

N-ЗАМЕЩЕННЫЕ КАРБОСТИРИЛЫ

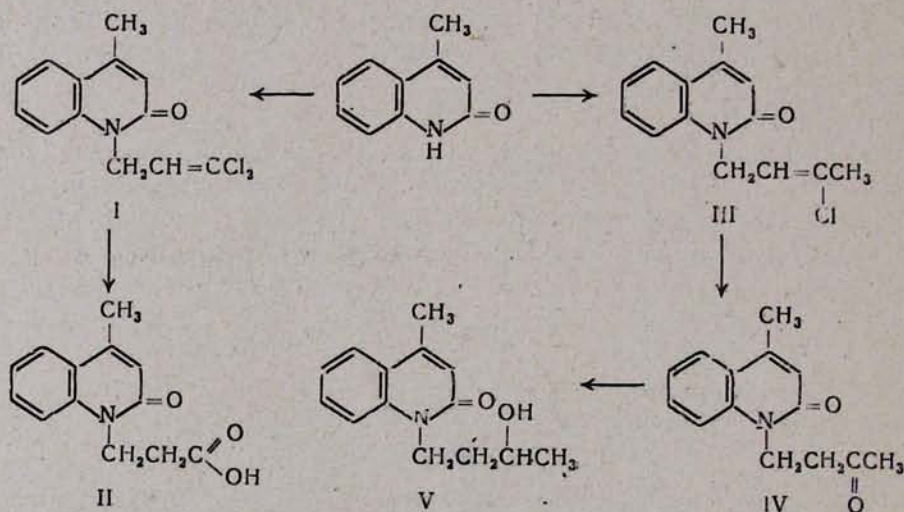
Л. В. ГЮЛЬБУДАГЯН и И. Л. АЛЕКСАНЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 23 XI 1978

Исследована реакция аллилирования 4-метилкарбостирила 1,1,3-трихлорпропеном и 1,3-дихлор-2-бутеном. Показано, что при нагревании в спиртовой среде с алкоголятом натрия получают N-(3,3-дихлораллил) (I) и N-(3-хлоркротил) (III) производные 4-метилкарбостирила.

Сернокислотным гидролизом N-(3,3-дихлораллил)-4-метилкарбостирила (I) получен N-(β-карбоксиил)-4-метилкарбостирил (II), а N-(3-хлоркротил)-4-метилкарбостирила—N-(3-оксобутил)-4-метилкарбостирил (IV), восстановленный изопропилатом алюминия в N-(3-оксibuтил)-4-метилкарбостирил (V).



Экспериментальная часть

2-Оксо-4-метил-N-(3,3-дихлораллил)хинолин (I). К раствору этилата натрия из 2,3 г натрия и 100 мл абс. этанола добавляют 15,9 г (0,1 моля) 4-метилкарбостирила [1]. Затем прибавляют 14,5 г (0,1 моля)

1,1,3-трихлорпропена и нагревают на водяной бане 3—4 часа. Этанол отгоняют, осадок растворяют в воде и экстрагируют хлороформом. После удаления хлороформа получают 2-оксо-4-метил-N-(3,3-дихлораллил) хинолин. Выход 21,4 г (80%), т. пл. 135° (из циклогексана). Найдено %: Cl 26,40; N 5,30. $C_{13}H_{11}NOCl_2$. Вычислено %: Cl 26,40, N 5,25. ИК спектр, cm^{-1} : 1640 (>C=O амидн.).

2-Оксо-4-метил-N-(β -карбоксиэтил)хинолин (II). Смесь 1,3 г I и 25 мл 96% серной кислоты нагревают при 60° до прекращения выделения хлористого водорода, затем наливают на 100 г размельченного льда. Осадок отфильтровывают и перекристаллизовывают из воды. Выход 2,74 г (97%), т. пл. 167°. Найдено %: N 5,90. $C_{13}H_{13}NO_3$. Вычислено %: N 6,01. ИК спектр, cm^{-1} : 1730 ($C=O$ кисл.).

2-Оксо-4-метил-N-(3-хлоркротил)хинолин (III). Получают аналогично I, выход 20,3 г (82%), т. пл. 144° (из циклогексана). Найдено %: N 5,59; Cl 14,5. $C_{14}H_{14}NOCl$. Вычислено %: N 5,54; Cl 14,70. ИК спектр, cm^{-1} : 1640 ($C=O$ амидн.).

2-Оксо-4-метил-N-(3-оксобутил)хинолин (IV). 4,95 г III в 25 мл 96% серной кислоты оставляют при 25° до полного выделения хлористого водорода, затем реакцию смесь выливают на размельченный лед и фильтруют. Раствор подщелачивают, осадок отфильтровывают и перекристаллизовывают из циклогексана. Выход 4,0 г (87%), т. пл. 87°. Найдено %: C 73,30; H 6,50; N 6,21. $C_{14}H_{15}NO_2$. Вычислено %: C 73,36; H 6,55; N 6,11. ИК спектр, cm^{-1} : 1720 ($C=O$). Динитрофенилгидразон IV, т. пл. 192°. Найдено %: N 14,80. $C_{20}H_{15}N_5O_5$. Вычислено %: N 14,92.

2-Оксо-4-метил-N-(3-оксибутил)хинолин (V). 2,29 г IV восстанавливают 100 мл мольного раствора изопропилата алюминия в изопропиловом спирте при кипячении. После прекращения отгонки ацетона раствор отгоняют, к остатку прибавляют 25 мл горячей воды, осадок отфильтровывают, растворяют в горячем спирте. Из спиртового раствора отгоняют спирт и осадок перекристаллизовывают из 50% спирта. Белые кристаллы, выход 1,61 г (70%), т. пл. 71°. Найдено %: N 6,1. $C_{14}H_{17}NO_2$. Вычислено %: N 6,06. ИК спектр, cm^{-1} : 3490 (OH спирт.), 1640 ($C=O$ амидн.).

ЛИТЕРАТУРА

1. G. E. Kostlov, W. M. Lauer, Org. Synt., 3, 580 (1955).