

СИНТЕЗ ЛАКТОНОВ

IX. ПОЛУЧЕНИЕ 3-ЗАМЕЩЕННЫХ 5-АЦЕТИЛ-N-БЕНЗИЛПИРРОЛИДОНОВ

М. Г. ЗАЛИНЯН, В. С. АРУТЮНЯН, О. А. САРКИСЯН и М. Т. ДАНГЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 26 VI 1968

Разработан способ получения новых производных пирролидона—3-алкил-5-ацетил-N-бензилпирролидонов конденсацией α -замещенных- γ -ацетилбутиролактонов с бензиламином.

Табл. 1, библиографические ссылки 2.

В последние десятилетия появилось большое число исследований, посвященных изучению пирролидонов. Однако по синтезу N-алкил(арил)-замещенных пирролидонов, исходя из лактонов, имеются эпизодические работы.

В одном из американских патентов [1] взаимодействием α -фенил- α -(2-бромэтил)-бутиролактона с анилином, циклогексиламином и бензиламином получены соответствующие 3-фенил-3-(2'-оксиэтил)-N-фенил(циклогексил-, бензил-)пирролидоны. В другой работе [2] показано, что при взаимодействии α -бромбутиролактона с анилином при -10° получается α -фениламинобутиролактон, при 20° образуется анирид α -фениламино- γ -оксимасляной кислоты, а при 7-часовом кипячении — N-фенил-3-фениламинопирролидон-2 с выходом 71,5%.

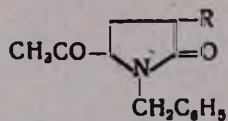
Целью настоящей работы являлась разработка способа получения новых производных пирролидона, а именно, 3-алкил-5-ацетил-N-бензилпирролидонов конденсацией α -замещенных- γ -ацетилбутиролактонов с бензиламином.

Варьированием условий реакции (регулирование температуры, увеличение количества бензиламина, продолжительность реакций, проведение реакции в индифферентной среде и в различных растворителях) установлены оптимальные условия реакции γ -ацетилбутиролактонов с бензиламином. Наилучшие выходы 3-алкил-5-ацетил-N-бензилпирролидонов обеспечиваются если реакция проводится в присутствии каталитических количеств метанола 30—40-минутным нагреванием на водяной бане при $40-50^\circ$. Как и следовало ожидать, в этих условиях бензиламин образует карбонат. Для освобождения от него после отгонки образовавшейся воды и избытка бензиламина (водоструйный насос) остаток растворяют в эфире. Выделившийся осадок (карбонат бензиламина) отфильтровывают и фильтрат после отгонки эфира перегоняют в вакууме. Выход пирролидинов в этом случае составляет 60—68%. При проведении реакции в токе азота, наблюдается незначительное повышение выходов пирролидона до 65—75%.

R	Выход, %	Т. кип., °C/мм	n_D^{20}	Молекулярная формула
C_3H_5	66,5	188/8	1,5780	$C_{15}H_{19}O_2N$
C_3H_7	64,2	180—182/3	1,5700	$C_{16}H_{21}O_2N$
<i>изо</i> - C_3H_7	64,0	175—177/1	1,5685	$C_{16}H_{21}O_2N$
C_4H_9	72,7	189—190/4	1,5620	$C_{17}H_{23}O_2N$
<i>изо</i> - C_4H_9	68	184—185/3	1,5610	$C_{17}H_{23}O_2N$
<i>изо</i> - C_5H_{11}	74,6	195—196/4	1,5500	$C_{18}H_{25}O_2N$

* Из спирта,

Таблица



А н а л и з. %						2,4-Динитрофенилгидразон		
C		H		N		Т. пл., °C*	% N	
найдено	вычислено	найдено	вычислено	найдено	вычислено		найдено	вычислено
73,61	73,87	7,82	7,75	5,80	5,71	193	16,12	16,43
73,92	74,16	8,18	8,10	5,25	5,40	196—197	15,17	15,9
73,89	74,16	8,00	8,10	5,50	5,40	196	15,62	15,9
74,47	74,72	8,33	8,41	4,90	5,12	202	15,10	15,41
74,58	74,72	8,67	8,41	4,95	5,12	200	15,62	15,41
75,00	75,26	8,66	8,71	4,77	4,87	203	15,10	14,95

Полученные 3-алкил-5-ацетил-N-бензилпирролидоны растворяются в эфире, хлороформе, спирте, не растворимы в щелочах, в воде; дают йодоформную реакцию и образуют 2,4-динитрофенилгидразоны, кристаллизующиеся из спирта в виде желтых игольчатых кристаллов. В ИК спектрах обнаружены четкие полосы поглощения в области 1500, 1590, 1605 см^{-1} , а также поглощения в области обертонов и составных тонов (1700—1900 см^{-1}), которые характеризуют монозамещенное бензольное кольцо. В области валентных колебаний карбонильной группы обнаруживаются интенсивные полосы при 1660, 1690 см^{-1} . Первая частота относится к колебанию карбонильной группы в лактамном цикле, а вторая — к кетонной группе. Эти частоты находятся близко друг от друга и частично взаимно перекрываются.

Экспериментальная часть

3-Алкил-5-ацетил-N-бензилпирролидон. Смесь 0,03 моля α -алкил- γ -ацетилбутиролактона, 0,045 моля бензиламина и 3 мл метанола нагревают на водяной бане 10 минут при 40—50°. Затем нагревание продолжают еще 30 минут при перемешивании и под пониженным давлением (водоструйный насос); отгоняют воду и избыток бензиламина. Остаток растворяют в эфире, осадок (карбонат бензиламина) отфильтровывают и фильтрат после отгонки эфира перегоняют в вакууме (см. табл.).

ԱՎՏՈՆՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶ

XI. 3-ՏԵՂԱԿԱԼՎԱԾ-5-ԱՑԵՏԻԼ-N-ԲԵՆԶԻԼՊԻՐՐՈԼԻԴՈՆՆԵՐԻ ՍՅԱՑՈՒՄ

Մ. Գ. ԶԱԼԻՆՅԱՆ, Վ. Ս. ՀԱՐՈՒԹՅՈՒՆՅԱՆ, Օ. Հ. ՍԱՐԿԻՍՅԱՆ ԵՎ Մ. Տ. ԴԱՆԴՅԱՆ

Ա մ փ ո փ ո լ մ

Ուսումնասիրված է բենզիլամինի հետ α -տեղակալված- γ -ացետիլբուտիրալակտոնների փոխազդման ռեակցիան։ Հաստատված է, որ փոխազդման արդյունքում ստացվում են 3-տեղակալված-5-ացետիլ-N-բենզիլպիրրոլիդոններ։ Պիրոլիդոնների ելքերը բարձր են լինում, երբ ռեակցիան կատարվում է մեթանոլի կատալիտիկ քանակների ներկայությամբ կամ ազոտի հոսանքում։

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. E. Walton, M. B. Green, Пат. США, 2,421,729; [С. А., 5550с (1947)].
2. M. Frekel, J. Knobler, Friedman-Ichudai Jaul, Israel, J. Chem., 1, 379 (1963); [РЖХим., 17 ж, 183 (1964)].