

## AMINOKISELINE

### 2. Saopćenje<sup>1)</sup>

#### N-FTALIL-p-METOKSI-L-FENILALANIN

V. Thaller, L. Filipović i K. Balenović

Pokazano je (1) da se sa  $\alpha$ -ftalimidokarbonskim kiselinama, za razliku od ostalih N-supstituiranih  $\alpha$ -aminokiselina, daje provesti normalna Arndt-Eistert-ova reakcija. Stoga je priredena dosada neopisani N-ftalil-derivat L-tirozina, tako da je iz L-tirozina pripremljen metiliranjem poznati p-metoksi-L-fenilalanin (2), a iz njega sa anhidridom ftalne kiseline N-ftalil-p-metoksi-L-fenilalanin.

### EKSPERIMENTALNI DIO

p-Metoksi-L-fenilalanin. Priredena je metiliranjem acetiliranog L-tirozina<sup>\*)</sup> i naknadnim osapunjenjem acetilne grupe(2).  $[\alpha]_D^{20} = -7,2^\circ \pm 1^\circ$  (2% u N HCl)

N-ftalil-p-metoksi-L-fenilalanin. Dobro smrvljena smjesa od 19,5 g (0,1 mol) p-metoksi-L-fenilalanina i 15,5 g (0,05 mola) anhidrida ftalne kiseline grijana je, uz povremeno miješanje, u okrugloj tikvici uronjenoj u uljenu kupelj temperature 165—170°. Smjesa se rastala i zapjeni. Iza pola sata grijanja otopi se ohlađena talina u 100 ccm 95% etanola, filtrira, i još vrućem filtratu doda 60 ccm destilirane vode. Polaganim hlađenjem dobiva se 27—29 g (78—84% teor.) bezbojnih prizmatskih kristala, koji nekoliko puta prekrizalizirani iz vodenog etanola pod gore navedenim uvjetima imaju talište (uz prethodno mekšanje) kod 113°—114°.

Za analizu je tvar kristalizirana iz 60% vodenog etanola. Sušena je kod sobne temperature, nad sumpornom kiselinom, 48 sati 15 mm/Hg. Analiza je pokazala da tvar pod ovim uvjetima zadržava molekulu vode:

<sup>1)</sup> 1. saop.: K. Balenović, *Experienta*, 3, 369 (1947).

<sup>2)</sup> Letha Davies Behr i H. T. Clarke, *J. Amer. Chem. Soc.*, 54, 1630 (1932).

<sup>\*)</sup> L-tirozin je izoliran iz smjese aminokiselina koja preostaje kod preparacije L-histidina. Gornju smjesu stavila je na raspolaganje Institutu tvornica lijekova »Pliva« Zagreb. Kod same izolacije L-tirozina mnogo je pomogao namještenik Instituta V. Tomičić.

6,275 mg tvari daje 14,52 mg CO<sub>2</sub> i 2,79 mg H<sub>2</sub>O  
7,460 mg tvari daje 0,271 ccm N<sub>2</sub> (18°, 769 mm)  
C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>O<sub>5</sub>N · H<sub>2</sub>O (343,32) Rač. C 62,97 H 4,99 N 4,08  
Nad. C 63,15 H 4,98 N 4,20

$[\alpha]_D^{23} = -210,8^{\circ} \pm 0,5^{\circ}$  (c = 3,9420 u 95% etanolu)

Naknadnim sušenjem nad P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (0,5 mm Hg, 50°, 24 sata) dobiven je bezvodni N-ftalil-p-metoksi-L-fenilalanin sa talištem 127° do 129°:

5,480 mg tvari, daje 13,32 mg CO<sub>2</sub> i 2,32 mg H<sub>2</sub>O.  
9,020 mg tvari daje 0,345 ccm N<sub>2</sub> (16°, 764 mm).  
C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>O<sub>5</sub>N (325,31) Rač. C 66,46 H 4,65 N 4,31  
Nad. C 66,33 H 4,74 N 4,45

KEMIJSKI INSTITUT  
PRIRODOSLOVNO-MATEMATIČKI FAKULTET  
ZAGREB

Primljeno 7. siječnja 1949.

## ABSTRACT

### Aminoacids

#### II. N-Phthalyl-p-methoxy-L-phenylalanine

by

V. Thaller, L. Filipović and K. Balenović

A finely powdered mixture of 19,5 g (0,1 mol) p-methoxy-L-phenylalanine and 15,5 g (0,05 mol) of phthalic acid anhydride is heated at 165°—170° for half an hour under constant stirring in a round flask in an oil-bath. The mixture melts and foams. After cooling the residue is dissolved in 100 c. c. of hot 95% ethanol, filtered, and to the filtrate, while still hot, 60 c. c. of water added. By slow cooling 27—29 g. of colourless crystals of *N-phthalyl-p-methoxy-L-phenylalanine* are obtained (yield 78—84%). After repeated crystallisations from aqueous ethanol and drying over P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in vacuum (0,5 mm Hg) at 50° for 24 hours the substance showed a m. p. of 127°—129°. The analysis gave C 66,33; H 4,74; N 4,45 (calculated for C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>O<sub>5</sub>N : C 66,46; H 4,65; N 4,31).

CHEMICAL INSTITUTE  
FACULTY OF SCIENCE  
ZAGREB (CROATIA)

[Received, January 7, 1949]