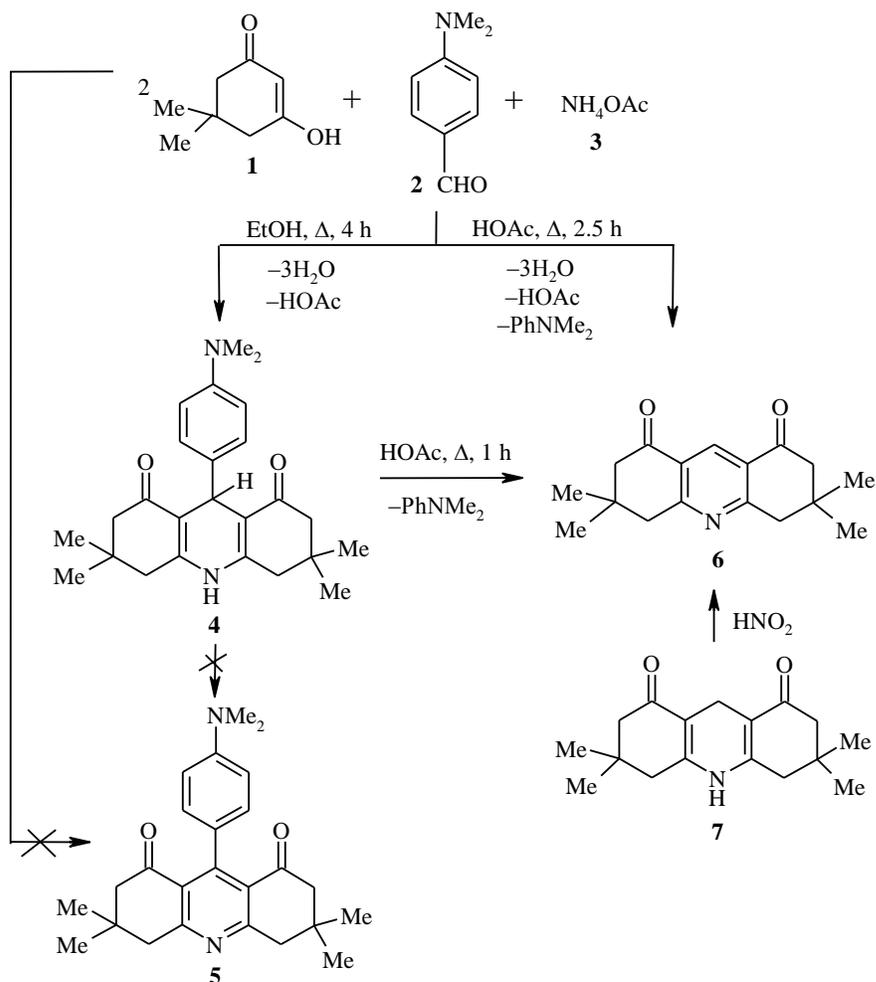


О ЦИКЛОКОНДЕНСАЦИИ И АРОМАТИЗАЦИИ ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ДИМЕДОНА, *n*-ДИМЕТИЛАМИНОБЕНЗАЛЬДЕГИДА И АЦЕТАТА АММОНИЯ

Ключевые слова: акридины, альдегиды, ароматизация, отщепление, реакция Ганча, циклоконденсация.

Сведения о продуктах трехкомпонентной циклоконденсации димедона **1**, *n*-диметиламинобензальдегида **2** и ацетата аммония **3** противоречивы. Согласно [1], при кипячении в уксусной кислоте образуется производное декагидроакридина **4**, а "в некоторых случаях" – бесцветное вещество, которому приписано строение октагидроакридина **5**. Образование второго продукта объяснено тем, что соединение **4** "легко окисляется кислородом воздуха или диспропорционируется". Однако, по данным [2], соединение **4** устойчиво в ДМСО при 120 °С в течение 6 ч. В этих условиях оно было синтезировано, и какие-либо продукты его ароматизации не упоминаются.



Нами получены новые факты, относящиеся к взаимодействию реагентов **1–3**. При кипячении в этаноле образование соединения **4** идет селективно. Выход 90% (по методам [1, 2] соответственно 56 и 51%). При кипячении же в уксусной кислоте реакция не останавливается на стадии образования продукта **4**, но и не приводит к соединению **5**. Последующая ароматизация, как мы установили, протекает с отщеплением *N,N*-диметиланилина (зафиксирован методом ТСХ) и дает с выходом 85% производное октагидроакридина **6**. Последнее получается быстрее и чище при кипячении соединения **4** в уксусной кислоте. Тот же продукт получен [1] окислением азотистой кислотой декагидроакридина **7**, и этот синтез мы воспроизвели. Образцы, полученные тремя способами, идентичны по данным ТСХ, а смешанные пробы не дают депрессии температуры плавления. Строение соединения **6** и, в частности, отсутствие в нем *n*-диметиламинофенильного фрагмента

подтверждаются физико-химическими исследованиями.

Таким образом, продукты конденсации альдегида **2** склонны к отщеплению N,N-диметиланилина. Обнаруженное нами явление, вероятно, может найти применение в практике органического синтеза. Этому благоприятствует доступность, устойчивость при хранении, безопасность и легкость дозирования используемого реагента **2**. Представленный нами пример можно рассматривать как новый вариант синтеза пиридинов по Ганчу, дающий возможность построения γ -незамещенного пиридинового цикла без использования окислителя по простой и весьма эффективной процедуре.

9-(*n*-Диметиламинофенил)-3,3,6,6-тетраметил-1,2,3,4,5,6,7,8,9,10-декагидроакридин-1,8-дион (4). Соединения **1** (1.4 г, 10 ммоль), **2** (0.82 г, 5.5 ммоль) и **3** (0.77 г, 10 ммоль) в этаноле (7.5 мл) выдерживают 4 ч при 85–90 °С. По охлаждении осадок отфильтровывают, промывают этанолом. Выход 1.76 г (90%), желтые кристаллы, т. пл. 311–313 °С (лит. 293–294 °С [1], 311–313 °С [2]). ИК спектр и ЯМР ¹H совпадают с данными [2].

3,3,6,6-Тетраметил-1,2,3,4,5,6,7,8-октагидроакридин-1,8-дион (6). А. Соединения **1** (0.56 г, 4 ммоль), **2** (0.33 г, 2.2 ммоль) и **3** (0.31 г, 4 ммоль) в ледяной уксусной кислоте (4 мл) кипятят 2.5 ч. Кипящий раствор разбавляют водой (8 мл). По охлаждении осадок отфильтровывают, промывают водным этанолом, 1 : 1. Выход 0.46 г (85%), бесцветные кристаллы, т. пл. 150–151 °С (лит. 147–148, 146 °С [1]). ИК спектр (KBr), ν , см⁻¹: 2980, 2890, 1700, 1595. Спектр ЯМР ¹H (300 МГц, ДМСО-d₆, ТМС), м. д.: 1.04 (12 H, с, 4 CH₃); 2.59 (4 H, с, 2 CH₂); 3.05 (4H, с, 2CH₂); 8.47 (1 H, с, CH). Спектр ЯМР ¹³C (75.5 МГц, ДМСО-d₆, ТМС): 27.68 (CH₃); 39.50 (4- и 5-С); 45.72 (3- и 6-С); 50.98 (2- и 7-С); 125.45 (2 С=C–C=O); 131.34 (9-С); 166.31 (2 С=N); 196.69 (1- и 8-С). Найдено, %: С 75.21; Н 7.85; N 5.22. С₁₇H₂₁NO₂. Вычислено, %: С 75.24; Н 7.80; N 5.16.

Б. Соединение **4** (0.78 г, 2 ммоль) в ледяной уксусной кислоте (4 мл) кипятят 1 ч. Продукт выделяют аналогично методу А. Выход 0.46 г (85%), бесцветные кристаллы, т. пл. 150–151 °С.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Г. Я. Ванаг, Э. И. Станкевич, *ЖОХ*, 3287 (1960).
2. А. А. Бакибаев, В. Д. Филимонов, Е. С. Невзгодова, *ЖОрХ*, **27**, 1519 (1991).

И. Б. Дзвинчук, Н. А. Толмачева

*Институт органической химии
НАН Украины, Киев 02094
e-mail: iochkiev@ukrpack.net*

Поступило в редакцию 07.12.2000