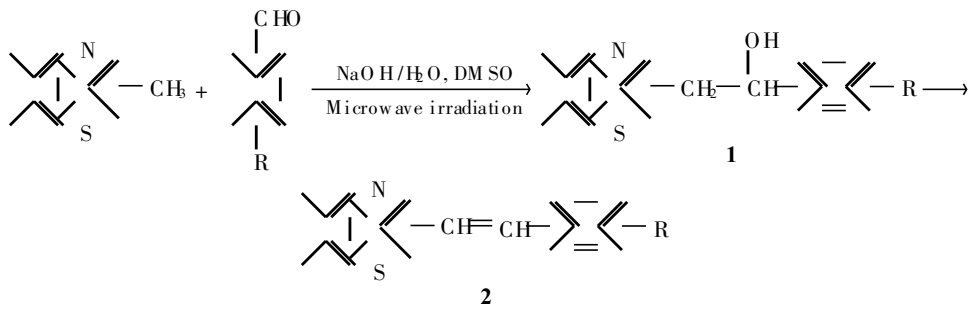


微波辐射法合成 2-(4 取代苯乙烯基) 苯并噻唑

叶楚平* 王念贵 贾慧琴 许想姣
(湖北大学化学与材料科学学院 武汉 430062)

关键词 甲基苯并噻唑,芳香醛,微波,合成
中图分类号: O626. 25 文献标识码: A 文章编号: 1000-05 18(2002) 10-1008-03

苯并噻唑及其衍生物具有很强的分子可极化率,对外场响应灵敏,光谱响应范围可以大幅度移向长波区,是一类重要的功能化合物。它在非线性光学^[1]、电致发光^[2,3]和光致变色材料^[4]等方面已得到重要应用。Dryanska^[5]报道了在酸或碱作催化剂的条件下,采用常规加热方法合成了 2-(4 取代苯乙烯基) 苯并噻唑。加热反应一般需要 2~ 24 h,收率也不很高(见表 1)。本文以 2-甲基苯并噻唑和 4 取代苯甲醛为原料,在碱催化条件下,应用微波辐射法合成了 7 种标题化合物,反应时间为 2~ 5 min,产率也有所提高



R 2a. H 2b. CH₃; 2c. OCH₃; 2d. F; 2e. Cl; 2f. Br; 2g. NO₂

2-甲基苯并噻唑、苯甲醛、4-甲基苯甲醛、4-甲氧基苯甲醛、4-氟代苯甲醛、4-氯代苯甲醛、4-溴代苯甲醛、4-硝基苯甲醛和二甲基亚砷(DMSO)均为分析纯。

Galanz W P900 型家用微波炉,频率 245 MHz;熔点用 IA 8013 型数字熔点仪测定。元素分析由 PE-240(型元素分析仪测定。IR 光谱用 Spectru One FT-IR 光谱仪, KBr 压片; UV 光谱由 λ-17 型紫外分光光度仪测定,四氢呋喃作溶剂; ¹H NMR 用 AC-80 型核磁共振仪, CDCl₃ 作溶剂, TMS 为内标。

2-(4 取代苯乙烯基) 苯并噻唑的合成参照文献 [5] 方法进行。取 5 mmol 2-甲基苯并噻唑、5 mmol 4 取代苯甲醛、5 mL 二甲基亚砷(DMSO)和 1.5 mL 50% 的 NaOH 溶液于小磨口锥型瓶中混合均匀后,置于微波炉中。用 153 W 功率微波辐射 2~ 5 min。待冷却后取出,将混合液倾入装有 50 mL 蒸馏水的烧杯中,搅拌,静置,抽滤,得粗产品。用无水乙醇重结晶得纯品。微波幅射对合成的影响见表 1。

表 1 微波幅射对合成反应的影响

Table 1 Comparison of synthesis results

Comp.	Common method ^[5]		Microw ave irradiation	
	Time /h	Yield %	Time /min	Yield %
2a	24	40	5. 0	46
2b	24	20	2. 5	50
2c	24	63	3. 0	80
2d	24	30	2. 0	48
2e	2	20	2. 5	66
2f	2	63	2. 5	93
2g	2	55	3. 0	30

2001-12-25 收稿, 2002-05-04 修回
湖北大学重点项目基金资助
通讯联系人: 叶楚平, 男, 1952 年生, 副教授; E-mail: ycp@ hubu. edu. cn; 研究方向: 教学和光致变色有机化合物

7个标题化合物的熔点及元素分析列于表 2

表 2 2-(4取代苯乙烯基)苯并噻唑化合物的熔点及元素分析结果
Table 2 Melting point and elemental analysis data of the title compounds

Comp.	Formula	Color	mp /℃	Elemental analysis(calcd.) /%		
				C	H	N
2a	C ₁₅ H ₁₁ N S	Yellow-orange	116~ 118	75. 67(75. 65)	4. 98(4. 99)	5. 86(5. 88)
2b	C ₁₆ H ₁₃ N S	Light-yellow	144~ 146	75. 90(75. 93)	5. 53(5. 55)	5. 51(5. 54)
2c	C ₁₆ H ₁₃ N SO	Orange	146~ 148	71. 59(71. 63)	5. 21(5. 24)	5. 20(5. 22)
2d	C ₁₅ H ₁₀ NSF	Yellow-green	153~ 155	70. 51(70. 55)	3. 85(3. 95)	5. 45(5. 49)
2e	C ₁₅ H ₁₀ N SCl	Yellow	178~ 180	66. 25(66. 30)	3. 69(3. 71)	5. 15(5. 16)
2f	C ₁₅ H ₁₀ N SBr	Brown	184~ 186	51. 25(51. 28)	2. 85(2. 87)	3. 98(3. 99)
2g	C ₁₅ H ₁₀ N ₂ SO ₂	Yellow-brown	153~ 155	54. 80(54. 86)	3. 01(3. 07)	8. 43(8. 53)

应用微波法合成的 7种标题化合物的 UV、IR和 ¹H NMR数据如表 3所示。

表 3 2-(4取代苯乙烯基)苯并噻唑化合物的 UV、IR和 ¹H NMR数据
Table 3 Spectral data of title compounds

Comp.	UV,λ _{max} /nm	IR,ν /cm ⁻¹	¹ H NMR,W
2a	337. 2	1 628. 08(C=C), 955. 91(—CH=CH— , trans)	7. 4~ 8. 2(m, 9H, ArH), 7. 3(s, 2H, —CH=CH—)
2b	341. 6	1 626. 38(C=C), 954. 56(—CH=CH— , trans)	7. 2~ 8. 1(m, 8H, ArH), 7. 1(s, 2H, —CH=CH—), 2. 3(s, 3H, CH ₃)
2c	350. 4	1 623. 72(C=C), 963. 63(—CH=CH— , trans)	7. 1~ 8. 2(m, 8H, ArH), 6. 9(s, 2H, —CH=CH—), 3. 8(s, 3H, CHO—)
2d	335. 6	1 628. 75(C=C) 959. 04(—CH=CH— , trans)	7. 4~ 8. 2(m, 8H, ArH), 6. 8(s, 2H, —CH=CH—)
2e	341. 2	1 630. 12(C=C) 957. 06(—CH=CH— , trans)	7. 8~ 8. 2(m, 8H, ArH), 7. 1(s, 2H, —CH=CH—)
2f	342. 0	1 629. 58(C=C), 957. 15(—CH=CH— , trans)	7. 2~ 8. 0(m, 8H, ArH), 7. 0(s, 2H, —CH=CH—)
2g	381. 2	1 595. 09(C=C), 948. 31(—CH=CH— , trans)	7. 3~ 8. 1(m, 8H, ArH), 7. 2(s, 2H, —CH=CH—)

结果与讨论

从表 1可以看出, 2-(4取代苯乙烯基)苯并噻唑化合物用微波幅射法所需反应时间短, 产品收率比常规方法高, 特别是化合物 2b和 2e, 文献 [5] 收率都只有 20%, 而用微波幅射法收率可以分别提高到 50%和 66%。但是, 也有例外, 取代基为—NO₂时, 产品的收率不但没有提高, 反而有所下降。其原因有待进一步的研究。熔点与文献 [5, 6]一致。元素分析也有比较满意的结果, UV、IR数据与文献 [6]一致。¹H NMR测定结果表明, 2-(4取代苯乙烯基)苯并噻唑中的芳环有很强的共振吸收。通过测试分析, 2-(4取代苯乙烯基)苯并噻唑的结构得到了进一步的确认。实验证明, 微波幅射法是一种反应速度快、收率高的有机化合物的合成方法。

参 考 文 献

1 LIU Zhi-Hong(刘志红), GUO Jun-Shi(过俊石), XIE Hong-Quan(谢洪泉). *Chin J Appl Chem*(应用化学) [J], 1996, **13**(3): 199

2 ZHAN G Xiao-Hong(张晓宏), WU Shi-Kang(吴世康), GAO Zhi-Qiang(高志强), *et al. Photographic Sci Photochem*(感光科学与光化学) [J], 1999, **17**(3): 199

3 Hamada Y, Sano T, Fujii T, *et al. Jpn J Appl phys* [J], part 2, 1996, **35**(10B): 1 339

4 LI Ying(李瑛), XIE Ming-Gui(谢明贵). *Func Mater*(功能材料) [J], 1998, **29**(2): 113

5 Dryanska V. *Chr Ivanov, Synthesis* [J], 1976, **1** 37

6 ZHAN G Jian-Heng(张建恒), CHU Yong-Hong(楚永红), W ANG Sh uan g-W ei(王双伟), *et al. J Northwest Univ* (西 北大学学报) [J], 1997, **27**(1): 41

Synthesis of 2-(4-Substituted styryl) benzothiazoles by Microwave Irradiation

YE Chu-Ping^{*}, WANG Nian-Gui, JIA Hui-Qin, XU Xiang-Gao
(Faculty of Chemistry and Material Science, Hubei University, Wuhan 430062)

Abstract Seven 2-(4-substituted styryl) benzothiazoles were synthesized by reacting 2-methylbenzothiazole with aromatic aldehydes by microwave irradiation. Aqueous sodium hydroxide (50%) was used as catalyst and dimethyl sulfoxide (DMSO) as solvent. The reaction could be completed in 2~5 min with yields of 30%~93%.

Keywords substituted arylbenzothiazole, synthesis, microwave irradiation

《应用化学》征订启事

《应用化学》是由中国化学会、中国科学院主办,中国科学院主管,中国科学院长春应用化学研究所承办的化学类综合性期刊,历年被列为中文核心期刊,自1983年创刊以来,其文章即为国内外权威文摘刊物(如美国的C.A.、俄罗斯的PJK.、瑞士的E.A.等)逐期摘引,有其广泛的影响。本刊已从2001年起由双月刊改为月刊,同时改用大16开本,印刷及装订质量有很大提高,本刊价格不变,每册9.80元,全年117.60元,欢迎广大读者到当地邮局订阅(邮发代号8-184),也可与本编辑部联系订阅。

联系地址: 长春市人民大街159号, 邮编: 130022

联系电话: (0431)-5262016, 5262330

电子信箱: yyhx@ciac.jl.cn