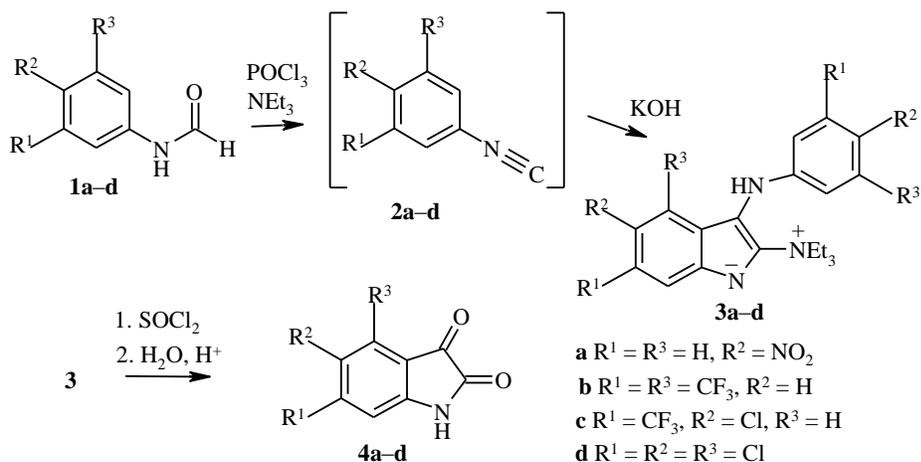


НОВЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА ИЗАТИНОВ

Ключевые слова: ароматические изоцианиды, 2,3-дизамещенные индолы, изатины.

Изатины, на основе которых получены противовирусные препараты, пестициды, красители, аналитические реагенты, на протяжении многих десятилетий привлекают внимание исследователей [1]. Мы предлагаем новый метод синтеза труднодоступных изатинов, содержащих электроноакцепторные группы NO₂, Cl, CF₃. Метод основан на обнаруженной нами реакции ароматических изоцианидов с третичными аминами [2] и включает две стадии. На первой стадии из соответствующего ароматического формамида **1** без выделения промежуточно образующихся изоцианидов **2** получают 2-триэтиламмонио-3-ариламиноиндолаты **3**. Нагревание соединений **3** с избытком SOCl₂ и последующий гидролиз продуктов реакции приводят к целевым изагинам **4**. Общий выход изатинов в пересчете на формамиды составляет 40–55%. Механизм данной реакции является предметом дальнейших исследований.



5-Нитроизатин (4a). К смеси сухого бензола (20 мл), триэтиламина (2 мл) и хлорокиси фосфора (0.56 мл, 6 ммоль) присыпают 4-нитроформиланилин (0.83 г, 5 ммоль), перемешивают 1 ч при 10 °С, затем при охлаждении промывают реакционную смесь 10% раствором KOH (12 мл). Отделяют органический слой, сушат над Na₂SO₄ и кипятят 4 ч. Добавляют гексан (10 мл) и отфильтровывают образовавшийся осадок соединения **3a** [2]. Осадок (0.84 г) заливают SOCl₂ (8 мл) и кипятят 5 ч, отгоняют избыток тионилхлорида, затем добавляют воду (1 мл), концентрированную соляную кислоту (15 мл) и кипятят еще 2 ч. Отгоняют избыток кислоты, остаток промывают водой (20 мл × 2) и экстрагируют горячим этанолом, из которого при упаривании выпадают желтые кристаллы продукта. Выход 0.2 г (42%). Т. пл. 245 °С. Лит. т. пл. 245 °С [1].

Аналогично получают следующие соединения.

4,6-Дитрифторметилизатин (4b). Выход 57%. Т. пл. 193–194 °С (из бензола). Спектр ЯМР ¹H (DMCO-d₆), δ, м. д.: 11.52 (1H, с, NH); 7.60 (1H, с, 5-H); 7.42 (1H, с, 7-H). Масс-спектр, *m/z*: 283 [M]⁺, 255 [M-CO]⁺. Найдено, %: C 42.33; H 1.07; N 5.04. C₁₀H₃F₆NO₂. Вычислено, %: C 42.42; H 1.06; N 4.95.

5-Хлор-6-трифторметилизатин (4c). Выход 48%. Т. пл. 210–211 °С (из бензола). Спектр ЯМР ¹H (DMCO-d₆), δ, м. д.: 11.31 (1H, с, NH); 7.68 (1H, с, 4-H); 7.23 (1H, с, 7-H). Масс-спектр, *m/z*: 249 [M]⁺, 221 [M-CO]⁺. Найдено, %: C 43.41; H 1.16; N 5.57. C₉H₃ClF₃NO₂. Вычислено, %: C 43.32; H 1.20; N 5.61.

4,5,6-Трихлоризатин (4d). Выход 46%. Т. пл. 112–113 °С (из смеси бензол-гексан, 1 : 1). Спектр ЯМР ¹H (DMCO-d₆), δ, м. д.: 11.39 (1H, с, NH); 7.12 (1H, с, 7-H). Масс-спектр, *m/z*: 249 [M]⁺, 221 [M-CO]⁺. Найдено, %: C 38.29; H 0.76; N 5.44. C₈H₂Cl₃NO₂. Вычислено, %: C 38.37; H 0.80; N 5.59.

Работа выполнена при поддержке фонда CRDF (грант REC-005).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Г. И. Жунгиету, М. А. Рехтер, *Изатин и его производные*, Штиинца, Кишинев, 1977, 210.
2. М. А. Mironov, V. S. Mokrushin, *Mendeleev Commun.*, No. 6, 242 (1998).

М. А. Миронов, М. И. Клебан, В. С. Мокрушин

Уральский государственный технический университет,

Поступило в редакцию 08.12.2000

Екатеринбург 620002, Россия
e-mail: mir@htf.ustu.ru

ХГС. – 2001. – № 3. – С. 397