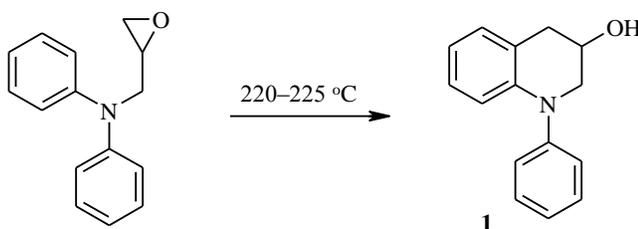


НОВЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА 3-ГИДРОКСИ-1-ФЕНИЛ-1,2,3,4-ТЕТРАГИДРОХИНОЛИНА

Ключевые слова: 3-гидрокси-1-фенил-1,2,3,4-тетрагидрохинолин, N-(2,3-эпоксипропил)дифениламин, эпихлоргидрин, циклизация.

При нагревании дифениламина с эпихлоргидрином под давлением [1] или с добавлением йодистого натрия при высоких температурах [2] образуется 3-гидрокси-1-фенил-1,2,3,4-тетрагидрохинолин (**1**). В работе [3] его получали нагреванием дифениламина с избытком эпихлоргидрина при атмосферном давлении без катализатора. Те же авторы доказали, что образование соединения **1** происходит через N-(2-гидрокси-3-хлорпропил)дифениламин [4].

Нами обнаружено, что тетрагидрохинолин **1** с выходом 53% можно получить и из эпоксипропильного производного дифениламина.



При вакуумной перегонке N-(2,3-эпоксипропил)дифениламина, синтезированного взаимодействием дифениламина и эпихлоргидрина в присутствии KOH [5], нами было замечено образование побочного продукта, температура плавления которого (78–79 °C) соответствовала температуре плавления известного соединения **1** [3]. Оптимальная температура циклизации – 220–225 °C, повышение температуры снижает выход продукта циклизации **1**. Для однозначного установления его структуры были сняты ЯМР ¹H, ИК и масс-спектры, так как в литературе эти данные отсутствуют.

Спектр ЯМР ¹H зарегистрирован на спектрометре Gemini-2000 (300 МГц), внутренний стандарт TMS. ИК спектр снят на спектрометре UR-20 в таблетке KBr. Масс-спектр записан на приборе Waters ZQ-2000 при прямом вводе образца. Контроль за ходом реакции осуществлялся методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254 в системе ацетон–гексан, 1:4. Для колоночной хроматографии использовался силикагель L 40/100 (Chemapol).

3-Гидрокси-1-фенил-1,2,3,4-тетрагидрохинолин (1). Нагревают 11.3 г (0.05 моль) N-(2,3-эпоксипропил)дифениламина при температуре 220–225 °C в атмосфере азота в течение 30 ч. По окончании реакции продукт выделяют хроматографированием. После удаления элюента образовавшиеся кристаллы отфильтровывают и промывают эфиром. Выход 6 г (53.1%), т. пл. 78–79 °C (78.5–79.0 °C [3]). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 7.41–6.66 (9H, м, Ar); 4.34–4.25 (1H, м, CH); 3.77–3.46 (2H, м, NCH₂); 3.13 (1H, д, д, J_{AB} = 16.5, J_{AX} = 4.4, система ABX, H_A из CH₂CH); 2.86 (1H, д, д, J_{BX} = 4.6, H_B из CH₂CH); 2.44–2.23 (1H, ш. с, OH). ИК спектр, ν, см⁻¹: 3280 (OH). Масс-спектр (ХИ, 20 В), m/z (I_{отн}, %): 226 [M+H]⁺ (100), 208 [M+H–H₂O]⁺ (90).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Germ. Pat. 284291, *Chemischer Zentralblatt*, 1915 II, 110.
2. W. Davies, W. Savige, *J. Chem. Soc.*, 890 (1950).
3. Н. Н. Ворожцов мл., С. И. Куткевичус, *ХГС*, 374 (1965).
4. С. И. Куткевичус, Н. Н. Ворожцов мл., *ХГС*, 549 (1965).

Б. Барвайнене, А. Станишаускайте, В. Гятаутис

*Каунасский технологический университет,
Кафедра органической химии,
Каунас LT-50270, Литва
e-mail: brone.barvainiene@ktu.lt
e-mail: albina.stanisauskaite@ktu.lt
e-mail: vytautas.getautis@ktu.lt*

Поступило в редакцию 02.12.2005

ХГС. – 2006. – № 1. – С. 138
