

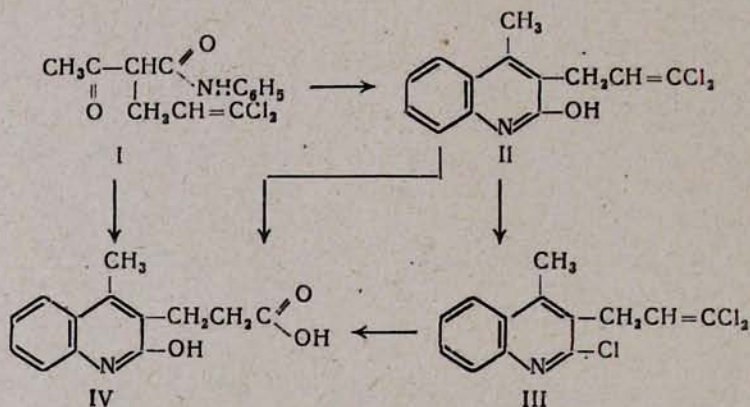
СИНТЕЗ β-(2-ОКСИ-4-МЕТИЛ-3-ХИНОЛИЛ)-
 ПРОПИОНОВОЙ КИСЛОТЫ

И. Л. АЛЕКСАНЯН и Л. В. ГЮЛЬБУДАГЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 23 XI 1978

Предложен новый путь синтеза β-(2-окси-4-метил-3-хинолил)пропио-
 новой кислоты (IV) [1] сернокислотным гидролизом 2-окси-3-(3,3-ди-
 хлораллил)-4-метилхинолина II, полученного циклизацией анилада
 α-(3,3-дихлораллил)ацетоуксусной кислоты (I) в полифосфорной кис-
 лоте (ПФК). Указанная кислота (IV) получается и при нагревании 2-
 хлор-3-(3,3-дихлораллил)-4-метилхинолина (III), а также анилада (I)
 в серной кислоте. При этом происходит циклизация с образованием (II),
 который в результате сернокислотного гидролиза превращается в (IV).



Экспериментальная часть

Анилад α-(3,3-дихлораллил)ацетоуксусной кислоты (I). К раствору
 этилата натрия (2,3 г натрия и 100 мл абс. этанола) добавляют 17,7 г
 (0,1 моля) анилада ацетоуксусной кислоты. Через 10 мин. прибавляют
 14,5 г (0,1 моля) 1,1,3-трихлорпропена-1 и нагревают на водяной бане
 4 часа. Спирт отгоняют, к остатку добавляют 100 мл воды и экстраги-
 руют хлороформом. После удаления хлороформа осадок перекристалли-

зовывают из 50% спирта или циклогексана. Выход анилида α -(3,3-дихлораллил)ацетоуксусной кислоты 21,7 г (78%), т. пл. 103°. Найдено %: Cl 25,01; N 4,87. $C_{13}H_{13}NO_2Cl$. Вычислено %: Cl 24,83, N 4,90.

2-Окси-3-(3,3-дихлораллил)-4-метилхинолин (II). Смесь 14,3 г (0,05 моля) анилида I и 30 г ПФК нагревают на водяной бане при 60—70° 10 час. Реакционную смесь выливают на лед и через некоторое время отфильтровывают, осадок перекристаллизовывают из спирта. Выход 11,4 г (85%), т. пл. 212°. Найдено %: Cl 26,15. $C_{13}H_{11}NOCl_2$. Вычислено %: Cl 26,5.

2-Хлор-3-(3,3-дихлораллил)-4-метилхинолин (III). Смесь 50 мл хлорокиси фосфора и 13,9 г (0,05 моля) II нагревают на кипящей водяной бане около 4 час. Под уменьшенным давлением отгоняют хлорокись фосфора, к остатку прибавляют 100 г толченого льда и оставляют на ночь. После нейтрализации полученный продукт отфильтровывают и перекристаллизовывают из 50% спирта. Выход 11,5 г (80%), т. пл. 81°. Найдено %: Cl 36,95. $C_{13}H_{10}NCl_3$. Вычислено %: Cl 37,2.

3-(2-Окси-4-метил-3-хинолил)пропионовая кислота (IV). а). Смесь 2,68 г (0,01 моля) II и 25 мл конц. серной кислоты нагревают при 60° 0,5—1 час. Смесь выливают на 50 г толченого льда, отфильтровывают, осадок растворяют в разбавленной щелочи, щелочной раствор отфильтровывают и подкисляют соляной кислотой. Осадок отфильтровывают и перекристаллизовывают из спирта. Выход 1,8 г (78%), т. пл. 247°. Найдено %: N 6,34. $C_{13}H_{13}NO_3$. Вычислено %: N 6,5.

б). Смесь 2,8 г III нагревают с 25 мл конц. серной кислоты при 60° 1 час. Реакционную смесь обрабатывают аналогично предыдущему и получают кислоту IV с выходом 84%, т. пл. 247°.

в). Смесь 2,8 г анилида I и 25 мл серной кислоты нагревают на водяной бане при 60° 1,5 часа. Реакционную смесь обрабатывают аналогично предыдущему, выделяют кислоту IV. Выход количественный. При определении т. пл. смеси образцов кислоты IV, полученных в опытах а, б и в, депрессии не наблюдается, т. пл. совпадает с литературными данными [1].

ЛИТЕРАТУРА

1. V. T. Romakrisnanan, P. Syanmugam, Proc. Indian Acad. Sci., A55, 345 (1962); РЖХ, 13Ж221 (1963).