

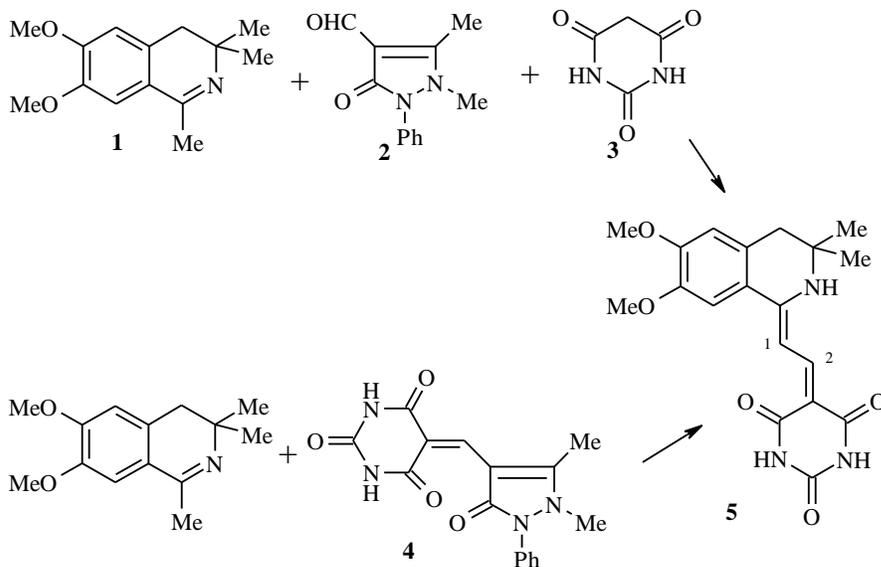
НЕОБЫЧНАЯ КОНДЕНСАЦИЯ 1,3,3-ТРИМЕТИЛ-6,7-ДИМЕТОКСИ-3,4-ДИГИДРОИЗОХИНОЛИНА С 4-АНТИПИРИЛИДЕНБАРБИТУРОВОЙ КИСЛОТОЙ

Ключевые слова: антипирин-4-карбальдегид, барбитуровая кислота, 1,3,3-триметил-6,7-диметокси-3,4-дигидроизохинолин.

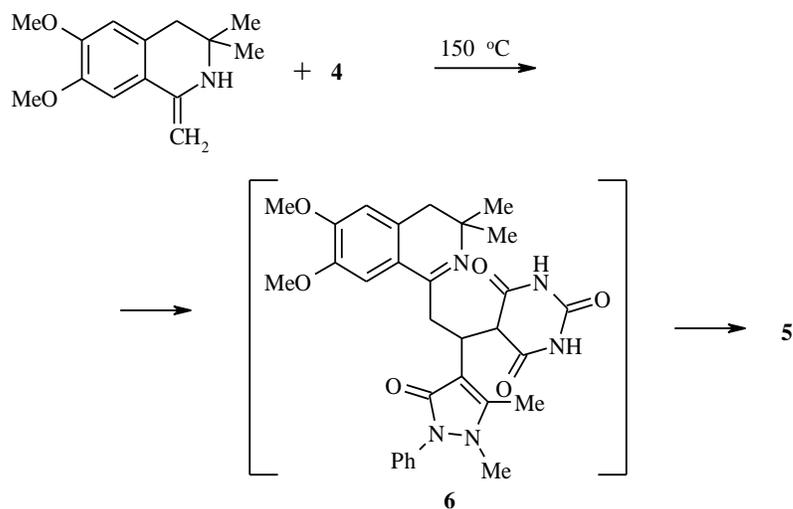
Описано взаимодействие арилиденбарбитуровых кислот с 1-метил-3,4-дигидроизохинолинами, приводящее к соответствующим производным 8-азастероидов [1. – С. 208]. Эту реакцию можно осуществлять как с самой арилиденбарбитуровой кислотой, так и в трехкомпонентном варианте – нагреванием смеси альдегида, барбитуровой кислоты и 1-метил-3,4-дигидроизохинолина в ДМФА [1. – С. 426].

Поскольку 8-азастероиды с заместителями в положении 7 до сих пор не описаны, представляло интерес провести аналогичную реакцию с 1,3,3-триметил-6,7-диметокси-3,4-дигидроизохинолином.

Однако, как нами установлено, реакция 1,3,3-триметил-6,7-диметокси-3,4-дигидроизохинолина (**1**) со смесью 4-антипиринальдегида **2** и барбитуровой кислоты **3** или с продуктом **4**, полученным конденсацией соединений **2** и **3**, приводит к образованию только 1-(3,3-диметил-6,7-диметокси-1,2,3,4-тетрагидро-1-изохинолилиден)-2-(3,5-диаза-2,4,6-триоксо-1-циклогексидил)этана (**5**), существующего, судя по КССВ вицинальных протонов (~15 Гц), в *транс*-конформации.



Вероятно, на первой стадии реакции антипириленбарбитуровая кислота **4** присоединяется по Михаэлю к енаминной форме 3,4-дигидро-изохинолина **1**, но продукт **6** оказывается неустойчивым в условиях реакции и отщепляет антипириновый фрагмент.



1-(3,3-Диметил-6,7-диметокси-1,2,3,4-тетрагидро-1-изохинолиден)-2-(3,5-диаза-2,4,6-триоксо-1-циклогексилиден)этан (5). К смеси 2.21 г (0.01 моль) соединения **1**, 1.28 г (0.01 моль) барбитуровой кислоты и 2.16 г (0.01 моль) антипиринкарбальдегида добавляют 10 мл сухого ДМФА и смесь нагревают до кипения. Сначала смесь становится гомогенной, но через 1–2 мин начинается обильное выделение осадка. Нагревают 15 мин, охлаждают, выливают в 100 мл воды, красный осадок собирают, сушат и кристаллизуют из спирта. Выход 59%, разлагается при ~217 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 3300 (NH); 1730, 1660 (C=O); 1615 (C=N). Спектр ЯМР ^1H снят на спектрометре Bruker AM 300 (300 МГц) в ДМСО- d_6 , внутренний стандарт Me_4Si , δ , м. д.: 1.31 (6H, с, *гем*- CH_3); 2.87 (2H, с, CH_2 -4); 3.83 (3H, с, OCH_3 -6); 3.89 (3H, с, OCH_3 -7); 6.96 (1H, с, 5-H); 7.28 (1H, с, 8-H); 7.55 (1H, д, H(1) винил); 8.30 (1H, д, H(2) винил); 9.70 (1H, с, $\text{NH}_{\text{изох}}$); 10.01 (1H, уш. с, $\text{NH}_{\text{барб}}$); 10.12 (1H, уш. с, $\text{NH}_{\text{барб}}$). Масс-спектр снят на приборе "Finnigan MAT" в стандартных условиях (ЭУ, 70 эВ), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 371 $[\text{M}]^+$ (100); 356 $[\text{M} - \text{Me}]$ (90); 341 $[\text{M} - 2\text{Me}]$ (23); 296 (68); 283 $[\text{M} - \text{NHCONH}]$ (20); 270 (45); 244 $[\text{M} - \text{барб. к-та}]$ (50); 233 (60); 218 $[\text{M} - \text{барб. к-та} - \text{CH}=\text{CH}]$ (70); 191 [метокси-3,3-диметил-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин] (40); 128 [барб. к-та] (38).

Работа выполнена при частичном финансовом участии гранта Президента РФ для поддержки ведущих научных школ НШ-2020.2003.3 и про-граммы Президиума РАН "Новые принципы и методы направленного синтеза веществ с заданными свойствами".

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. Л. Михальчук, О. В. Гулякевич, в кн.: *Азотистые гетероциклы и алкалоиды*, Иридий-Пресс, Москва, **2** (2001).

Ю. В. Шкляев

Институт технической химии
УрО РАН, Пермь 614990
e-mail: cheminst@mpm.ru

Поступило в редакцию 10.06.2003
После доработки 29.01.2004