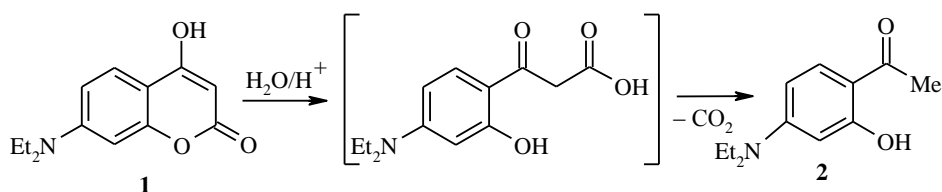


ПРЕПАРАТИВНЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2-ГИДРОКСИ-4-ДИАЛКИЛАМИНОАЦЕТОФЕНОНОВ

Ключевые слова: 1-(2-гидрокси-4-диэтиламинофенил)этанон, 4-гидрокси-7-диэтиламинохромен-2-он, декарбосилирование.

Размыкание 4-гидроксикумаринового кольца минеральными кислотами с последующим декарбосилированием известно давно [1], однако эта реакция не имела препаративного значения для синтеза соответствующих ацетофенонов. В большинстве случаев есть более удачные методики получения целевых соединений, к тому же обычно указанное превращение протекает с низкими выходами и сопровождается большим осмолением.

4-Диалкиламино-2-гидроксиацетофеноны можно получить перегруппировкой Фриса соответствующих ацетоксипроизводных [2], но в этом случае из-за сильного осмоления выход ацетофенона низкий (около 15%), а выделение его и очистка достаточно сложны.



На примере N-диэтильного производного мы показали, что расщепление цикла легко доступных 7-диалкиламино-4-гидроксикумаринов **1** [3] при действии минеральных кислот представляет собой препаративный способ синтеза целевых ацетофенонов **2**.

1-(4-Диэтиламино-2-гидроксифенил)этанон (2, R = Et). Раствор 40 г (0.172 моль) 4-гидрокси-7-диэтиламинокумарина (**1**) в 340 мл 30% H₂SO₄ нагревают 5 ч при 125 °С (до прекращения выделения углекислого газа). Реакционную смесь нейтрализуют водным аммиаком, экстрагируют хлористым метиленом, экстракт сушат сульфатом магния, упаривают и остаток перекристаллизовывают из гексана. Выход ацетофенона **2** 32 г (90%), т. пл. 42–44 °С. Спектр ЯМР ¹H (Varian VXR-300, 300 МГц, CDCl₃, TMC, δ, м. д. (J, Гц)): 1.20 (6H, т, J = 6.9, 2CH₃); 2.47 (3H, с, CH₃CO); 3.39 (4H, к, J = 6.6, 2NCH₂); 6.07 (1H, с, H-3); 6.18 (1H, д, J = 9.3, H-5); 7.51 (1H, д, J = 9.3, H-6).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. K. Fucik, S. Koristek, N. Jancik, B. Kakac, *Collect. Czech. Chem. Commun.*, **18**, 694 (1953).
2. R. R. Sauers, S. N. Husain, A. P. Piechowski, G. R. Bird, *Dyes and Pigments*, **8**, 35 (1987).
3. A. Knierzinger, O. S. Wolfbeis, *J. Heterocycl. Chem.*, **17**, 225 (1980).

Е. М. Пороник, М. П. Шандура, Ю. П. Ковтун

Институт органической химии
НАН Украины, Киев 02094
e-mail: yu_kovtun@svitonline.com

Поступило в редакцию 31.03.2005

ХГС. – 2005. – № 4. – С. 635