

Химия

УДК 547.756

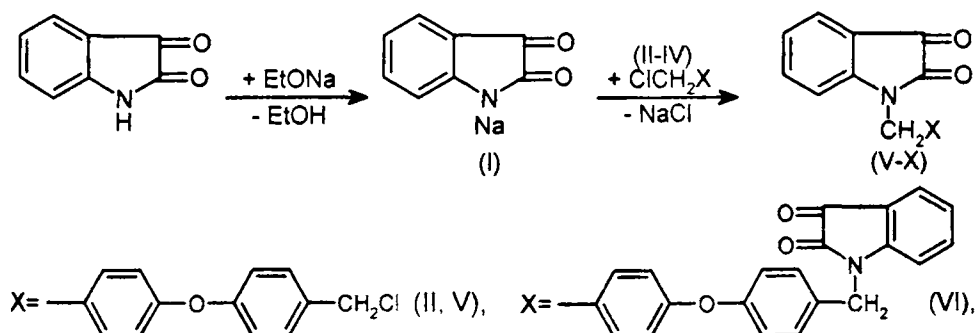
Յ.Դ. ՄԵՏՐՈՅԱՆ, Ա.Ա. ԱՎԵՏԻՍՅԱՆ, Ա.Տ. ԳԱԼՏՅԱՆ, Մ.Դ. ՏԱՐԿԻՍՅԱՆ

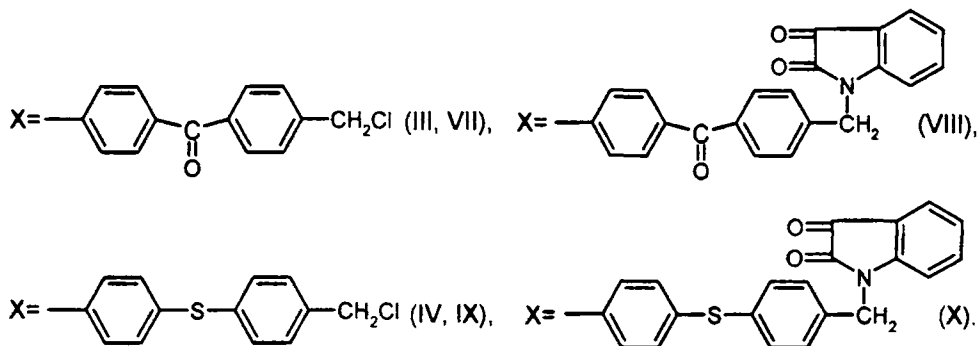
СИНТЕЗ НОВЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДНЫХ ИЗАТИНА

В результате взаимодействия натриевой соли изатина (I) с 4,4'-ди-(хлор-метил)дифенил-эфиром (II), 4,4'-ди-(хлорметил)дифенилкетон (III), 4,4'-ди-(хлорметил)дифенилтиозфиром (IV) получены соответствующие N-замещенные изатина: 4-(N-изатинометил)-4'-хлорметил-дифенилэфир (V), 4,4'-бис-(N-изатинометил)дифенилэфир (VI), 4-(N-изатинометил)-4'-хлор-метил-дифенилкетон (VII), 4,4'-бис-(N-изатинометил)дифенилкетон (VIII), 4-(N-изатино-метил)-4'-хлорметилдифенилтиозфир (IX), 4,4'-бис-(N-изатиноме-тил)дифенилтиозфир (X), структура которых установлена на основании спектральных данных.

В продолжение исследований в области химии изатина [1, 2] осуществлен синтез его новых N-замещенных производных. Установлено, что при взаимодействии изатина в виде его натриевой соли с различными дигалоген-производными ароматического ряда при мольном соотношении реагентов 2:1 в диметилформамиде (ДМФ) образуются соединения V-X (см. аннотацию).

При взаимодействии II-IV с натриевой солью изатина (I) [3] образуются моно- (V, VII, IX) и дипроизводные (VI, VIII, X) изатина:





Экспериментальная часть. ИК-спектры продуктов сняты на спектрофотометре "75IR", спектры ЯМР ^1H – на спектрометре "Mercury-300 Varian" с рабочей частотой 300 МГц в диметилсульфоксиде (ДМСО), внутренний стандарт – ГМДС. Чистоту полученных соединений контролировали методом ТСХ на пластинках "Silufol UV-254"; элюент – гексан : хлороформ : ацетон; проявление парами йода.

4-(N-изатинометил)-4'-хлорметилдифенилэфир V. К раствору 10 ммоль изатина в виде натриевой соли (I), растворенной в 20 мл абсолютного ДМФ, добавляли 5 ммоль II. Смесь оставляли на один день при комнатной температуре, затем отфильтровывали для удаления хлористого натрия. После удаления ДМФ из фильтрата вакуумной перегонкой к массе добавляли этиловый спирт и отфильтровывали ее. Осадок представляет собой *соединение V*, которое растворяется в ДМФ, ацетоне, хлороформе, диоксане, не растворяется в воде, диэтиловом эфире, гексане, этаноле (табл. 1, 2).

Таблица 1

Выходы, температуры плавления, данные ТСХ и элементного анализа производных изатина (V-X)

Соединение	Выход, %	Т. пл., °C	R _f	Компоненты в элюенте, мл			Найдено, %			Брутто-формула	Вычислено, %		
				гексан	хлороформ	ацетон	С	Н	N		С	Н	N
V	72	92-95	0,55	0,9	1	1	69,93	4,24	3,71	C ₂₂ H ₁₆ NO ₃ Cl	70,05	3,97	3,30
VI	21	200-201	0,52	0,9	1	1	73,77	4,09	5,73	C ₃₀ H ₂₀ N ₂ O ₅	73,61	4,19	5,93
VII	39	132-135	0,50	0,5	1	1	70,86	4,11	3,59	C ₂₃ H ₁₆ NO ₃ Cl	70,69	4,03	3,65
VIII	27	159-161	0,48	0,6	1	1	74,40	4,00	5,60	C ₃₁ H ₂₀ N ₂ O ₅	74,31	4,09	5,71
IX	40	122-123	0,55	1,3	1	1	67,09	4,07	3,56	C ₂₂ H ₁₆ NO ₃ SCl	66,91	3,90	3,19
X	25	200	0,55	1	1	1	71,43	3,97	5,55	C ₃₀ H ₂₀ N ₂ O ₄ S	71,09	3,61	5,71

После удаления спирта из спиртового раствора к остатку добавляется хлороформ, осаждаются кристаллы *соединения VI*, которое растворяется в этаноле, ДМФ, ацетоне, диоксане, не растворяется в воде, диэтиловом эфире,

гексане, хлороформе (табл. 1, 2).

Аналогично V получено *соединение VII*. Соединение VII – кристаллическое вещество красно-коричного цвета; растворяется в ацетоне, хлороформе, диоксане, ДМСО, не растворяется в воде, диэтиловом эфире, гексане (табл. 1, 2).

Таблица 2

Спектры ИК и ЯМР ^1H синтезированных соединений

Соединение	ИК-спектр: ν , см^{-1}	Спектр ЯМР ^1H : δ , м.д.
V	1600 (аром.); 1715, 1725 (C=O)	7,0–8,0 м (12 H, аром.); 4,5 с (2 H, CH_2Cl); 4,6 с (2 H, NCH_2)
VI	1605 (аром.); 1730 (C=O)	7,0–7,9 м (16 H, аром.); 4,6 с (4 H, NCH_2)
VII	1605 (аром.); 1670, 1740 (C=O)	7,0–8,0 м (12 H, аром.); 4,5 с (2 H, CH_2Cl); 4,6 с (2 H, NCH_2)
VIII	1600 (аром.); 1675, 1735 (C=O)	7,0–7,9 м (16 H, аром.); 4,6с (4 H, NCH_2)
IX	1610 (аром.); 1730 (C=O)	7,0–8,0 м (12 H, аром.); 4,5 с (2 H, CH_2Cl); 4,6 с (2 H, NCH_2)
X	1605 (аром.); 1740 (C=O)	7,0–7,9 м (16 H, аром.); 4,6 с (4 H, NCH_2)

Из реакционной среды аналогично VI выделено *соединение VIII*, которое растворяется в ацетоне, ДМФ, ДМСО, диоксане, не растворяется в воде, хлороформе, диэтиловом эфире, гексане (табл. 1, 2).

Аналогично V получено *соединение IX*. Соединение IX (кристаллы морковного цвета) растворяется в ацетоне, ДМФ, ДМСО, диоксане, хлороформе, не растворяется в воде, этаноле, диэтиловом эфире, гексане (табл. 1, 2).

Из реакционной среды аналогично VI выделены кристаллы *соединения X* темно-оранжевого цвета, растворимые в этаноле, ацетоне, ДМФ, ДМСО, диоксане, не растворимые в воде, хлороформе, диэтиловом эфире, гексане (табл. 1, 2).

Кафедра органической химии

Поступила 13.02.2003

E-mail: mag-union@yahoo.com

ЛИТЕРАТУРА

1. Месропян Э.Г., Мартиросян Э.В., Амбарцумян Г.Б., Галоян К.А., Аветисян А.А. – Арм. хим. ж., 1989. т. 42, № 4, с. 264–266.
2. Месропян Э.Г., Амбарцумян Г.Б., Аветисян А.А., Саркисян М.Г., Амазаспян Г.С. – ЖОрХ, 2001, т. 37, вып.10, с. 1545–1546.
3. Томчин А.Б., Дмित्रуха В.С. – ЖОрХ, 1975, т. 11, с. 184.

ԻԶԱՏԻՆԻ ՆՈՐ ԱՐՈՄԱՏԻԿ ԱԾԱՆՑՅԱԼՆԵՐԻ ՍԻՆԹԵԶ

Ամփոփում

Իզատինի նատրիումական աղի (I) և արոմատիկ դիհալոգեն ածանցյալների (II–IV) փոխազդեցությունից սինթեզվել են 4-(N-իզատինոմեթիլ)-4'-քլորմեթիլ-դիֆենիլէթեր (V), 4,4'-բիս-(N-իզատինոմեթիլ)-դիֆենիլէթեր (VI), 4-(N-իզատինոմեթիլ)-4'-քլորմեթիլդիֆենիլկետոն (VII), 4,4'-բիս-(N-իզատինոմեթիլ)-դիֆենիլկետոն (VIII), 4-(N-իզատինոմեթիլ)-4'-քլորմեթիլդիֆենիլթիոէթեր (IX), 4,4'-բիս-(N-իզատինոմեթիլ)-դիֆենիլթիոէթեր (X):

E.G. MESROPYAN, A.A. AVETISYAN, A.S. GALSTYAN, M.G. SARGSYAN

SYNTHESIS OF NEW AROMATIC DERIVATIVES OF ISATIN

Summary

N-Derivatives of isatin have been synthesised by interaction of its sodium salt (I) with various dihalogencontaining compounds (II–IV). 4-(N-isatinomethyl)-4'-chlormethyl-diphenylether (V), 4,4'-bis-(N-isatinomethyl)-diphenylether (VI), 4-(N-isatinomethyl)-4'-chlormethyl-diphenylketone (VII), 4,4'-bis-(N-isatinomethyl)-diphenylketone (VIII), 4-(N-isatinomethyl)-4'-chlormethyl-diphenylthioether (V), 4,4'-bis-(N-isatinomethyl)-diphenylthioether (VI) have been obtained.