

ПОДБОР ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ РЕАКЦИИ ГЕТЕРОЦИКЛИЗАЦИИ ОРТО-ТРИАЗЕНИЛБЕНЗОЙНЫХ КИСЛОТ

К.В. Орлова, Н.С. Солдатова

Научный руководитель: доцент, к. х. н. М.Е. Трусова
Национальный исследовательский Томский политехнический университет
E-mail: orlova.ksenia.val@gmail.com

Химия гетероциклических соединений широко развивающееся направление в органической химии. Синтетические гетероциклы являются важными строительными блоками для огромного количества биологически активных соединений [1–5]. Одним из перспективных направлений синтеза гетероциклических соединений является гетероциклизация *орто*-замещенных триазенов [6]. Интерес к триазенам, как к субстратам для гетероциклизации, обусловлен стабильностью и уникальным электронным строением триазеновой группы [7].

Ранее нами было обнаружено, что *орто*-триазенилбензойные кислоты (1) реагируют с DCC (2) с образованием соответствующего 3-циклогексил-2-(циклогексиламино)хиназолин-4(3H)-она (3), выход которого составил порядка 20% [8] (рис. 1)

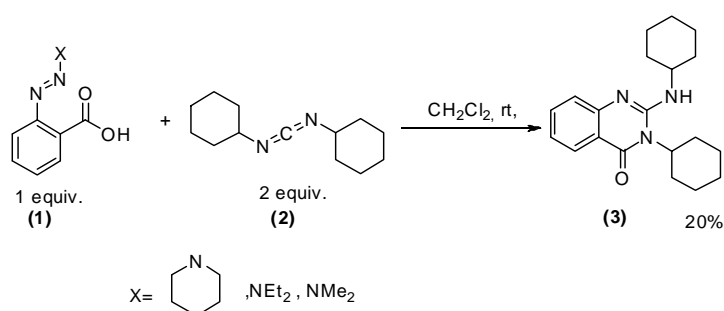


Рис. 1. Синтез 3-циклогексил-2-(циклогексиламино)хиназолин-4(3H)-она

С целью оценки влияния температуры и растворителя на выход продукта реакция была проведена в различных доступных растворителях при комнатной температуре и температуре кипения (табл. 1). Наибольшего выхода продукта удалось добиться, используя ацетонитрил. Кроме того, стоит отметить, что при проведении реакции в тетрагидрофуране наблюдалось образование соответствующей N-ацилмочевины (4) (рис. 2). Так же мы показали, что увеличение температуры мало влияет на выход продукта.

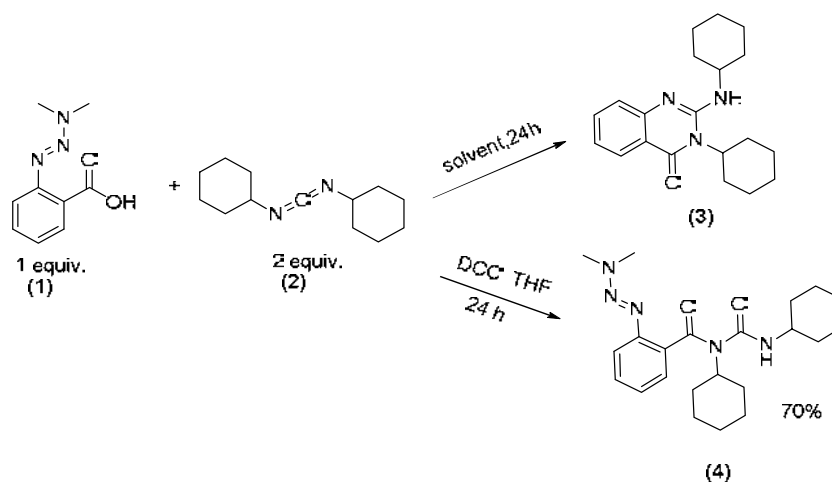


Рис. 2. Синтез 3-циклогексил-2-(циклогексиламино)хиназолин-4(3H)-она в различных растворителях

Далее с целью интенсификации процесса мы провели данную реакцию в условиях микроволнового излучения, при температуре 150°C и мощности 150 Вт (табл. 2). Используя микроволновое облучение, нам удалось значительно сократить время реакции по сравнению с реакцией, проводимой при комнатной температуре.

Таблица 1. Синтез 3-циклогексил-2-(циклогексиламино) хиназолин-4(3H)-она в различных растворителях

Растворитель	Время, ч	Выход, %	
		ком	кип
Четыреххлористый углерод	24	5	
Хлористый метилен	24	2	5
Хлороформ	24	8	0
Толуол	24	4	7
Этилацетат	24	1	9
Ацетонитрил	24	0	2

Таблица 2. Синтез 3-циклогексил-2-(циклогексиламино) хиназолин-4(3H)-она в условиях микроволнового излучения

Растворитель	Время, ч	Выход, %
Хлористый метилен	0,5	44
Хлороформ	1	50
Этилацетат	0,5	47
Этилацетат	1	51
Ацетонитрил	0,5	58
Ацетонитрил	1	55

Полученные данные позволили сделать вывод о том, что наиболее результативной является реакция в условиях микроволнового облучения при температуре 150 °С и мощности 150 Вт в ацетонитриле.

Список литературы

1. Ramesh K., Karnakar K., Satish G. et al. Novel and efficient supramolecular synthesis of pyrroles in the presence of β -cyclodextrin in water // *Chin. Chem. Lett.* – 2012. – Vol. 23. – P. 1331–1334.
2. Yuan S.Z., Liu J., Xu L. A convenient synthesis of pyrroles catalyzed by acidic resin under solvent-free condition // *Chin. Chem. Lett.* – 2010. – Vol. 21. – P. 664–668.
3. Rostami-Charati F., Hossaini Z., Khalilzadeh M.A. et al. Solvent-free synthesis of pyrrole derivatives // *J. Heterocycl. Chem.* – 2012. – Vol. 49. – P. 217–220.
4. Sano T., Horiguchi Y., Toda J. et al. Syntheses of 2-aryl-3-ethoxycarbonyl-D2 -pyrroline-4,5-diones from condensation of enamino-esters with oxalyl chloride // *Chem. Pharm. Bull.* – 1984. – Vol. 32. – P. 497–503.
5. Cheng Y., Yang H., Wang M. et al. Annulation reaction of heterocyclic secondary enamines with dicarboxylic acid dichlorides // *Tetrahedron.* – 2002. – Vol. 58. – P. 2821–283
6. Hudson J.L., Jian H., Leonard A.D. et al. Triazenes as a stable diazonium source for use in functionalizing carbon nanotubes in aqueous suspensions // *Chemistry of Materials.* – 2006. – Vol. 18. – P. 2766–2770;
7. Kimball D.B., Haley M.M. Triazenes: a versatile tool in organic synthesis // *Angewandte Chemie. International Edition.* – 2002. – Vol. 41. – P. 3338–3351.
8. Soldatova N.S. // *Current topics in organic chemistry : book of abstracts of Siberian Winter Conference, Sheregesh, March 20-26, 2015.* – Novosibirsk : NSU, 2015 – P. 192.