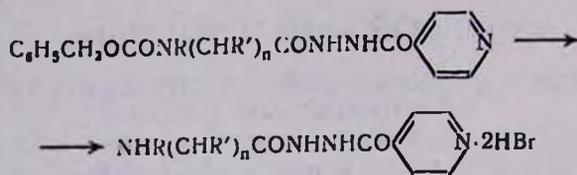




Из продуктов конденсации действием насыщенного раствора бромистого водорода в ледяной уксусной кислоте удалены карбобензоксигруппы и получены водорастворимые дигидробромиды (в случае лизина—тригидробромид) *N'*-аминоацильных производных гидразида изоникотиновой кислоты:



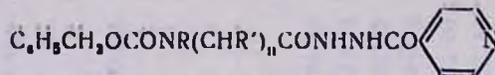
Чистоту полученных веществ проверяли ТСХ.

### Экспериментальная часть

*N'*-Карбобензоксиаминоацилтубазиды. К раствору 0,01 моля карбобензоксиаминоокислоты в 20 мл абс. ТГФ (в случае глицина и β-аланина еще 10 мл диметилформамида) при перемешивании и 0—2° прибавлено 0,01 моля триэтиламина в 5 мл ТГФ, затем в течение 10 мин. раствор 0,01 моля метилового эфира хлоругольной кислоты в 5 мл ТГФ. После 30 мин. перемешивания и прибавления эквимольного количества раствора тубазиды в смеси 100 мл ТГФ и 25 мл диметилформамида смесь перемешивалась при указанной температуре еще 2 часа. На следующий день смесь была отфильтрована, растворитель удален в вакууме, к остатку добавлено 100 мл воды. После однодневного стояния в холодильнике, фильтрованием, промыванием осадка раствором соды, водой, высушиванием над  $\text{P}_2\text{O}_5$  и перекристаллизацией из абс. этилацетата получались продукты реакции. В случае DL-лейцина и S-бензил-L-цистеина выпавшее масло экстрагировалось этилацетатом, промывалось 10% раствором соды, водой и высушивалось над сернокислым натрием. После удаления растворителя остаток высушивался над пятиокисью фосфора (табл. 1).

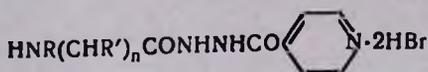
*Гидробромиды аминоксилтубазидов.* К *N'*-карбобензоксиаминоацилтубазиду прибавлялся насыщенный уксуснокислый раствор бромистого водорода (на 1 г вещества 20 мл раствора). Смесь оставялась при комнатной температуре до прекращения выделения двуокиси углерода (0,5—1 час). Затем к полученному раствору прибавлялось 3—6-кратное количество абс. эфира, выпавший осадок фильтровался, многократно промывался абс. эфиром, перекристаллизовывался из абс. этилацетата и высушивался в вакуум-эксикаторе над КОН (табл. 2).

Таблица 1



R	R'	n	Конфигурация аминокислоты	Выход, %	Т. пл., °C	R <sub>f</sub>	А н а л и з, %							
							най д е н о				в ы ч и с л е н о			
							C	H	N	S	C	H	N	S
H	H	1	—	70,4	155—156	0,84	59,05	5,20	16,45	—	58,53	4,87	17,07	—
H	CH <sub>3</sub>	1	DL	52,0	125—126	0,82	59,58	5,58	15,87	—	59,64	5,26	16,34	—
H	<i>изо</i> -C <sub>2</sub> H <sub>7</sub>	1	DL	73,0	171—172	0,82	61,79	6,10	14,88	—	61,62	5,94	15,13	—
H	<i>изо</i> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1	DL	59,2	156—157	0,87	62,46	6,10	14,10	—	62,50	6,25	14,58	—
H	<i>н</i> -C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1	DL	47,4	134—135	0,81	62,11	6,70	14,52	—	62,50	6,25	14,58	—
CH <sub>3</sub>	H	1	—	46,0	117—118	0,82	59,02	5,40	15,87	—	59,64	5,26	16,34	—
H	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub>	1	L	71,6	118—120	0,84	65,65	5,25	12,80	—	65,86	5,51	13,36	—
H	H	2	—	65,2	167—168	0,84	59,50	5,80	15,81	—	59,64	5,26	16,34	—
H	H	3	—	40,0	141—142	0,83	—	—	15,23	—	—	—	15,72	—
H	H	5	—	76,8	121—122	0,85	—	—	14,69	—	—	—	14,58	—
H	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> SCH <sub>3</sub>	1	L	68,6	181—182	0,77	—	—	11,97	7,57	—	—	12,07	6,89
H	CH <sub>3</sub> S(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	1	L	49,2	110—111	0,78	56,66	5,83	13,53	7,49	56,71	5,47	13,93	7,96
H	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> OCONH(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub>	1	L	67,9	138—139	0,80	—	—	13,08	—	—	—	13,13	—

\* Силикагель — гипс, *n*-пропанол — вода, 7:3.



R	R'	n	Конфигурация аминокислоты	Выход, %	T. пл., °C	R <sub>f</sub> *	Br, %	
							найденно	вычислено
H	H	1	—	35,0	227—228	0,40	44,31	44,94
H	CH <sub>3</sub>	1	DL	92,4	248—249	0,38	42,66	43,24
H	изо-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	1	DL	91,5	164—165	0,50	40,51	40,20
H	изо-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1	DL	94,0	226—227	0,62	38,60	38,83
H	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	1	DL	88,1	230—231	0,58	38,68	38,83
CH <sub>3</sub>	H	1	—	74,2	161—162	0,72	42,42	43,24
H	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub>	1	L	84,6	210—211	0,72	36,55	35,87
H	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> SCH <sub>2</sub>	1	L	63,5	225—226	0,83	32,17	32,52
H	CH <sub>3</sub> S(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	1	L	67,5	222—223	0,64	37,59	37,20
H	H	2	—	89,1	242—243	0,88	43,58	43,24
H	H	3	—	91,4	201—202	0,88	41,41	41,66
H	H	5	—	91,3	171—172	0,85	38,40	38,83
H	(CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> NH <sub>2</sub> ·HBr	1	L	70,6	195—196	0,82	48,12	47,24

\* См. примечание в табл. 1.

### ԱՄԻՆԱԲՔՈՒՆԵՐ ԵՎ ՊԵՊՏԻՆՆԵՐ

VIII. ԻՋՈՆԻԿՈՏԻՆԱԲՔՎԻ ՀԻՌԻԱԶԻԻՆ N'-ԱՄԻՆԱԲՔՎԱՅԻՆ ԱԾԱՆՑՅԱԿՆԵՐԻ ՄԻՆԲԵԶ

#### 8. Ե. ԱՂԱԶԱՆՑԱՆ Ե Ա. Հ. ՄԱՏԱՆՑԱՆ

Սինթեզված են իզոնիկոտինաթթվի հիդրազիդի N-ամինաթթվային (դլիցին, DL-ալանին, DL-վալին, DL-լեյցին, DL-նորլեյցին, L-ֆենիլալանին S-բենզիլ-L-ցիստեին, L-լիզին, β-ալանին, γ-ամինակարագաթթու, E-ամինակարագաթթու, սարկոզին) ածանցյալների հիդրոբրոմիդները՝ համապատասխան կարբոբենզոքսի ածանցյալներից բրոմաջրածնի քաղախաթթվավական լուծույթով կարբոբենզոքսի խմբերը հեռացնելով, վերջիններս իրենց հերթին ստացված են խառն անհիդրիդների եղանակով՝ կարբոբենզոքսիամինաթթուների և իզոնիկոտինաթթվի հիդրազիդի փոխազդմամբ:

### AMINOACIDS AND PEPTIDES

#### VIII. SYNTHESSES OF N'-AMINOACID DERIVATIVES OF HYDRAZIDE OF ISONICOTINIC ACID

Ts. Ye. AGHAJANIAN and A. H. MATANIAN

Hydrobromides of N'-aminoacid (glycine, DL-alanine, DL-valine, DL-leucine, DL-norleucine, L-phenylalamine, S-benzyl-L-cysteine, L-ly-

sine,  $\beta$ -alanine,  $\gamma$ -aminobutyric acid,  $\epsilon$ -aminocaproic acid, sarcosine) derivatives of hydrazide of isonicotinic acid have been synthesized for the purpose of studying their tuberculostatic activity.

#### Л И Т Е Р А Т У Р А

А. Ц. Е. Агаджанян, С. Г. Карагезян, В. Г. Сарафян, Арм. хим. ж., 27, 244 (1974).