

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. В. Аксенов, О. Н. Надеин, И. В. Боровлев, Ю. И. Смушкевич, *ХГС*, 232 (1998).
2. А. В. Аксенов, А. В. Сарапий, Ю. И. Смушкевич, *ХГС*, 1088 (2000).
3. А. В. Аксенов, О.Н. Надеин, *ХГС*, 1527 (2000).
4. А. В. Аксенов, И. В. Аксенова, И. В. Боровлев, Ю. И. Смушкевич, *ХГС*, 1214 (1998).
5. А. В. Аксенов, И. В. Аксенова, И. В. Боровлев, Ю. И. Смушкевич, *ХГС*, 1094 (1997).
6. A. V. Aksenov, A. Yu. Polykarov, Yu. I. Smushkevich, I. V. Magedov, *J. Chem. Research (S)*, 402 (1994).

В. В. Трифонов, И. В. Аксенова, В. И. Гончаров^а, А. В. Аксенов

*Ставропольский государственный университет,
Ставрополь 355009, Россия
e-mail: k-biochem-org@stavsru*

Поступило в редакцию 04.10.2005

^а*Ставропольская государственная медицинская
академия,
Ставрополь 355017, Россия
e-mail: sigma@statel.stavropol.ru*

ХГС. – 2005. – № 12. – С. 1867

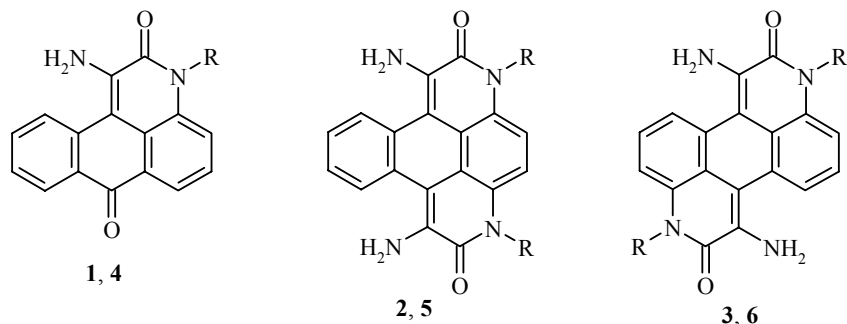
НОВЫЙ СПОСОБ N-АЛКИЛИРОВАНИЯ ПИРИДОНОВОГО КОЛЬЦА

Ключевые слова: антрадипиридон, антрапиридон, алкилирование, межфазный катализ.

Антрапиридоновые соединения являются ценными флуоресцентными красителями; их получают из 1-аминоантрахинонов ацилированием и циклизацией [1]. Описаны методы получения N-алкилзамещенных антрапиридонов, которые включают введение алкильных групп в исходный 1-аминоантрахинон [2].

В данном письме сообщается о возможности прямого N-алкилирования пиридонового кольца пиридонсодержащих соединений взаимодействием алкилгалогенидов, на примере этилбромиды, с 1-аминоантрапиридоном (**1**) в водно-щелочной суспензии в присутствии хлорида бензилтриметиламмония в качестве межфазного катализатора. Аналогичные результаты получены при проведении алкилирования 1,8-диамино-3,6-дигидробензо[*f,l,m,n*]-2,9-фенантролин-2,7-диона (**2**) и 1,7-диамино-3,9-дигидробензо[1,2,3-*d,e*:4,5,6-*d'e'*]дихинолин-2,8-диона (**3**) с использованием двукратного избытка алкилгалогенидов. Выделены и охарактеризованы соответствующие этилзамещенные соединения **4–6**.

ИК спектры регистрировали на приборе Sresord M-80 в таблетках KBr, УФ спектры – на спектрофотометре СФ-26 в этаноле. Спектры ЯМР ¹H получали на приборе Bruker WP-200 (200 МГц) в ДМСО-*d*₆, стандарт ТМС. Контроль за ходом реакций и чистотой соединений, а также определение значений *R_f* проводили на пластинках Silufol UV-254.



1–3 R = H, 4–6 R = Et

Общая методика алкилирования. Суспензию 5 г (0.02 моль) 1-аминоантрапиридона и 0.1 г хлорида бензилтриметиламмония в 50 мл воды нагревают (~100 °С), постепенно прибавляя 40 мл 50% раствора гидроксида натрия. Реакционная смесь меняет цвет от желтовато-коричневого до фиолетового. После получения однородной массы прибавляют 0.022 моль этилбромид и нагревают еще 1.5–5 ч (контроль ТСХ). После завершения реакции смесь охлаждают, добавляют 100 мл воды и нейтрализуют 3% соляной кислотой. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают и сушат на воздухе, перекристаллизовывают из этанола.

При алкилировании соединений **2** и **3** добавляют 0.044 моль этилбромид, а 50% раствор гидроксида натрия заменяют 50 мл пиридина.

1-Амино-3-этил-3Н-нафто[1,2,3-*d,e*]хинолин-2,7-дион (4). Выход 5 г (86%). Т. пл. 360–362 °С (из этанола), R_f 0.158 (толуол–эфир, 2:1). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3470, 3310 (NH_2); 1695, 1680 ($\text{C}=\text{O}$). УФ спектр, λ_{max} , нм ($\lg \epsilon$): 480 (4.04). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.98 (3H, т, $J = 6.9$, CH_2CH_3); 2.99 (2H, с, NH_2); 3.430 (2H, к, $J = 6.9$, CH_2CH_3); 7.22–7.78 (7H, м, $\text{H}_{\text{аром}}$). Найдено, %: С 74.50; Н 4.90; N 9.62. $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$. Вычислено, %: С 74.47; Н 4.86; N 9.65.

1,8-Диамино-3,6-диэтил-3,6-дигидродибензо[*f,l,m,n*]-2,9-фенантролин-2,7-дион (5). Выход 1.78 г (24%). Т. пл. 384–386 °С, R_f 0.405 (толуол–этанол, 2:1). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3480, 3330 (NH_2); 1690 ($\text{C}=\text{O}$). УФ спектр, λ_{max} , нм ($\lg \epsilon$): 260 (4.32), 480 (4.58). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.88 (6H, т, $J = 7.0$, CH_2CH_3); 2.69 (4H, с, NH_2); 3.418 (4H, к, $J = 7.0$, CH_2CH_3); 7.14–7.30 (6H, м, $\text{H}_{\text{аром}}$). Найдено, %: С 70.90; Н 5.40; N 15.00. $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_2$. Вычислено, %: С 70.95; Н 5.41; N 15.04.

1,8-Диамино-3,9-диэтил-3,9-дигидробензо[1,2,3-*d,e*:4,5,6-*d'e'*]дихинолин-2,8-дион (6). Выход 1.86 г (25%). Т. пл. 389–390 °С, R_f 0.156 (толуол–этилацетат, 3:1). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3465, 3320 (NH_2); 1690 ($\text{C}=\text{O}$). УФ спектр, λ_{max} , нм ($\lg \epsilon$): 356 (4.44), 463 (4.46). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 0.97 (6H, т, $J = 7.0$, CH_2CH_3); 2.60 (4H, с, NH_2); 3.418 (4H, к, $J = 7.0$, CH_2CH_3); 7.07–7.26 (6H, м, $\text{H}_{\text{аром}}$). Найдено, %: С 70.90; Н 5.40; N 15.00. $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_2$. Вычислено, %: С 70.95; Н 5.41; N 15.04.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. М. В. Казанков, Г. И. Пуца, Л. А. Мухина, *XTC*, 165 (1972).
2. M. S. Simon, H. B. Rojers, *J. Am. Chem. Soc.*, **26**, 4352 (1961).

Э. Н. Элизбарашвили, И. В. Лагвилава, Ш. А. Самсония^а

Грузинский технический университет,
Тбилиси 0175
e-mail: elizbarashvili@gtu.ge

Поступило в редакцию 17.05.2005

^аТбилисский государственный университет
им. Ив. Джавахишвили, Тбилиси 0128, Грузия
e-mail: shsam@wanex.net

XTC. – 2005. – № 12. – С. 1868