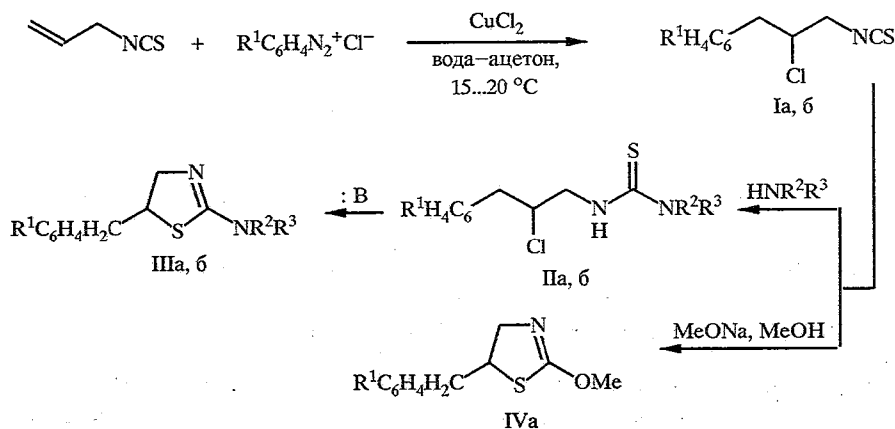
В. Мицквичюс, Б. Сапиянскяйте

Каунасский технологический университет,
Каунас 3028, Литва
ХГС. — 1997. — № 9. — С. 1277

Поступило в редакцию 23.12.96

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2,5-ДИЗАМЕЩЕННЫХ 2-ТИАЗОЛИНА

Известно много методов синтеза тиазолинов, однако возможности препаративного получения 2,5-дизамещенных 2-тиазолина весьма ограничены [1]. Нами предложен новый подход к синтезу таких соединений с использованием продуктов хлорарилрования аллилизотиоцианата арендизониевыми солями. Установлено, что аддукты (I) в присутствии оснований претерпевают внутримолекулярную циклизацию. При использовании в качестве оснований слабоосновных аминов могут быть выделены циклические тиомочевины (IIa, б).



I а $R^1 = 4\text{-Me}$, б 2-Cl; IIa, IIIa $R^2 + R^3 = -(CH_2)_2O(CH_2)_2$; IIб, IIIб $R^2 = H$, $R^3 = Ph$