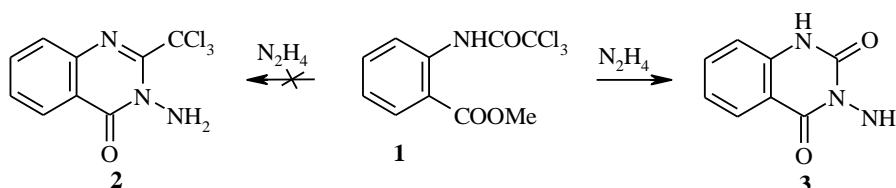


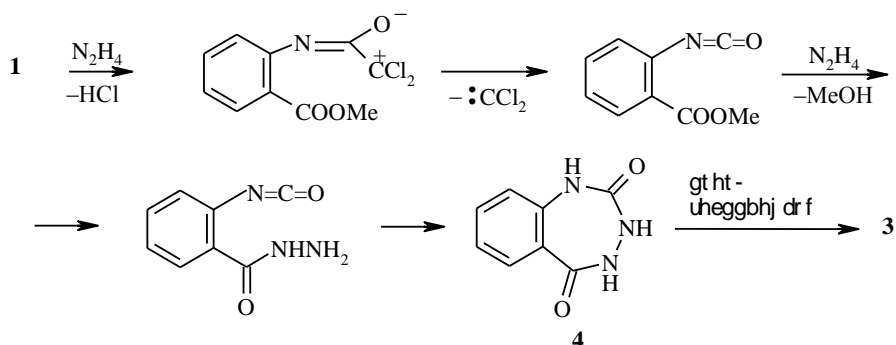
СПОСОБ СИНТЕЗА 3-АМИНО-1,2,3,4-ТЕТРАГИДРОХИНАЗОЛИН-2,4-ДИОНА

Ключевые слова: дихлоркарбен, изоцианат, 1,2,3,4-тетрагидрохина-золин.

Мы ожидали, что N-трихлорацетилметилантранилат (**1**) по аналогии с метилантранилатами, ацилированными алифатическими кислотами [1], даст при взаимодействии с гидразином 3-амино-2-трихлорметил-3,4-дигидро-хиназолин-4-он (**2**). Однако при эквимольном соотношении реагентов с выходом около 30%, а при соотношении амид-гидразин, 1 : 2, с выходом 65% был выделен 3-амино-1,2,3,4-тетрагидрохиназолин-2,4-дион (**3**).



Мы предполагаем, что гидразин как сильное основание отщепляет HCl от трихлорацетамидной группы, которая путем последующего выброса дихлоркарбена переходит в изоцианатную группу. Параллельно из сложноэфирной группы под действием избытка гидразина генерируется гидразидная группировка, которая внутримолекулярно нуклеофильно присоединяется к изоцианатной группе с образованием семичленного гетероцикла **4**. Последний в условиях реакции перегруппировывается в соединение **3**.



Спектры ЯМР ^1H синтезированных соединений снимали на приборе Varian Гтшен-300 (рабочая частота 300 МГц).

N-Трихлорацетилметилантранилат (1). Смесь 30 мл (0.26 моль) трихлорацетил-хлорида и 34.5 мл (0.26 моль) метилантранилата в 250 мл толуола кипятят до прекращения выделения HCl и полного растворения суспензии гидрохлорида амина. Из реакционной смеси отгоняют 200 мл растворителя, остаток разбавляют 150 мл петролейного эфира. Смесь охлаждают до $-11\text{ }^\circ\text{C}$ и отфильтровывают выпавшие желтоватые иголки амида **1**. Выход 67.8 г (88%), т. пл. $85\text{--}87\text{ }^\circ\text{C}$ (из гептана). Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м. д.: 3.79 (3H, с, COOCH_3); 7.13–7.88 (4H, м, аром. протоны); 10.62 (1H, с, NH). Найдено, %: С 40.72; Н 2.60; N 4.54. $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{Cl}_3\text{NO}_3$. Вычислено, %: С 40.50; Н 2.72; N 4.72.

3-Амино-1,2,3,4-тетрагидрохиназолин-2,4-дион (3). Смесь 29.6 г (0.10 моль) амида **1** и 11.0 мл (0.20 моль) 98% гидразингидрата в 250 мл метанола нагревают при $\sim 100\text{ }^\circ\text{C}$. Через 2 ч из образовавшейся суспензии отгоняют 200 мл растворителя и остаток охлаждают до $0\text{ }^\circ\text{C}$. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают на фильтре 3×50 мл воды и высушивают при $100\text{ }^\circ\text{C}$. Выход 11.5 г (65%). Бесцветные кристаллы, т. пл. $287\text{--}289\text{ }^\circ\text{C}$ (из смеси ДМФА-метанол, 1 : 4). Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м. д.: 5.50 (2H, с, NH_2); 7.22–7.94 (4H, м, аром. протоны); 11.6 (1H, с, NH). Найдено, %: С 54.01; Н 4.11; N 23.98. $\text{C}_8\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2$. Вычислено, %: С 54.24; Н 3.98; N 23.72.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 02-03-81011 Бел 2002) и Мини-стерства Образования Российской Федерации (гранты Е 00-5.0-111 и Е 00-5.0-117).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Б. С. Лукьянов, А. А. Максименко, Д. Я. Подгорный, Ю. А. Саяпин, А. О. Буланов, *Тез. докл. научной конф. Современные проблемы органической химии*, посвященной 70-летию со дня рождения академика В. А. Коптюга, Новосибирск, 2001, 147.

**А. А. Максименко, Б. С. Лукьянов, Ар. А. Максименко,
Ю. С. Алексеенко**

*Научно-исследовательский институт
физической и органической химии
Ростовского государственного
университета, Ростов-на-Дону 344090,
Россия
e-mail: bluk@ipoc.rsu.ru*

Поступило в редакцию 11.03.2002

ХГС. – 2002.– № 6. – С. 847.