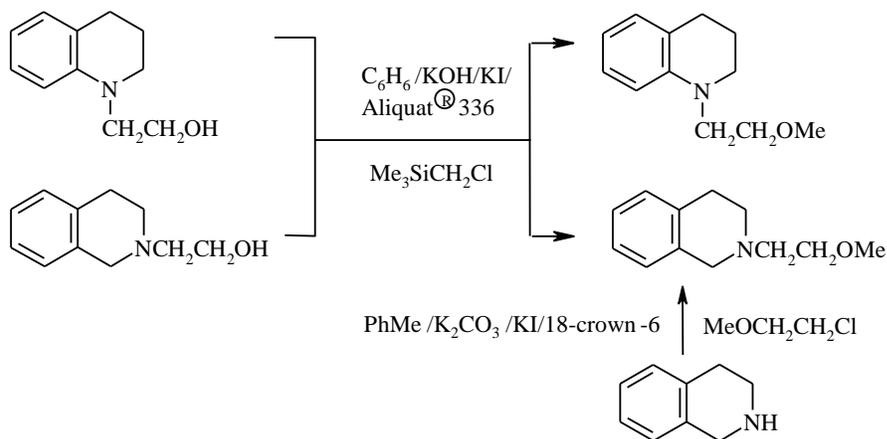


**НЕОЖИДАННОЕ О-МЕТИЛИРОВАНИЕ  
N-(2-ГИДРОКСИЭТИЛ)-1,2,3,4-ТЕТРАГИДРОИЗОХИНОЛИНА И  
-1,2,3,4-ТЕТРАГИДРОИЗОХИНОЛИНА ПРИ КРЕМНЕАЛКИЛИРОВАНИИ  
ТРИМЕТИЛХЛОРЕТИЛСИЛАНом В УСЛОВИЯХ МЕЖФАЗНОГО КАТАЛИЗА**

**Ключевые слова:** тетрагидроизохинолин, тетрагидрохинолин, алкилирование, силилирование, межфазный катализ.

В продолжение изучения биологической активности кремнийорганических производных тетрагидрохинолина и тетрагидроизохинолина [1–3] нами предпринята попытка получения триалкилсилилалкилпроизводных гидроксиэтилтетрагидро(изо)хинолинов в условиях межфазного катализа.



Нами установлено, что в результате кремнеалкилирования первичных спиртовых групп N-(2-гидроксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолина и -тетрагидрохинолина триметилхлорметилсиланом в условиях межфазного катализа основными продуктами реакции являются N-(2-метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин и N-(2-метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидрохинолин, соответственно, т. е. вместо целевого О-триметилсилилметилирования протекает О-метилирование первичных спиртовых групп. Реакция проводилась в системе  $C_6H_6$ /KOH/KI/Aliquat® 336 в течение 10 ч при температуре 80 °С и эквивалентном соотношении реагентов тетрагидрохинолин:силан 1:1.05. Выход продуктов метилирования более 40%. Строение полученного N-(2-метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолина было подтверждено встречным синтезом – N-алкилированием тетрагидроизохинолина 2-хлорэтилметиловым эфиром в условиях межфазного катализа с использованием системы толуол/ $K_2CO_3$ /KI/18-краун-6.

**Общий метод О-кремнеалкилирования.** Смесь 6.3 г (35.5 ммоль) гетероциклического 2-аминоспирта, 9.97 г (178 ммоль) гидроксида калия, 11.79 г (71 ммоль) иодида калия, 4.42 г (36 ммоль) триметилхлорметилсилана и 0.72 г (1.78 ммоль) Aliquat® 336 в 25 мл сухого бензола перемешивают при 80 °С в течение 10 ч. Затем осадок отфильтровывают, из фильтрата отгоняют растворитель и продукт выделяют перегонкой в вакууме.

**N-Алкилирование.** Смесь 0.49 г (3.7 ммоль) тетрагидроизохинолина, 1.53 г (11.1 ммоль) карбоната калия, 1.24 г (7.5 ммоль) иодида калия, 0.42 г (4.4 ммоль) 2-хлорэтилметилового эфира и 0.049 мг (0.2 ммоль) 18-краун-6 в 2.3 мл сухого толуола перемешивают при 100 °С в течение 14 ч. Затем осадок отфильтровывают, из фильтрата отгоняют растворитель и продукт выделяют в результате хроматографического разделения продуктов реакции на колонке, элюент этилацетат–гексан, 52:48. Выход 0.28 г (40%).

**N-(2-Метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин.** Выход 3.25 г (48%). Т. кип. 126–128 °С (3 мм рт. ст.). Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{отн.}$ , %): 191 [ $M$ ]<sup>+</sup>, 146 [ $M$ – $CH_2OCH_3$ ]. Спектр ЯМР  $^1H$  (90 МГц,  $CDCl_3$ ),  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.77 (2H, т,  $J$  = 6,  $NCH_2$ ); 2.83 (4H, м, 3,4- $CH_2$ ); 3.37 (3H, с,  $OCH_3$ ); 3.47 (2H, т,  $J$  = 6,  $OCH_2$ ); 3.72 (2H, с, 1- $CH_2$ ); 6.92–7.12 (4H, м, аром.). Найдено, %: С 75.10; Н 9.07; N 7.52.  $C_{12}H_{17}NO$ . Вычислено, %: С 75.35; Н 8.96; N 7.32.

**N-(2-Метоксиэтил)-1,2,3,4-тетрагидрохинолин.** Выход 2.78 г (41%). Т. кип. 135–137 °С (4 мм рт. ст.). Содержание основного вещества 98.2%, согласно данным ВЭЖХ (Symmetry  $C_{18}$ , 4.6 × 150 мм, система: 70% ацетонитрил + 30% [0.1%  $H_3PO_4$  +  $H_2O$ ], pH 2.5). Детектор УФ ( $\lambda$  = 220 нм). Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{отн.}$ , %): 191 [ $M$ ]<sup>+</sup>, 146 [ $M$ – $CH_2OCH_3$ ]. Спектр ЯМР  $^1H$  (90 МГц,  $CDCl_3$ ),  $\delta$ , м. д.: 1.92 (2H, м, 3- $CH_2$ ); 2.75 (2H, т, 4- $CH_2$ ); 3.23–3.66 (9H, м,  $OCH_3$  +  $OCH_2$  + 2- $CH_2$  +  $NCH_2$ ); 6.47–7.31 (4H, м, аром.). Найдено, %: С 75.43; Н 9.04; N 7.25.  $C_{12}H_{17}NO$ . Вычислено, %: С 75.35; Н 8.96; N 7.32.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Э. Лукевиц, И. Сегал, А. Заблоцкая, С. Германе, *ХГС*, 793 (1996).
2. Э. Лукевиц, С. Германе, И. Сегал, А. Заблоцкая, *ХГС*, 270 (1997).
3. E. Lukevics, I. Segal, A. Zablotzkaya, S. Germane, *Molecules*, **2**, 180 (1997).

**А. Е. Заблоцкая, И. Д. Сегал, Э. Лукевиц**

*Латвийский институт органического синтеза,  
Рига LV-1006  
e-mail: aez@osi.lv*

*Поступило в редакцию 27.04.2004*

ХГС. – 2004. – № 7. – С. 1110

---