

一类咪唑啉类化合物的合成及红外光谱分析

胡军福^①

(鄖阳师范专科学校化学系 湖北省丹江口市师专路 1 号 442700)

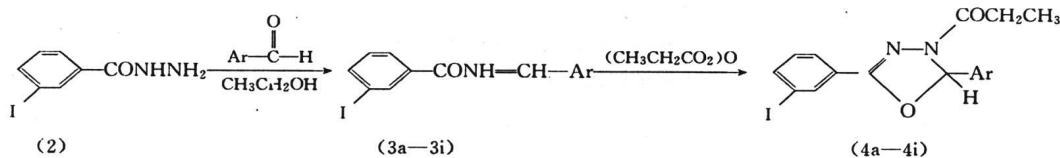
摘要 以 3-碘苯甲酸为原料, 在浓硫酸作用下, 与乙醇反应制得 3-碘苯甲酸乙酯 (1), 再与 80% 的水合肼反应制得 3-碘苯甲酰肼 (2)。然后将化合物 (2) 分别与 4-甲基苯甲醛、2-氯苯甲醛、4-氯苯甲醛、4-羟基苯甲醛、2,4-二氯苯甲醛、4-甲氧基苯甲醛、3-硝基苯甲醛、4-硝基苯甲醛、4-二甲氨基苯甲醛反应得到相应的酰肼 (3a—3i)。最后 (3a—3i) 分别与丙酸酐脱水环化成了 3-*N*-丙酰基-2-芳基-5-(3-碘苯基)-1,3,4-咪唑啉类化合物 (4a—4i), 通过红外光谱对该类化合物进行光谱分析。

关键词 3-碘苯甲酰肼; 3-*N*-丙酰基-2-芳基-5-(3-碘苯基)-1,3,4-咪唑啉; 合成; 红外光谱

中图分类号: O657.33; O626.24 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-8138(2011)01-0052-03

1 引言

咪唑啉类化合物是重要的杂化族化合物, 在农药化学和医药化学中应用极其广泛。在现有的文献中已报道的大多是 3-*N*-乙酰基-1,3,4-咪唑啉类化合物的合成, 而 3-*N*-丙酰基-1,3,4-咪唑啉类化合物的合成却很少见。为了深入研究同一分子中聚集不同骨架杂环化合物的合成以及开发新型高效、低毒的药物, 以 3-碘苯甲酸为起始原料设计合成 9 种 3-*N*-丙酰基-2-芳基-5-(3-碘苯基)-1,3,4-咪唑啉类化合物, 期望获得具有新的生物活性的化合物, 其合成路线如下:



其中: a: Ar = ; b: Ar = ; c: Ar = ; d: Ar = ;
 e: Ar = ; f: Ar = ; g: Ar = ; h: Ar = ;
 i: Ar = ; 2-3-碘苯甲酰肼。

2 实验部分

2.1 主要仪器及试剂

Impact-420 型傅里叶红外光谱仪(美国尼高立公司)。

① 联系人, 电话: (0719) 5252432; 手机: (0) 13971932550; E-mail: hujunfu2004@21cn.com

作者简介: 胡军福(1964—), 男, 湖北省武穴市人, 硕士, 主要从事有机药物合成和药物电分析工作。

收稿日期: 2010-03-16; 接受日期: 2010-04-08

3-碘苯甲酸乙酯(1)和 3-碘苯甲酰肼(2)参照文献[1]合成; 3-碘苯甲酰肼化合物(3a—3i)参照文献[2]合成; 其余试剂均为分析纯(天津化学试剂厂和北京化学试剂厂)。实验用水均为二次蒸馏水。

2.2 化合物 4a—4i 的合成

在 100mL 圆底烧瓶中加入 5mmol 3a, 25mL(195mmol)丙酸酐, 加热回流, 薄层色谱(TLC)跟踪反应进程, 反应完成后, 冷却至室温, 将反应液倒入 250mL 的冰水中, 搅拌 1.0h, 抽滤, 每次用 100mL 二次蒸馏水洗涤, 洗涤 3 次, 抽滤, 用无水乙醇重结晶, 干燥, 得纯品 4a。用类似的方法合成 4b—4i。

3 结果与讨论

3.1 合成

3-碘苯甲酰肼与含有吸电子基团的芳醛反应很快, 90—95℃回流 9—10h 就可反应完全得到相应的酰肼, 与含有给电子基团的芳醛需回流 11—14h 得到相应的酰肼; 相应的酰肼(3a—3i)与过量的丙酸酐环合, TLC 跟踪反应进程, 1.5—2.0h 即可进行完全。

3.2 3-N-丙酰基-2-芳基-5-(3-碘苯基)-1,3,4-咪唑啉类化合物的波谱特征

在化合物 4a—4i 的 IR 谱中(见表 1), 波数在 3075cm^{-1} 左右的弱吸收为苯环 C—H 伸缩振动, 芳环的骨架振动吸收出现在 $1600—1450\text{cm}^{-1}$ 范围内, 1720cm^{-1} 左右的吸收峰为 3 位丙酰基中的羰基吸收峰, 与正常的酰氨基羰基吸收峰 1685cm^{-1} 比较, 吸收峰向高波数偏移, 这可能是由于丙酰基与 N 原子不能共平面所引起的, $\nu_{\text{C}=\text{N}}$ 出现在 1630cm^{-1} 附近, $1240, 1080\text{cm}^{-1}$ 附近为 $\nu_{\text{N}-\text{N}=\text{C}}$ 和 $\nu_{\text{C}-\text{O}-\text{C}}$ 。

表 1 化合物 4a—4i 的红外光谱数据

化合物	分子式	IR(KBr), νcm^{-1}			
		$\nu_{\text{C}=\text{O}}$	$\nu_{\text{C}=\text{N}}$	$\nu_{\text{N}-\text{N}=\text{C}}$	$\nu_{\text{C}-\text{O}-\text{C}}$
4a	$\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}_2\text{I}$	1729	1630	1259	1089
4b	$\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_2\text{ClI}$	1722	1628	1277	1084
4c	$\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_2\text{ClI}$	1725	1627	1265	1091
4d	$\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{O}_3\text{N}_2\text{I}$	1724	1634	1264	1082
4e	$\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}_2\text{Cl}_2\text{I}$	1721	1634	1273	1089
4f	$\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{O}_3\text{N}_2\text{I}$	1721	1634	1263	1087
4g	$\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_4\text{N}_3\text{I}$	1721	1632	1270	1089
4h	$\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_4\text{N}_3\text{I}$	1720	1631	1287	1087
4i	$\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{N}_3\text{I}$	1725	1631	1280	1083

4 结论

该方法简单、可靠、产率高, 是合成 3-N-丙酰基-2-芳基-5-(3-碘苯基)-1,3,4-咪唑啉类化合物较为理想的方法。

参考文献

- [1] 李德江, 葛正红. 2-(4-氯苯氧基)-5-芳基-1,3,4-咪唑啉类化合物的合成[J]. 精细化工, 2005, 22(3): 60—63.
 [2] 李德江, 黄明权, 葛正红. 3-N-乙酰基-2-芳基-5-(4-硝基苯基)-1,3,4-咪唑啉类化合物的合成与结构表征[J]. 精细化工, 2005, 22(4): 77—80.

Synthesis and IR Spectroanalysis of Oxadiazolines Compounds

HU Jun-Fu

(Department of Chemistry, Yunyang Normal College, Danjiangkou, Hubei 442700, P. R. China)

Abstract Ethyl 3-iodobenzoate (1) was prepared by reaction of 3-iodobenzoic acid with anhydrous ethanol in sulfuric acid. Then this compound reacted with 80% hydrazine hydrate to get 3-iodobenzoylhydrazine (2). And then the reaction of compound (2) with 4-methylbenzaldehyde, 2-chlorobenzaldehyde, 4-chlorobenzaldehyde, 4-hydroxybenzaldehyde, 2, 4-dichlorobenzaldehyde, 4-methoxybenzaldehyde, 3-nitrobenzaldehyde, 4-nitrobenzaldehyde and dimethylaminobenzaldehyde respectively produced corresponding hydrazones (3a-3i). Then 3a-3i respectively cyclodehydrated with propanoic anhydride to afford 3-N-propanoyl-2-aryl-5-(3-iodophenyl)-1, 3, 4-oxadiazolines (4a-4i), structures of 4a-4i were confirmed by IR spectroscopy.

Key words 3-Iodobenzoylhydrazones; 3-N-Propanoyl-2-Aryl-5-(3-Iodophenyl)-1, 3, 4-Oxadiazolines; Synthesis; IR Spectroscopy

欢迎您投稿 “高效、保质、宽容”的中文核心期刊 《光谱实验室》

这是您的发明、发现获得“优先权”的可靠保障!

发表周期多数(50% - 75%)为5—9个月,

少数(20% - 45%)为1—5个月,极少数(0-7%)为15—30天

及时发表科技论文,是尽早实现其社会效益的前提,也是作者创造性劳动得到尊重、为在世界上取得“优先权”的保障,因为发明、发现的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此,本刊把尽快发表作者的论文,视为自己的神圣职责。

确保论文质量是论文早日发表的条件。作者发表论文总是要反映自己在工作中有所发明、有所发现和有所创造的成绩,而不是去暴露自身的“缺欠”和“毛病”,换言之,作者发表论文总是要为自己“争光”,而不是让自己“蒙羞”。因此,作者投稿之前,除了自己要反复检查外,一定要多请您周围的同事、专家挑“毛病”,把“毛病”消灭在投稿之前,再投本刊才能发表得快。如果本刊挑出毛病,再请作者修改,反复“折腾”,不仅消耗双方精力,而且必然延长发表时间。保证质量的基本要求就是论文要做到“齐、清、定”。“齐”即文字、表格、图片等齐全,并符合本刊《投稿须知》的各项要求;“清”即文字、图片打印清楚,不得有模糊不清的图片(包括上面的文字和数字);若有彩色图片及彩色曲线,请转化为清晰的黑白图片和黑色曲线,并清除图片和曲线上的背景,便于排版和复制;“定”即做到稿件内容(文字、表格、图片等)完整,无需再作增删修改。

来稿请用 Word 排版,用电子邮件发到本部电子信箱(E-mail: gpsys@263.net)。

本刊收到作者来稿后,都会在3日(遇公休日顺延)内发出“收稿通知”。因此,作者发送稿件后7日以上都没有消息,一定要及时来电查询。

一篇论文出版,常常需要反复沟通“作者→编辑部→审者→编辑部→作者”之间的联系,其中与作者的联系是最重要的一环,一旦脱节,必然中断编辑过程。因此作者来稿时,务必将联系人的正确的姓名和详细地址、办公室电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部,以便能与您及时联系。否则,由此而产生的不良后果由作者自己负责。

本刊发表论文的宗旨是学术交流,提倡“高效、保质、宽容”精神,而不是应付“评职称”、“拿文凭”等。

《光谱实验室》编辑部