

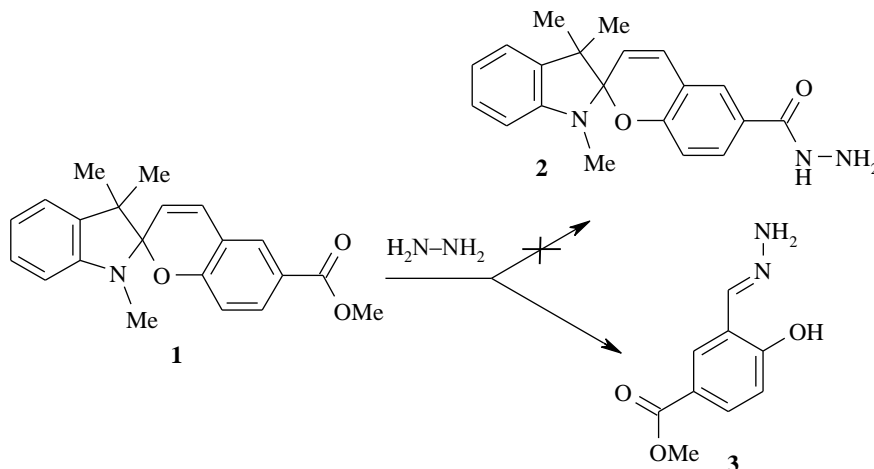
ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ

1,3,3-ТРИМЕТИЛ-6'-МЕТОКСИКАРБОНИЛИНДОЛИНО- 2,2'-[2Н]ХРОМЕНА С ГИДРАЗИНГИДРАТОМ

Ключевые слова: гидразингидрат, гидразон альдегида, индолиноспиропиран, карбонил-метоксикарбонильная группа.

Ранее было показано, что спиропираны ряда бензоксазинона, содержащие в бензоадре [2Н]хроменого фрагмента хелатоформные гидразонные группировки [1], могут быть использованы в качестве лигандов для получения комплексных соединений переходных металлов [2].

Несомненный интерес могли бы представить соединения иного типа, а именно спиропираны **2**, содержащие в качестве заместителя в бензоадре [2Н]хроменого фрагмента гидразид кислоты.



Неожиданно оказалось, в результате реакции спиропирана **1** с гидразингидратом искомый гидразид **2** не образуется, а выделяющееся твердое вещество имеет достаточно простой и хорошо разрешенный спектр ЯМР ^1H , что позволило идентифицировать его в совокупности с данными ИК спектроскопии как метиловый эфир 3-гидразонометил-4-гидроксибензойной кислоты (**3**).

Спектры ЯМР ^1H снимали на приборе Varian Unity-300 (300 МГц) в CDCl_3 , отнесение сигналов относительно остаточных протонов растворителя (δ 7.26 м. д.), ИК спектры – на приборе Specord IR-75 в вазелиновом масле.

1,3,3-Триметил-6'-метоксикарбонилиндолино-2,2'-[2Н]хромен (**1**) получают непродолжительным кипячением эквимольных количеств перхлората 1,2,3,3-тетраметил-индоления, метилового эфира 4-гидрокси-3-формилбензойной кислоты и пиперидина в 2-пропанол. Осадок, выпавший после охлаждения реакционной смеси, отфильтровывают и перекристаллизовывают из метанола. Т. пл. 109 °С (т. пл. 106–108 °С [3]). Спектр ЯМР ^1H соответствует структуре **1**.

Метиловый эфир 3-гидразонометил-4-гидроксибензойной кислоты (3). Смесь 335 мг (1 ммоль) спиропирана **1** и 55 мг (1.1 ммоль, ~0.05 мл) 100% гидразингидрата в абсолютном метаноле кипятят 30 мин, реакционную смесь охлаждают до выпадения осадка, который отфильтровывают. Выход 161 мг (83%), т. пл. 193 °С (из ацетонитрила). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.89 (3H, с, OCH_3); 5.53 (2H, с, NH_2); 6.96 (1H, д, $J = 8.6$, H-5), 7.90 (1H, с, $-\text{CH}=\text{N}-$); 7.83–7.89 (2H, м, H-6,2); 11.61 (1H, с, OH). В спектре ЯМР ^1H отсутствуют сигналы протонов *gem*-диметильных групп в положении 3 индолинового фрагмента, а также дублетный сигнал протонов в положении 3' пиранового цикла [2Н]хроменого фрагмента, характерные для спиропиранов индолинового ряда. Найдено, %: С 55.53; Н 5.27; N 14.25. $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5$. Вычислено, %: С 55.67; Н 5.19; N 14.43.

Наличие в ИК спектре соединения **3** полос валентных колебаний ν_{OH} и ν_{NH} 3374 и 3229 cm^{-1} , соответственно, а также сильной полосы поглощения при 1700 cm^{-1} дает основание установить для соединения **3** структуру метилового эфира 3-гидразонометил-4-гидроксибензойной кислоты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. О. Буланов, Б. Б. Сафоклов, Б. С. Лукьянов, В. В. Ткачев, В. И. Минкин, С. М. Алдошин, Ю. С. Алексеенко, *XTC*, 350 (2003). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **39**, 308 (2003)].
2. А. О. Буланов, Б. С. Лукьянов, В. А. Коган, Н. С. Трофимова, М. Б. Лукьянова, Н. Н. Горунова, в кн. *Международная конференция по новым технологиям и приложениям современных физико-химических методов (ядерный магнитный резонанс, хроматография/масс-спектрометрия, ИК-Фурье спектроскопия и их комбинации) для изучения объектов окружающей среды, включая секцию молодых ученых Научно-образовательных центров России. Материалы конференции*, Ростов-на-Дону, 2001, с. 21.
3. A. Hinnen, C. Audic, R. Cautron, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 2066 (1968).

М. Б. Лукьянова, В. А. Коган, Б. С. Лукьянов^а, Ю. С. Алексеенко^б

*Химический факультет Ростовского государственного
университета, Ростов-на-Дону 344090, Россия*

Поступило 30.10.2006

^а*Научно-исследовательский институт физической и
органической химии Ростовского государственного
университета, Ростов-на-Дону 344090, Россия
e-mail: lab811@ipoc.rsu.ru*

^б*Южный научный центр РАН,
Ростов-на-Дону 344006*

ХГС. – 2007. – № 5. – С. 784