

# Synthese einiger Oxazolin-5-one

Von

S. K. Gandhi, C. S. Pande und R. K. Kaul

Chemistry Department, Allahabad University, Allahabad, Indien

(Eingegangen am 14. Juni 1966)

Oxazolin-5-one sind durch Umsetzung von Hippursäure mit Aldehyden leicht darstellbar und dienen als Ausgangsmaterial für die Synthese von  $\alpha$ -Ketosäuren, Arylessigsäuren, as-Triazinen<sup>1, 2</sup>, Chinolinen (Chinaldinen), Isochinolinen, Imidazolonen<sup>3, 4</sup>, Indolderivaten<sup>5</sup>, Hydraziden<sup>6</sup> und einigen anderen Substanzklassen mehr.

Die vorliegende Arbeit wurde mit dem Ziel ausgeführt, physiologisch aktive Substanzen zu gewinnen und den Einfluß verschiedener Substituenten auf die Wirkung zu untersuchen.

## Experimenteller Teil

### 2,4-Dichlorhippursäure

70 g 2,4-Dichlorbenzoylchlorid wurden tropfenweise und unter kräftigem Rühren zu einer eiskalten Lösung von 25 g Glycerin in 150 ml 20proz. NaOH zugesetzt, eine Zeit lang stehengelassen und dann mit HCl angesäuert. Die ausfallende 2,4-Dichlorhippursäure wurde abfiltriert und aus Wasser umkristallisiert. Ausb. 80%. Schmp. 158—159°.

### p-Methylhippursäure

Wurde nach der Methode von *Ellis* und *Walker*<sup>7</sup> hergestellt, o-Methylhippursäure nach *Bondi*<sup>8</sup>.

<sup>1</sup> H. R. Snyder, J. S. Buck, and W. S. Ide, Org. Synth., coll. vol. **2**, 333 (1943).

<sup>2</sup> K. F. Jenning, J. chem. Soc. **1957**, 1512.

<sup>3</sup> K. S. Narang, and J. N. Ray, J. chem. Soc. **1931**, 976.

<sup>4</sup> S. Sugawara, J. Pharm. Soc. Japan **55**, 224 (1935).

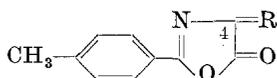
<sup>5</sup> P. Hill, and R. Robinson, J. chem. Soc. **1933**, 486.

<sup>6</sup> F. H. Stodola, J. Org. Chem. **13**, 757 (1948).

<sup>7</sup> S. Ellis and B. S. Walker. J. Biol. Chem. **142**, 291 (1942).

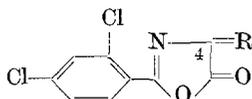
<sup>8</sup> S. Bondi, Z. Physiol. Chem. **52**, 172 (1907).

Tabelle 1. 2-p-Tolyl-oxazolin-5-one



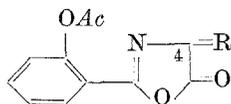
Aldehyd	R in Stellung 4	Schmp., °C Aussehen der Kristalle
Benzaldehyd	Benzyliden-	184—185 blaßgelb
o-Chlorbenzaldehyd	o-Chlorbenzyliden-	198—200 blaßgelb
Anisaldehyd	Anisyliden-	170—171 tiefgelb
m-Nitrobenzaldehyd	m-Nitrobenzyliden-	186—187 gelb
Veratrumaldehyd	Veratryliden-	162—163 gelb
p-Dimethylamino-benzaldehyd	p-Dimethylamino-benzyliden-	206—207 leuchtend rot
Piperonal	Piperonyliden-	176—178 gelb
Zimtaldehyd	Cinnamyliden-	155 orange
Furfurol	Furfuryliden-	146—148 tiefgelb

Tabelle 2. 2,4-Dichlorphenyl-oxazolin-5-one



Aldehyd	R in Stellung 4	Schmp., °C Aussehen der Kristalle
Benzaldehyd	Benzyliden-	146 blaßgelb
o-Chlorbenzaldehyd	o-Chlorobenzyliden-	186—187 leuchtend gelb
Anisaldehyd	Anisyliden-	190 leuchtend gelb
m-Nitrobenzaldehyd	m-Nitrobenzyliden-	217—218 gelb
Veratrumaldehyd	Veratryliden-	176 gelb
p-Dimethylamino-benzaldehyd	p-Dimethylamino-benzyliden-	230 leuchtend rot
Piperonal	Piperonyliden-	202 gelb
Zimtaldehyd	Cinnamyliden-	135 orange
Furfurol	Furfuryliden-	187 tiefgelb

Tabelle 3. 2-o-Acetophenyl-oxazolin-5-one



Aldehyd	R in Stellung 4	Schmp., °C Aussehen der Kristalle
Benzaldehyd	Benzyliden-	144 gelb
o-Chlorbenzaldehyd	o-Chlorbenzyliden-	168 gelb
Anisaldehyd	Anisyliden-	179—180 leuchtend gelb
m-Nitrobenzaldehyd	m-Nitrobenzyliden-	170 gelb
Veratrumaldehyd	Veratryliden-	197 gelb
p-Dimethylamino-benzaldehyd	p-Dimethylamino-benzyliden-	230 leuchtend rot
Piperonal	Piperonyliden-	180—181 leuchtend gelb
Zimtaldehyd	Cinnamyliden-	123—124 orange
Furfurol	Furfuryliden-	167—168 gelb

*2-(p-Tolyl)-4-benzyliden-oxazolin-5-on*

1,1 Mol p-Methylbenzoylglycerin, 1 Mol Benzaldehyd und 2 Mol  $Ac_2O$  wurden 45 Min. auf dem siedenden Wasserbad erhitzt. Beim Abkühlen kristallisierte das Oxazolinon aus, wurde abfiltriert und mit kaltem Äthylalkohol und heißem Wasser gewaschen. Gelbe Kristalle, Schmp. 184—185° (aus Benzol). In manchen Fällen wurde bis zu 90 Min. lang erhitzt.

In den obenstehenden Tabellen 1, 2 und 3 sind die durch Kondensation von p-Methylhippursäure, 2,4-Dichlorhippursäure und o-Hydroxyhippursäure mit acht verschiedenen aromatischen Aldehyden (und Furfurol) gewonnenen 4-arylidensubstituierten Oxazolidinone mit ihren Schmelzpunkten angeführt. Die Stickstoffanalysen aller Kondensationsprodukte entsprachen den Erwartungen.

<sup>9</sup> M. Crawford and W. T. Little, J. chem. Soc. **1959**, 729.

<sup>10</sup> M. Brenner, J. P. Zimmermann, J. Wehrmüller, P. Quitt, A. Hartmann, W. Schneider und V. Beglinger, Helv. Chim. Acta **40**, 1497 (1957).