

Характеристики синтезированных соединений

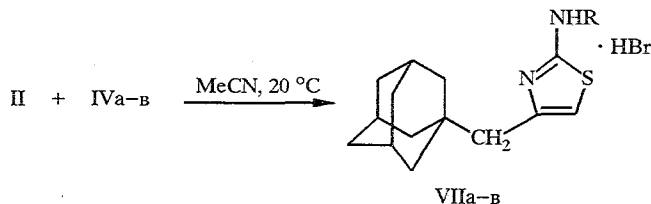
Соединение	Брутто-формула	$T_{пл}, ^\circ C^*$	R_f^{*2}	ИК спектр, см-1	Выход, %
Va	C ₁₄ H ₂₀ N ₂ O	291...293	0,193	2890, 2840, 3350, 1680	23
Vб	C ₂₀ H ₂₄ N ₂ O	304...306	0,343	2890, 2840, 3400, 1680	59
Vв	C ₁₆ H ₂₂ N ₂ O ₂	303...305	0,781	2900, 2850, 3400, 1700	49
VIa	C ₁₄ H ₂₀ N ₂ S	91...92	0,113	2900, 2850, 3400, 1510, 1180	19
VIб	C ₂₀ H ₂₄ N ₂ S	78...80	0,484	2890, 2840, 3400, 1510	25
VIв	C ₁₆ H ₂₂ N ₂ OS	141...143	0,322	2900, 2850, 3320, 1710, 1490	78
VIIa	C ₁₄ H ₂₁ N ₂ SBr	167...168	0,433	2890, 2840, 3390, 1580	84
VIIб	C ₂₀ H ₂₅ N ₂ SBr	224...225	0,157	2900, 2850, 3400, 1600	60
VIIв	C ₁₆ H ₂₃ N ₂ OSBr	178...179	0,174	2910, 2860, 3350, 1700, 1590	98

* Соединения IIIa—в и IVв перекристаллизованы из спирта, IVб,в — из хлороформа.
*2 Элюент ацетон—CCl₄, 1 : 4, в случае соединения IIIв — спирт.

Следует отметить более низкие выходы соединений Va,в и VIa по сравнению с приведенными в работе [4] выходами их гомологов, не содержащих метиленовое звено между остатком адамантана и гетероциклом.

Известно, что использование в реакции с мочевиной вместо галогенкетона соответствующего аминокетона позволяет повысить выход продукта имидазолинона-2 [12]. Однако при взаимодействии соединения II с аминами наблюдалось лишь сильное его осмоление и получить необходимые аминокетоны нам не удалось.

Реакция кетона II с тиомочевинами IVa—в в ацетонитриле при 20 °C приводит к бромгидратам 2-(R-амино)-4-(адамантил-1-метилен)тиазолов (VIIa—в) с выходами 60...98%, которые сопоставимы с выходами полученных аналогично 2-(R-амино)-4-(адамантил-1)тиазолов (см. [5]).



Таким образом, полученные результаты и приведенные литературные данные позволяют предположить, что при высокой температуре выходы продуктов рассматриваемой реакции определяются наличием в кетоне II метиленовой группы (связанными с ней побочными процессами) и характером заместителя в мочеvine или тиомочевине.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Контроль за ходом реакции и оценку индивидуальности веществ проводили с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254. ИК спектры снимали на приборах Specord M-80 и ИКС-22 в тонкой пленке и в таблетках KBr.

Основные характеристики полученных соединений приведены в таблице.

N-R-4-(Адамантил-1-метилен)имидазолиноны-2 (Va—в) и N-R-4-(адамантил-1-метилен)имидазол-2-тионы (VIa—в). Смесь 0,5 г (1,8 ммоль) кетона II, 10,8 моль мочевины III или тиомочевины IV и 0,14 г (3,6 ммоль) K₂CO₃ кипятят в 15 мл этиленгликоля 3 ч. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой, осадок продукта отфильтровывают, промывают эфиром и перекристаллизовывают.

Гидробромиды N-R-4-(адамантил-1-метилеи)-2-аминотиазолов (VIIa—в). К раствору 2,7 ммоль тиомочевинь IV в 5 мл ацетонитрила при комнатной температуре и перемешивании прибавляют раствор 0,5 г (1,8 ммоль) галогенкетона II в 5 мл ацетонитрила. Через 10...30 мин выпавший осадок продукта отфильтровывают и промывают этилацетатом.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Li Chau-der, Mella Sharon L., Sartorelli A. C.* // J. Med. Chem. — 1981. — Vol. 24. — P. 1089.
2. *Лозанова X., Калчева В., Симова Д.* // ХГС. — 1988. — № 10. — С. 1362.
3. *Абрамова Н. Д., Тржинцинская Б. В.* // ХГС. — 1988. — № 12. — С. 1587.
4. *Макарова Н. В., Земцова М. Н., Моисеев И. К.* // ХГС. — 1994. — № 2. — С. 249.
5. *Степанов Ф. Н., Исаев С. Д.* // ЖОрХ. — 1970. — Т. 6. — С. 1189.
6. *Sasaki Tadashi* // Bull. Chem. Soc. Jap. — 1969. — Vol. 42. — P. 1617.
7. *Литвинов В. П., Дермугин В. С., Шведов В. И.* // Изв. АН СССР. Сер. хим. — 1985. — № 8. — С. 1858.
8. *Cho Jassock, Kim Kyongtae* // J. Chem. Нем. — 1992. — Vol. 29. — P. 1433.
9. *Макарова Н. В., Земцова М. Н., Моисеев И. К.* // ХГС. — 1993. — № 11. — С. 1580.
10. *Исаев С. Д., Романов Н. И., Сахно В. А.* // Вестн. Киев. политехн. ин-та. Хим. машиностр. и технол. — 1985. — № 22. — С. 6.
11. *Степанов Ф. Н., Исаев С. Д.* // ЖОрХ. — 1970. — Т. 6. — С. 1195.
12. *Завьялов С. Д., Дорофеева О. В.* // Изв. АН СССР. Сер. хим. — 1989. — № 1. — С. 140.

Самарский государственный технический
университет, Самара 443010

Поступило в редакцию 14.01.94