

СИНТЕЗ N,N'-ПОЛИМЕТИЛЕН-бис-ИНДОЛОВ

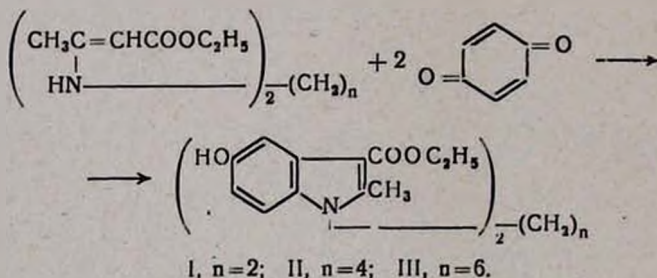
Г. В. ГРИГОРЯН и С. Г. АГБАЛЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР (Ереван)

Поступило 25 XII 1972

С целью синтеза аналогов эффективного гипотензивного препарата димекарбина изучена реакция ди-енаминов с *n*-хиноном.

Ранее нами было установлено, что ди-енамины, взаимодействуя с малеиновым ангидридом, образуют бис-производные [1]. Можно было полагать, что и с *n*-хиноном реакция пойдет за счет обоих нуклеофильных β-углеродов ди-енамина с образованием N,N'-полиметилден-бис-индолов подобно реакции Иеницеску (получение производных индола из аминокротоновых эфиров и *n*-хинона).



Реакцию удалось осуществить при нагревании *n*-хинона и ди-енамина в дихлорэтано. Необходимо отметить, что при длине полиметиленовой цепочки, равной 2 ($n=2$), выход конечного продукта не превышает 5%, а с ее удлинением он возрастает, что, вероятно, связано с влиянием стерических факторов. Синтезированные бис-индолы растворяются в растворе щелочи и осаждаются кислотой, что свидетельствует о наличии фенольного гидроксильного. В ИК спектрах конечных продуктов найдены полосы поглощения, характерные для сложноэфирного карбонильного в положении 3 индольного ядра и фенольного гидроксильного. Аргументом в пользу строения N,N'-полиметилден-бис-индолов являются УФ спектры, идентичные по форме кривой и максимумам поглощения УФ спектра димекарбина, являющегося фрагментом N,N'-полиметилден-бис-индолов.

Экспериментальная часть

N,N'-Полиметилен-бис-2-метил-3-карбэтокси-5-оксииндолы. Взаимодействие *p*-бензохинона с *N,N'*-полиметилен-бис-аминокротоновыми эфирами проводили аналогично методу, описанному в работе [2].

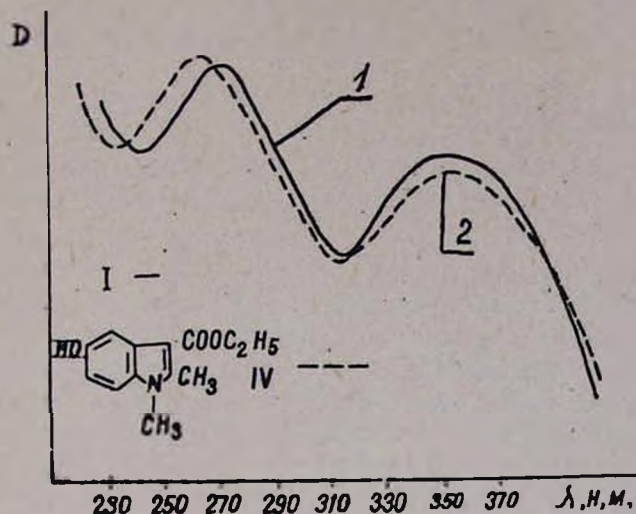


Рис. УФ спектры I и димекарбина (IV).

К раствору 5,4 г (0,05 моля) *p*-бензохинона в 50 мл дихлорэтана добавляли 0,035 моля *N,N'*-полиметилен-бис-аминокротонового эфира. Реакционную смесь нагревали до кипения и отгоняли от нее 35—40 мл азеотропной смеси дихлорэтан—вода за 30 мин. Остаток разбавляли спиртом, кристаллы отфильтровывали и очищали кипячением в этаноле. Этим способом получили соединения I, II, III.

N,N'-Этилен-бис-2-метил-3-карбэтокси-5-оксииндол (I). Выход 5,1% т. пл. 300—304° (спирт). Найдено %: С 67,12; Н 6,25; N 5,63. $C_{26}H_{28}N_2O_6$. Вычислено %: С 67,22; Н 6,05; N 5,88. ИК спектр: ν 1665 $C=O$, 3310—3330 cm^{-1} OH.

N,N'-Тетраметилен-бис-2-метил-3-карбэтокси-5-оксииндол (II). Выход 17,5%, т. пл. 265—267° (спирт). Найдено %: С 68,31; Н 6,88; N 5,52. $C_{38}H_{42}N_2O_8$. Вычислено %: С 68,27; Н 6,54; N 5,69. ИК спектр: ν 1655 $C=O$, 3210—3280 cm^{-1} OH.

N,N'-Гексаметилен-бис-2-метил-3-карбэтокси-5-оксииндол (III). Выход 21,5%, т. пл. 229—231° (спирт). Найдено %: С 68,95; Н 6,93; N 5,75. $C_{50}H_{56}N_2O_8$. Вычислено %: С 69,20; Н 6,97; N 5,38. ИК спектр: ν 1660 $C=O$, 3220—3290 cm^{-1} OH.

ЛИТЕРАТУРА

1. Л. А. Нерсисян, С. Г. Агбалян, Арм. хим. ж., 23, 918 (1970).
2. А. Н. Гринев, В. Н. Ермакова, Е. Вротек, Л. П. Терентьев, ЖОХ, 29, 2779 (1959).