



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1616920** **A1**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

(51) 5 C 07 D 487/04, (C 07 D 487/04,
231:00, 239:00)

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4665639/30-04
(22) 22.03.89
(46) 30.12.90. Бюл. № 48
(71) Харьковский государственный
фармацевтический институт
(72) И.В.Украинец, П.А.Безуглый,
В.И.Трескач, А.В.Туров и С.В.Слободзян
(53) 547.856.1.07 (088.8)
(56) Патент ФРГ № 1111505,
кл. 57 В 7/38, опублик. 08.02.62.
Indian J. Chem., 1982, v.22B,
p. 496-498.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2-ГИДРОКСИПИ-
РАЗОЛО [5,1-b] ХИНАЗОЛИН-9(1H)-ОНА
(57) Изобретение касается гетероцик-
лических соединений, в частности
способа получения 2-гидроксипиразоло
[5,1-b]хиназолин-9(1H)-она, применяе-
мого в цветной фотографии. Цель -
увеличение выхода целевого продукта.
Процесс ведут обработкой 2-карбэток-
симетил-4H-3,1-бензоксазин-4-она
эквивалентным количеством гидразин-
гидрата в среде диоксана при кипе-
нии реакционной смеси. Способ поз-
воляет увеличить выход целевого про-
дукта с 70 до 94%.

Изобретение относится к усовер-
шенствованному способу получения
2-гидроксипиразоло [5,1-b] хиназолин-
-9(1H)-она, который нашел применение
в цветной фотографии.

Цель изобретения - повышение выхо-
да целевого продукта.

Поставленная цель достигается
тем, что целевой продукт получают
взаимодействием 2-карбэтоксиметил-
-4H-3,1-бензоксазин-4-она с эквиво-
лярным количеством гидразингидрата
в среде диоксана при температуре
кипения реакционной смеси.

Пример 1. 2-Гидроксипира-
зола [5,1-b] хиназолин-9(1H)-он (I).

Раствор 2,33 г (0,01 моль) 2-
-карбэтоксиметил-4H-3,1-бензоксазин-
-4-она и 0,49 мл (0,01 моль) гидра-

зингидрата в 30 мл диоксана кипятят
с обратным холодильником 30 мин, ох-
лаждают, осадок отфильтровывают, про-
мывают водой и сушат. Выход 1,93 г
(96%), т.пл. 270°C (разл.) (ДМФА).

Найдено, %: С 59,82, Н 3,44,
N 20,76.

$C_{10}H_7N_3O_2$

Вычислено, %: С 59,70; Н 3,51;
N 20,89.

Спектр ГМР (ДМСО- D_6): 5,35 с (1H,
HC=C-OH); 7,21-8,11 м (4H Ar-H);
11,06 с (1H, OH); 12,00 с (1H, NH).

Пример 2. 2-Карбэтоксиметил-
-4H-3,1-бензоксазин-4-он.

К раствору 12,56 г (0,05 моль)
этилового эфира 2-карбоксифенил-
амида малоновой кислоты в 50 мл без-

(19) **SU** (11) **1616920** **A1**

водного диэтилового эфира прибавляют раствор 10,32 г (0,05 моль) дициклогексилкарбодиимида в 50 мл безводного диэтилового эфира. Оставляют на ночь. 5
Осадок (дициклогексилмочевина) отфильтровывают, промывают эфиром. Фильтрат упаривают до 1/5 объема, прибавляют 100 мл гексана и охлаждают. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, 10
сушат.

Выход 10,9 г (94%), т.пл. 62-64°C (диэтиловый эфир), бесцветные призмы.

Найдено, %: С 61,88; Н 4,86;

Н 6,09.

$C_{12}H_{11}NO_2$

Вычислено, %: С 61,80; Н 4,75;

Н 6,01.

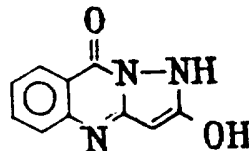
Спектр ПМР ($CDCl_3$): 1,30 т (3Н, CH_3); 3,75 с (2Н, $CH_2COOC_2H_5$); 4,25 к (2Н, CH_2CH_3); 7,55-8,22 м (4Н, Аг-Н).

Спектры ПМР синтезированных соединений записаны на приборе Bruker WP-100 (ФРГ). Химические сдвиги приведены в δ -шкале по отношению к ТМС. 25

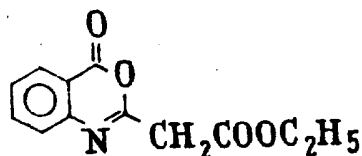
По сравнению с известным способом, заключающимся во взаимодействии гидрозида антраниловой кислоты с малоновым эфиром при нагревании в толуоле, предлагаемый способ позволяет получить целевое соединение с более высоким выходом (94% вместо 70).

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения 2-гидроксипирозоло [5,1-b]хиназолин-9(1H)-она формулы



15 отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, 2-карбэтоксиметил-4Н-3,1-бензоксазин-4-он формулы



30 подвергают взаимодействию с эквивалентным количеством гидразингидрата в диоксане при температуре кипения реакционной смеси.

Составитель А.Свиридова

Редактор Н.Киштулинец Техред М.Моргентал

Корректор Т.Палий

Заказ 4094

Тираж 318

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101