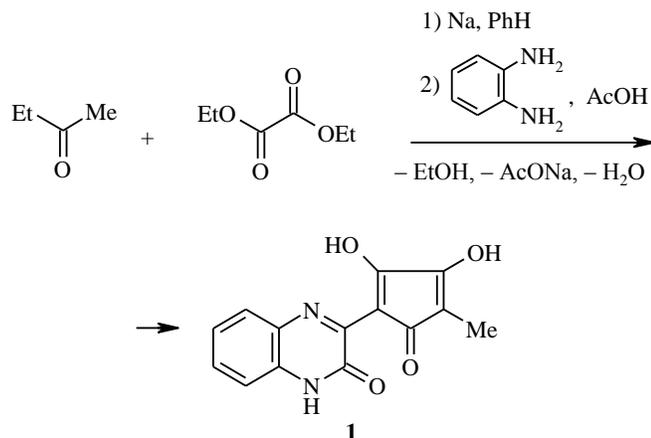


ПРОСТОЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ 3-(2,3-ДИГИДРОКСИ-4-МЕТИЛ-5-ОКСО-1,3-ЦИКЛОПЕНТАДИЕНИЛ)-2(1H)-ХИНОКСАЛИНОНА

Ключевые слова: 2-бутанон, 3-(2,3-дигидрокси-4-метил-5-оксо-1,3-циклопентади-енил)-2(1H)-хиноксалинон, диэтилоксалат, *o*-фенилендиамин.

3-Ацилметил-2(1H)-хиноксалиноны широко используются в органическом синтезе и являются биологически активными соединениями [1–4]. Недавно был предложен удобный одностадийный метод получения 3-(2-оксо-2(R)-этилиден)производных 2H-1,4-бензоксазин-2-онов и 2(1H)-хиноксалинонов конденсацией ацетона, пинаколина или арилметилкетонов с диэтилоксалатом в присутствии основания с дальнейшей нейтрализацией и действием *o*-аминофенола или *o*-фенилендиамина [5]. Метод ограничивался указанными моноциклическими структурами, бициклические соединения этим способом ранее получены не были. В продолжение исследований нами разработан очень простой препаративный метод синтеза неизвестного ранее 3-(2,3-дигидрокси-4-метил-5-оксо-1,3-циклопентадиенил)-2(1H)-хиноксалинона (**1**) реакцией 2-бутанона с диэтилоксалатом в присутствии натрия при кипячении смеси в бензоле с последующей обработкой уксусной кислотой и *o*-фенилендиамином.



Спектры ЯМР ^1H снимали на приборе Bruker DRX-500 (500 МГц) в DMSO-d_6 , внутренний стандарт ТМС.

3-(2,3-Дигидрокси-4-метил-5-оксо-1,3-циклопентадиенил)-2(1H)-хиноксалинон (1). К смеси 0.9 мл (0.01 моль) 2-бутанона, 2.8 мл (0.02 моль) диэтилоксалата и 20 мл бензола добавляют при перемешивании и охлаждении небольшими кусочками 0.46 г (0.02 моль) натрия, затем кипятят 3 ч. Растворитель упаривают, остаток тщательно растирают с 20 мл холодной воды, затем при перемешивании добавляют 10 мл AcOH и 1.08 г (0.01 моль) *o*-фенилендиамина. Через 3 ч осадок соединения **1** отфильтровывают и кристаллизуют из ДМФА. Выход 1.95 г (72%). Т. разл. 298–300 °С. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.87 (3H, с, CH_3); 7.14 (1H, т, $J = 8.0$, H-6); 7.32 (1H, т, $J = 8.2$, H-7); 7.40 (1H, д, $J = 8.8$, H-8); 7.95 (1H, с, 3'-OH); 8.05 (1H, д, $J = 9.0$, H-5); 11.68 (1H, уш. с, $\text{N}_{(1)}\text{H}$), 14.10 (1H, уш. с, 2'-OH). Масс-спектр (Finnigan MAT INCOS 50), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 270 [M] $^+$ (22), 226 (9), 225 (11), 224 [$\text{M} - \text{CO} - \text{H}_2\text{O}$] $^+$ (22), 223 (9), 198 (10), 197 (12), 169 (22), 168 [$\text{M} - \text{C}_6\text{H}_4\text{CN}$] $^+$ (31), 167 (5), 153 (5), 140 (5), 129 (5), 114 (5), 112 (7), 103 (5), 102 [$\text{C}_6\text{H}_4\text{CN}$] $^+$ (8), 84 (12), 77 [C_6H_5] $^+$ (15), 76 (10), 75 (5), 73 (32), 70 (7), 63 (8), 52 (7), 51 (11), 50 (11), 45 (8), 44 (10), 42 (22), 41 (13), 40 (10), 39 (18), 38 (5). Найдено, %: С 61.97; Н 3.50; N 10.56. $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_4$. Вычислено, %: С 62.22; Н 3.73; N 10.37.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. С. Г. Питиримова, Автореф. дис. канд. хим. наук, Пермь, 1979.
2. Ю. С. Андрейчиков, С. Н. Шуров, *Химия пятичленных 2,3-диоксогетероциклов*, Пермский гос. ун-т, Пермь, 1994, с. 5.
3. В. О. Козьминых, Н. М. Игидов, Е. Н. Козьминых, Е. С. Березина, *Химия и биологическая активность синтетических и природных соединений. Азотистые гетероциклы и алкалоиды*, Иридиум-Пресс, Москва, 2001, **1**, 345 с.
4. В. О. Козьминых, Е. Н. Козьминых, *Избранные методы синтеза и модификации гетероциклов*, ред. В. Г. Карцев, ИВБ

- Press, Москва, 2003, 1, 255 с.
5. Е. Н. Козьминых, В. О. Козьминых, *Вузовская наука – Северо-Кавказскому региону. Естеств. и точные науки. Техн. и приклад. науки. Матер. VIII регион. науч.-техн. конф.*, СевКавГТУ, Ставрополь, 2004, 1, с. 27.

**В. О. Козьминых, В. И. Гончаров^а, А. В. Аксенов^б,
Е. Н. Козьминых^в, С. И. Фирганг^г**

*Северо-Кавказский государственный
технический университет,
Ставрополь 355038, Россия
e-mail: kvoncstu@yahoo.com,
e-mail: kvo@pi.ccl.ru*

Поступило в
редакцию 09.02.2005

^а*Ставропольская государственная медицинская
академия, Ставрополь 355014, Россия*

Дополнено
07.12.2005

^б*Ставропольский государственный университет,
Ставрополь 355009, Россия
e-mail: aksenov@s-service.ru*

^в*Пермский государственный педагогический
университет, Пермь 614990, Россия
e-mail: kozminykh@pspu.ac.ru*

^г*Институт органической химии
им. Н. Д. Зелинского,
Москва 119991, Россия*

ХГС. – 2006. – № 2. – С. 312
