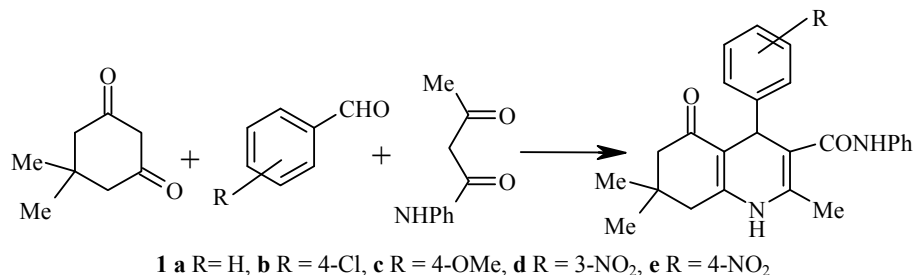


СИНТЕЗ N-ФЕНИЛ-4-АРИЛ-2,7,7-ТРИМЕТИЛ-5-ОКСО-1,4,5,6,7,8-ГЕКСАГИДРОХИНОЛИН-3-КАРБОКСАМИДОВ

Ключевые слова: арилальдегиды, ацетат аммония, ацетоацетанилид, димедон, N-фенил-4-арил-2,7,7-триметил-5-оксо-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбокс-амиды.

Обнаружено, что при выдерживании смеси димедона, арилальдегида, ацетоацетанилида и ацетата аммония при 150–160 °С в течение 10–20 мин в отсутствие растворителя образуются N-фенил-4-арил-2,7,7-триметил-5-оксо-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбоксамиды.



Полученные соединения **1a–e** представляют собой светло-жёлтые кристаллические вещества, растворимые в ДМФА, ДМСО, при нагревании – в этаноле, нерастворимые в воде.

В спектрах ЯМР ¹H полученных соединений кроме сигналов ароматических протонов и связанных с ними групп присутствуют синглетные сигналы протонов двух групп 7-CH₃ при 0.89–0.92 и 1.03–1.06, синглет протонов группы 2-CH₃ при 2.05–2.09, два дублета протонов H_A-8 и H_B-8 при 1.98–2.00 и 2.14–2.17 (*J* = 15.8–16.5 Гц), H_A-6 и H_B-6 при 2.29–2.34 и 2.38–2.42 (*J* = 16.5–17.4 Гц), синглет протона H-4 при 4.96–5.10, сигнал протона NH в гетероцикле при 8.58–8.82 м. д.

В ИК спектрах соединений **1a–e** присутствуют полосы валентных колебаний амидного карбонила при 1688, карбонильной группы при 1640, двойной связи C=C при 1604, амидной группы NH при 3128, группы NH гетероцикла при 3264 см⁻¹.

В масс-спектре соединения **1a** присутствуют пик молекулярного иона [M – H]⁺ с *m/z* 386, пики фрагментных ионов [M – Ph]⁺, [M – PhNH]⁺, подтверждающие данную структуру.

ИК спектры записаны на спектрометре Specord M-80 в вазелиновом масле. Спектры ЯМР ¹H зарегистрированы на приборе Bruker DRX 500 (500 МГц) в ДМСО-d₆, внутренний стандарт ТМС. Масс-спектры получены на хромато-масс-спектрометре Agilent 7890A/5975C (энергия ионизирующих электронов 70 эВ).

N,4-Дифенил-2,7,7-триметил-5-оксо-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбоксамид (1a). Смесь 1.4 г (0.01 моль) димедона, 1.06 мл (0.01 моль) бензальдегида, 1.70 г (0.01 моль) ацетоацетанилида и 0.77 г (0.01 моль) ацетата аммония выдерживают 10–20 мин при 150–160 °С до прекращения выделения газа и затвердевания реакционной смеси, после охлаждения остаток обрабатывают этанолом, отфильтровывают и перекристаллизовывают из спирта. Выход 2.5 г (89%), т. пл. 243–245 °С. ИК спектр, *v*, см⁻¹: 1624 (CON), 1680 (C=O), 3264 (NH). Спектр ЯМР ¹H, *δ*, м. д. (*J*, Гц): 0.90, 1.03 (6H, 2с, 7-CH₃); 2.06 (3H, с, 2-CH₃); 1.99 (1H, д, *J* = 16.1, H_A-8); 2.15 (1H, д, *J* = 16.1, H_B-8); 2.31 (1H, д, *J* = 16.8, H_A-6); 2.40 (1H, д, *J* = 16.8, H_B-6); 4.96 (1H, с, H-4); 7.16–7.54 (10H, м, 2C₆H₅); 8.61 (1H, с, NH); 9.43 (1H, с, NH). Масс спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 386 [M]⁺ (36), 309 [M – Ph]⁺ (100), 294 [M – PhNH]⁺ (83). Найдено, %: С 77.87; Н 6.82; N 7.19. С₂₅H₂₆N₂O₂. Вычислено, %: С 77.69; Н 6.78; N 7.25. M = 386.

Соединения 1b–e получают аналогично.

N-Фенил-2,7,7-триметил-5-оксо-4-(4-хлорфенил)-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбоксамид (1b). Выход 3.0 г (92%), т. пл. 252–254 °С. ИК спектр, *v*, см⁻¹: 1640 (CON), 1688 (C=O), 3264 (NH). Спектр ЯМР ¹H, *δ*, м. д. (*J*, Гц): 0.89, 1.03 (6H, 2с, 7-CH₃); 2.06 (3H, с, 2-CH₃); 1.99 (1H, д, *J* = 16.2, H_A-8); 2.15 (1H, д, *J* = 16.2, H_B-8); 2.30 (1H, д, *J* = 17.1, H_A-6); 2.40 (1H, д, *J* = 17.1, H_B-6); 4.96 (1H, с, H-4); 6.95–7.54 (9H, м, C₆H₅, C₆H₄Cl); 8.68 (1H, с, NH); 9.49 (1H, с, NH). Найдено, %: С 71.38; Н 5.84; N 6.72. С₂₅H₂₅ClN₂O₂. Вычислено, %: С 71.33; Н 5.99; N 6.65. M = 420.

N-Фенил-2,7,7-триметил-4-(4-метоксифенил)-5-оксо-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбоксамид (1c). Выход 2.8 г (94%), т. пл. 248–250 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1640 (CON), 1688 (C=O), 3128 (NH), 3264 (NH). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.91, 1.03 (6H, 2с, 7- CH_3); 2.05 (3H, с, 2- CH_3); 1.98 (1H, д, $J = 15.8$, H_A -8); 2.14 (1H, д, $J = 15.8$, H_B -8); 2.29 (1H, д, $J = 16.5$, H_A -6); 2.38 (1H, д, $J = 16.5$, H_B -6); 3.67 (3H, с, OCH_3); 4.91 (1H, с, H-4); 6.95–7.25 (9H, C_6H_5 , $\text{C}_6\text{H}_4\text{OMe}$); 8.58 (1H, с, NH); 9.39 (1H, с, NH). Найдено, %: C 77.78; H 7.07; N 6.85. $\text{C}_{26}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_3$. Вычислено, %: C 77.9; H 7.05; N 6.99. $M = 416$.

N-Фенил-2,7,7-триметил-4-(3-нитрофенил)-5-оксо-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбоксамид (1d). Выход 2.75 г (83%), т. пл. 208–210 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1660 (CON), 1672 (C=O), 3208 (NH). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.90, 1.04 (6H, 2с, 7- CH_3); 2.08 (3H, с, 2- CH_3); 2.00 (1H, д, $J = 16.1$, H_A -8); 2.17 (1H, д, $J = 6.1$, H_B -8); 2.34 (1H, д, $J = 17.4$, H_A -6); 2.42 (1H, д, $J = 17.4$, H_B -6); 5.10 (1H, с, H-4); 7.22–7.53 (9H, м, C_6H_5 , $\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$); 8.82 (1H, с, NH); 9.57 (1H, с, NH). Найдено, %: C 69.81; H 5.77; N 9.55. $\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$. Вычислено, %: C 69.59; H 5.84; N 9.74. $M = 431$.

N-Фенил-2,7,7-триметил-4-(4-нитрофенил)-5-оксо-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин-3-карбоксамид (1e). Выход 2.7 г (83%), т. пл. 245–247 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1692 (CON), 1712 (C=O), 3288 (NH). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.89, 1.04 (6H, 2с, 7- CH_3); 2.08 (3H, с, 2- CH_3); 1.99 (1H, д, $J = 16.5$, H_A -8); 2.16 (1H, д, $J = 16.5$, H_B -8); 2.33 (1H, д, $J = 17.2$, H_A -6); 2.40 (1H, д, $J = 17.2$, H_B -6); 5.09 (1H, с, H-4); 7.20–7.53 (9H, м, C_6H_5 , $\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$); 8.80 (1H, с, NH); 9.57 (1H, с, NH). Найдено, %: C 69.81; H 5.77; N 9.55. $\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$. Вычислено, %: C 69.59; H 5.84; N 9.74. $M = 431$.

**В. Л. Гейн*, М. И. Казанцева, А. А. Курбатова,
М. И. Вахрин**

*Пермская государственная
фармацевтическая академия,
Пермь 614000, Россия
e-mail: geinvl48@mail.ru*

Поступило 11.03.2010