3-(4-Метоксибензилиден)-6-нитро-1,8-нафталид (IIв, $C_{21}H_{16}N_2O_4$). $T_{пл}$ 255...256 °С (из гексана). ИК спектр: 1732 $см^{-1}$ (C=O). Спектр ПМР (ДМСО-D_6): 2,97 (6Н, с, $N(CH_3)_2$), 7,18 (1Н, с, =CH), 6,8...7,98 (4Н, м, C_6H_4), 8,33...8,8 (5Н, м, 4-Н...9-Н). УФ спектр (бензол), λ_{max} (lg ε): 535,5 нм (4,35). Флуоресценция, λ_{max}: 689 нм (бензол).

8-Нитро-2-фенилфенален-1,3-дион (IIIа, $C_{19}H_{11}NO_4$). ИК спектр: 1632 $см^{-1}$ (C=O). Спектр ПМР (ДМСО-D_6): 7,33 (5Н, м, CH_6H_5), 7,96...8,56 (5Н, м, 4-Н...9-Н), 10,16 (1Н, шир, ОН). УФ спектр (бензол), λ_{max} (lg ε): 356,1 (3,92), 400 (перегиб) нм (3,79).

2-(4-Метоксифенил)-6-нитрофенален-1,3-дион (IIIб, $C_{20}H_{13}NO_5$). ИК спектр: 1632 $см^{-1}$ (C=O). Спектр ПМР (ДМСО-D_6): 3,78 (3Н, с, CH_3), 6,98...7,22 (4Н, м, C_6H_4), 7,91...8,53 (5Н, м, 4-Н...9-Н), 10,62 (1Н, шир, ОН). УФ спектр (бензол), λ_{max} (lg ε): 358,6 (4,04), 419 нм (3,82).

2-(4-Диметиламинофенил)-6-нитрофенален-1,3-дион (IIIв, $C_{21}H_{16}N_2O_4$). ИК спектр: 1632 $см^{-1}$ (C=O). Спектр ПМР (ДМСО-D_6): 2,87 (6Н, с, $N(CH_3)_2$), 6,73...7,16 (4Н, м, C_6H_4), 7,89...8,53 (5Н, м, 4-Н...9-Н), 10,36 (1Н, шир, ОН). УФ спектр (бензол), λ_{max} (lg ε): 322 (4,16), 515,1 нм (3,49).

Данные элементного анализа на С, Н, N соответствуют расчетным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pat. 36432 Bulg. / *С. М. Стоянов, Ф. Д. Фратев, П. С. Николов, А. А. Ляпова.* // РЖХ. — 1986. — 22Н241.
2. *Nikolov P., Fratev F., Polansky O. E., Olbrich G., Minchev St.* // Bulg. Acad. Sci., Comm. Dep. Chem. — 1987. — Vol. 20, N 1. — P. 73.

А. В. Гутцайт, И. А. Мейровиц, Н. П. Ядревская, И. Э. Калниня

Рижский технический университет,
Химико-технологический факультет,
Рига LV-1048

Поступило в редакцию 23.09.93

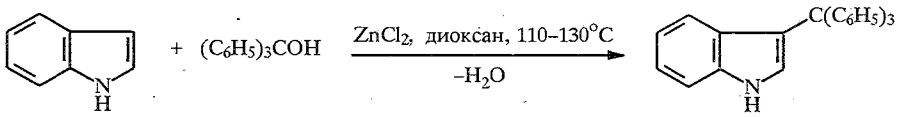
НОВЫЙ СПОСОБ ТРИТИЛИРОВАНИЯ ИНДОЛА

Избирательное введение трифенилметильного радикала (тритилирование) в пиррольный цикл индола может быть достигнуто или по реакции Гриньяра, или кипячением индола с трифенилметилгалогенидом в пиридине [1]. При этом, как было показано [2], замещение идет не по атому азота, как считали ранее [1], а в положении 3 индола.

Основным недостатком названных способов является образование побочных продуктов и трудоемкость процессов выделения и очистки.

Мы установили, что тритилирование индола в положении 3 легко и с количественным выходом протекает при взаимодействии индола с трифенилкарбинолом в присутствии малых (сотые доли моля) количеств хлористого цинка, в условиях азеотропной отгонки воды.

В качестве второго компонента азеотропной смеси служит диоксан, который в начале процесса является также и растворителем.



К 2,35 г (9,04 ммоль) трифенилкарбинола и 0,07 г (0,51 ммоль) хлористого цинка в 1 мл диоксана при нагревании и перемешивании прибавляют 1,00 г (8,55 ммоль) индола. Смесь доводят до кипения и выделяющуюся при реакции воду отгоняют в виде азеотропа с диоксаном. Температура массы повышается. При достижении 130...132 °С нагревание прекращают. Реакционную массу растворяют в бензоле, бензольный раствор фильтруют через окись алюминия. Фильтрат упаривают, осадок отделяют и промывают бензолом. Получают 3,00 г 3-тритилиндола ($C_{27}H_{21}N$) (98%), M^+ 359, $T_{пл}$ 210...212 °С. По данным [1] $T_{пл}$ 211...212 °С. Вещество окрашено в слабо-розовый цвет. Совершенно бесцветное вещество можно получить дополнительной кристаллизацией из бензола.

Данные элементного анализа на С, Н, N соответствуют вычисленным. Вещество идентично (ИК, ТСХ) с образцом 3-тритилиндола, полученного по способу [1].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Funakubo E., Hirotani T.* // Ber. — 1936. — Bd 69. — S. 2123.
2. *Буцкус П. Ф., Рагуотене Н. В.* // ХГС. — 1970. — № 8. — С. 1056.

Д. Ф. Скурыдина, В. Н. Толкаче

Онкологический научный центр РАМН, Москва 115478

Поступило в редакцию 09.09.9

ХГС. — 1993. — № 9. — 1289.

СИНТЕЗ 6-МЕТИЛ-2-МЕТОКСИ-5-НИТРО-4-ФЕНИЛ-1,4-ДИГИДРОПИРИМИДИНА

Подробно исследованы 5-алкоксикарбонил-4-арил-1,4(3,4)-дигидропиримидины, которые являются синтонами для получения антагонистов входа кальция [1—3]. Однако в литературе отсутствуют сведения о 4-арил-1,4-дигидропиримидинах, содержащих в *орто*-положении к геминальному узлу нитрогруппу.

Нами при взаимодействии 1-бензилиден-1-нитропропанона-2 (I) с О-метилизомочевиной в ацетоне при температуре −30 °С (метод А) в качестве единственного продукта из реакционной смеси выделен изомочевина (II). Реакция, очевидно, проходит через образование соответствующего неустойчивого замещенного 3,4,5,6-тетрагидропиримид