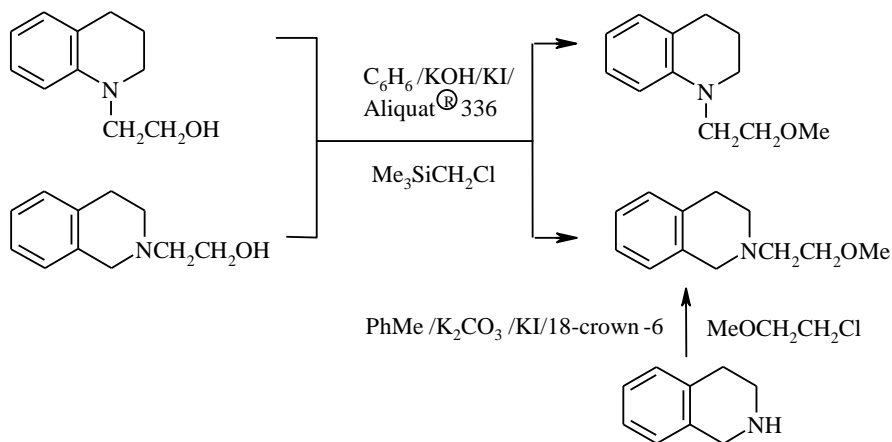


**НЕОЖИДАННОЕ О-МЕТИЛИРОВАНИЕ
N-(2-ГИДРОКСИЭТИЛ)-1,2,3,4-ТЕТРАГИДРОИЗОХИНОЛИНА И
-1,2,3,4-ТЕТРАГИДРОИЗОХИНОЛИНА ПРИ КРЕМНЕАЛКИЛИРОВАНИИ
ТРИМЕТИЛХЛОРЕТИЛСИЛАНом В УСЛОВИЯХ МЕЖФАЗНОГО КАТАЛИЗА**

Ключевые слова: тетрагидроизохинолин, тетрагидрохинолин, алкилирование, силилирование, межфазный катализ.

В продолжение изучения биологической активности кремнийорганических производных тетрагидрохинолина и тетрагидроизохинолина [1–3] нами предпринята попытка получения триалкилсилилалкилпроизводных гидроксиэтилтетрагидро(изо)хинолинов в условиях межфазного катализа.



Нами установлено, что в результате кремнеалкилирования первичных спиртовых групп N-(2-гидроксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолина и -тетрагидрохинолина триметилхлорметилсиланом в условиях межфазного катализа основными продуктами реакции являются N-(2-метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин и N-(2-метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидрохинолин, соответственно, т. е. вместо целевого О-триметилсилилметилирования протекает О-метилирование первичных спиртовых групп. Реакция проводилась в системе C_6H_6 /KOH/KI/Aliquat[®] 336 в течение 10 ч при температуре 80 °С и эквивалентном соотношении реагентов тетрагидрохинолин:силан 1:1.05. Выход продуктов метилирования более 40%. Строение полученного N-(2-метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолина было подтверждено встречным синтезом – N-алкилированием тетрагидроизохинолина 2-хлорэтилметиловым эфиром в условиях межфазного катализа с использованием системы толуол/ K_2CO_3 /KI/18-краун-6.

Общий метод О-кремнеалкилирования. Смесь 6.3 г (35.5 ммоль) гетероциклического 2-аминоспирта, 9.97 г (178 ммоль) гидроксида калия, 11.79 г (71 ммоль) иодида калия, 4.42 г (36 ммоль) триметилхлорметилсилана и 0.72 г (1.78 ммоль) Aliquat[®] 336 в 25 мл сухого бензола перемешивают при 80 °С в течение 10 ч. Затем осадок отфильтровывают, из фильтрата отгоняют растворитель и продукт выделяют перегонкой в вакууме.

N-Алкилирование. Смесь 0.49 г (3.7 ммоль) тетрагидроизохинолина, 1.53 г (11.1 ммоль) карбоната калия, 1.24 г (7.5 ммоль) иодида калия, 0.42 г (4.4 ммоль) 2-хлорэтилметилового эфира и 0.049 мг (0.2 ммоль) 18-краун-6 в 2.3 мл сухого толуола перемешивают при 100 °С в течение 14 ч. Затем осадок отфильтровывают, из фильтрата отгоняют растворитель и продукт выделяют в результате хроматографического разделения продуктов реакции на колонке, элюент этилацетат–гексан, 52:48. Выход 0.28 г (40%).

N-(2-Метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин. Выход 3.25 г (48%). Т. кип. 126–128 °С (3 мм рт. ст.). Масс-спектр, m/z ($I_{отн.}$, %): 191 [M]⁺, 146 [M – CH_2OCH_3]. Спектр ЯМР ¹H (90 МГц, $CDCl_3$), δ , м. д. (J , Гц): 2.77 (2H, т, J = 6, NCH_2); 2.83 (4H, м, 3,4- CH_2); 3.37 (3H, с, OCH_3); 3.47 (2H, т, J = 6, OCH_2); 3.72 (2H, с, 1- CH_2); 6.92–7.12 (4H, м, аром.). Найдено, %: С 75.10; Н 9.07; N 7.52. $C_{12}H_{17}NO$. Вычислено, %: С 75.35; Н 8.96; N 7.32.

N-(2-Метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидрохинолин. Выход 2.78 г (41%). Т. кип. 135–137 °С (4 мм рт. ст.). Содержание основного вещества 98.2%, согласно данным ВЭЖХ (Symmetry C_{18} , 4.6 × 150 мм, система: 70% ацетонитрил + 30% [0.1% H_3PO_4 + H_2O], pH 2.5). Детектор УФ (λ = 220 нм). Масс-спектр, m/z ($I_{отн.}$, %): 191 [M]⁺, 146 [M – CH_2OCH_3]. Спектр ЯМР ¹H (90 МГц, $CDCl_3$), δ , м. д.: 1.92 (2H, м, 3- CH_2); 2.75 (2H, т, 4- CH_2); 3.23–3.66 (9H, м, OCH_3 + OCH_2 + 2- CH_2 + NCH_2); 6.47–7.31 (4H, м, аром.). Найдено, %: С 75.43; Н 9.04; N 7.25. $C_{12}H_{17}NO$. Вычислено, %: С 75.35; Н 8.96; N 7.32.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Э. Лукевиц, И. Сегал, А. Заблоцкая, С. Германе, *ХГС*, 793 (1996).
2. Э. Лукевиц, С. Германе, И. Сегал, А. Заблоцкая, *ХГС*, 270 (1997).
3. E. Lukevics, I. Segal, A. Zablotzkaya, S. Germane, *Molecules*, **2**, 180 (1997).

А. Е. Заблоцкая, И. Д. Сегал, Э. Лукевиц

*Латвийский институт органического синтеза,
Рига LV-1006
e-mail: aez@osi.lv*

Поступило в редакцию 27.04.2004

ХГС. – 2004. – № 7. – С. 1110
