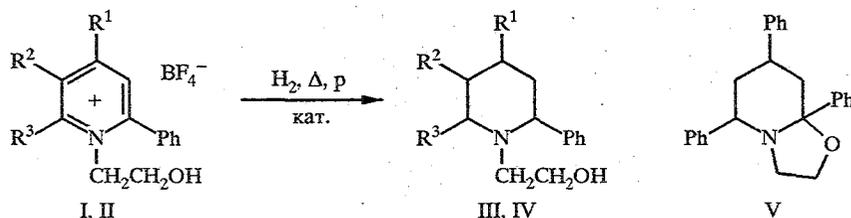


ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

СИНТЕЗ N-(2-ОКСИЭТИЛ)ЗАМЕЩЕННЫХ ПИПЕРИДИНОВ И ПЕРГИДРОХИНОЛИНОВ

При каталитическом гидроэтанолминировании ациклических и семициклических 1,5-дикетоннов вместо ожидаемых N-(2-оксиэтил)пиперидинов и -пергидрохинолинов образуются продукты циклизации — пергидрооксазоло[3,2-*a*]пиридины [1].

Нами впервые установлено, что гидрогенизация тетрафторборатов пиридиния (I) и 5,6,7,8-тетрагидрохинолиния (II) в условиях гетерогенного катализа (120 °С, 10 МПа, Ni/Ru) может служить методом синтеза N-(2-оксиэтил)-2,4,6-трифенилпиперидина (III) и N-(2-оксиэтил)-2,4-дифенилпергидрохинолина (IV), которые получают с выходами 60...80%.



Продукты III, IV представляют собой бесцветные масла, которые очищаются и идентифицируются хроматографически (ТСХ на пластинках Silufol UV-254, гексан—эфир—ацетон, 3 : 1 : 1). Гидрогенизация соли пиридиния I осложняется побочным образованием пергидрооксазолопиридина (V). Смесь азотистых оснований III и V разделяют с помощью колоночной хроматографии (Al₂O₃, эфир—гексан, 1 : 3).

Строение соединений III—V подтверждено методами ИК (Specord M-80, гексахлорбутадиеи, вазелиновое масло, KBr), ЯМР спектроскопии (Varian FT-80, ¹H-80 МГц, ¹³C-20 МГц, CDCl₃, внутренний стандарт ТМС). Данные спектроскопии ЯМР ¹³C соединения IV свидетельствуют о *цис*-сочленении карбо- и гетероколец и аксиальной ориентации фенильного заместителя при атоме С(2).

Описанная реакция является удобным методом направленного синтеза N-(2-оксиэтил)замещенных пиперидинов, пергидрохинолинов. Область ее применения является предметом дальнейших исследований.

N-(2-Оксиэтил)-2,4,6-трифенилпиперидин (III). Выход 60%. R_f 0,245. ИК спектр: 3364 (ОН); 3064, 3028 (ν-СН_{кольца}); 2932, 2856 (СН₂); 762, 700 см⁻¹ (δ-СН_{кольца}). Спектр ПМР: 1,65 (1H, с, ОН); 3,45 (2H + 2H, м, СН₂O, NСНPh); 2,42 (2H, т, NСН₂СН₂ОН); 1,94 (1H, м, 4-H); 1,08...1,19 (4H, м, 3-СН₂); 7,22...7,50 м. д. (15H, м, протоны фенильных колец). Найдено, %: С 84,31; Н 7,36; N 4,12. С₂₅H₂₇NO. Вычислено, %: С 84,03; Н 7,56; N 3,92.

N-(2-Оксиэтил)-2,4-дифенилпергидрохинолин (IV). Выход 80%. R_f 0,355. ИК спектр: 3416 (ОН); 3064, 3068 (ν-СН_{кольца}); 2928, 2860 (СН₂); 764, 700 см⁻¹ (δ-СН_{кольца}). Спектр ПМР: 1,65 (1H, с, ОН); 3,48 (2H, т, СН₂O); 2,24 (2H, т, NСН₂СН₂ОН); 2,60 (3H, м, NСН, 4-СНPh); 1,25...2,00 (11H, м, 3-СН₂, 5-СН₂, 6-СН₂, 7-СН₂, 8-СН₂, 10-СН); 7,12...7,26 м. д. (10H, м,

протоны фенильных колец). Спектр ЯМР ^{13}C : $\text{C}(2)$ 51,03; $\text{C}(3)$ 33,61; $\text{C}(4)$ 33,71; $\text{C}(5)$ 28,67; $\text{C}(6)$ 19,50; $\text{C}(7)$ 26,07; $\text{C}(8)$ 24,17; $\text{C}(9)$ 47,13; $\text{C}(10)$ 28,67; $\text{C}(11)$ 49,39 ($\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$); $\text{C}(12)$ 61,10 м. д. (COH). Найдено, %: С 82,21; Н 8,76; N 4,42. $\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{NO}$. Вычислено, %: С 82,39; Н 8,66; N 4,18.

5,7,8a-Трифенилпергидрооксазо[3,2-a]пиридин (V). Выход 30%. R_f 0,845. ИК спектр: 3064, 3028 ($\nu\text{-CH}_{\text{кольца}}$); 2924, 2880 (CH_2); 1070 (COC); 762, 700 cm^{-1} ($\delta\text{-CH}_{\text{кольца}}$). Найдено, %: С 85,22; Н 7,31; N 4,13. $\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{NO}$. Вычислено, %: С 84,51; Н 7,04; N 3,94.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Николаева Т. Г., Решетов П. В., Кривенько А. П., Харченко В. Г. // ХГС. — 1983. — № 10. — С. 1370.

А. Г. Голиков, П. В. Решетов, А. П. Кривенько

Саратовский государственный университет
им. Н. Г. Чернышевского, Саратов 410601

Поступило в редакцию 08.01.97

О РЕАКЦИИ 1-МЕТИЛТИО-3,3-ДИМЕТИЛ-3,4-ДИГИДРОИЗОХИНОЛИНА С ГЛИЦИНОМ

Ранее мы сообщали о синтезе амидинокислот типа II, выделенных как единственные продукты реакции тиолактимного эфира I с аминокислотами [1]. Более тщательное изучение реакции тиоэфира I с глицином позволило обнаружить образование в ходе реакции с выходом менее 1% 2-(3,3-диметил-1,2,3,4-тетрагидроизохинолилиден-1)-5,5-диметил-2,3,5,6-тетрагидроимидазо[2,1-a]изохинолина-3 (IV). Очевидно, он является продуктом вторичной реакции тиоэфира I и промежуточно образующегося имидазоизохинолина III. Действительно, при реакции тиоэфира I с модельным соединением — 2-фенилоксазолоном-5 в кипящем бензоле с

