

文章编号: 1000-5862(2013)06-0603-04

# 微波辐射下 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺的合成研究

张小兰<sup>1</sup>, 汪秋英<sup>2</sup>, 吕英英<sup>1</sup>, 高兆芬<sup>1</sup>, 郑大贵<sup>1</sup>

(1. 上饶师范学院江西省普通高校应用有机化学重点实验室, 江西 上饶 334001;

2. 江西师范大学化学化工学院, 江西 南昌 330022)

**摘要:** 在微波辐射和氢化钠促进下, 1,8-萘内酰亚胺和卤代物在 *N,N*-二甲基甲酰胺中经 *N*-烷基化反应合成了 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺衍生物, 反应在 6~8 min 内完成, 产率为 87%~93%。该方法具有产率高、反应时间短、操作简便等优点。所有产物经核磁氢谱、红外光谱和元素分析表征。

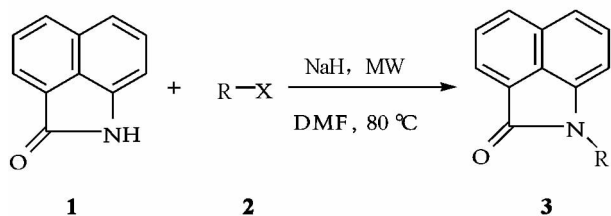
**关键词:** *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺; 卤代物; *N*-烷基化反应; 微波辐射; 合成

中图分类号: O 624.6

文献标志码: A

## 0 引言

从 20 世纪 20 年代起, 1,8-萘内酰亚胺(学名: 苯并[*c,d*]吲哚-2(1*H*)-酮, 英文名: Benz[*c,d*]indol-2(1*H*)-one) 及其衍生物作为还原染料和有机颜料的中间体一直得到了长期的关注, 之后又在电子、光学类材料上得到广泛应用。近年来, 该类化合物的生物活性引起了人们极大的兴趣<sup>[1-2]</sup>, 许多研究者围绕优化其结构<sup>[3-4]</sup>和探索其合成方法<sup>[5-9]</sup>开展了大量的研究, 并取得了一些令人满意的结果。微波加热法具有反应速度快、产率高、后处理简便等优点<sup>[10-11]</sup>。本文通过苯并[*c,d*]吲哚-2(1*H*)-酮的 *N*-烷基化反应, 在氢化钠存在下, 直接经微波辐射合成了一系列 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺衍生物, 并利用 <sup>1</sup>H NMR、IR 和元素分析等手段对所合成的化合物进行了结构表征, 目标化合物的合成路线如 Scheme 1 所示。



R = CH<sub>3</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>, 4-MeC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>CH<sub>2</sub>, 4-ClC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>CH<sub>2</sub>,  
ClCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>.

Scheme 1 合成路线

## 1 实验部分

### 1.1 主要试剂和测试仪器

苯并[*c,d*]吲哚-2(1*H*)-酮(熔点为 104~105 °C)按文献[5]的方法制备; 碘甲烷、溴乙烷、溴化苄、氯化苄、4-甲基苄基溴、4-氯苄基溴、1,2-二氯乙烷、1-氯-2-(二甲氨基)乙烷、1-氯-3-(二甲氨基)乙烷均为分析纯试剂(上海达瑞精细化学品有限公司), 其它所用试剂均为市售化学纯或分析纯。

反应在 CEM Discover Lab-Mate 微波反应器中进行; 熔点用 X-4 型数字显示熔点仪测定(北京泰克仪器有限公司), 温度未经校正; 红外光谱用 Perkin-Elmer SP One 傅里叶变换红外光谱仪测定, KBr 压片; 核磁共振谱用 Bruker Avance 400 MHz 核磁共振谱仪测定, TMS 为内标, CDCl<sub>3</sub> 为溶剂; 元素分析用 Perkin-Elmer 240C 元素分析仪测定。

### 1.2 制备 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺(3a~3g)的一般方法

在微波反应器配套的 25 mL 试管中加入苯并[*c,d*]吲哚-2(1*H*)-酮(1) 1.0 mmol、卤代物(2) 1.2 mmol、NaH 1.2 mmol 和 DMF 10 mL, 反应混合物在 160 W、80 °C 条件下, 经微波辐射至原料消失(用 TLC 检测)。反应完毕后, 冷至室温, 用乙酸乙酯萃取, 有机相水洗, 无水硫酸钠干燥, 浓缩, 再经柱层析分离纯化, 洗脱剂为石油醚和乙酸乙酯(体积比为 1:1), 化合物 3a~3g 均为已知物, 化合物表征结果如下:

1-Methyl-1*H*-benzo[*c,d*]indol-2-one (3a): 黄色固体, m. p.: 80~81 °C (lit.<sup>[12]</sup> 77~79 °C), <sup>1</sup>H NMR

收稿日期: 2013-09-10

基金项目: 江西省普通高校重点实验室科技计划(GJJ10733)资助项目。

作者简介: 张小兰(1979-), 女, 江西广丰人, 讲师, 硕士, 主要从事有机合成研究。

(400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.03 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 8.01 (d,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 7.72 (t,  $J = 7.6$  Hz, 1H), 7.52 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.45 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 6.98 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 4.38 (s, 3H). IR (KBr),  $\nu$ : 3021, 2957, 2895, 1686, 1601, 1473, 1375, 769  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{NO}$ : C, 78.67; H, 4.95; N, 7.65. found/%: C, 78.77; H, 5.02; N, 7.58.

1-Benzyl-4H-benzo [*c, d*] indol-2-one (**3b**): 黄色固体, m. p.: 112 ~ 113  $^{\circ}\text{C}$  (lit.<sup>[12]</sup> 111 ~ 113  $^{\circ}\text{C}$ ).  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.10 (d,  $J = 6.9$  Hz, 1H), 8.02 (d,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 7.76 (t,  $J = 7.8$  Hz, 1H), 7.54 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.46 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.32 ~ 7.28 (m, 2H), 7.22 ~ 7.16 (m, 3H), 6.98 (d,  $J = 6.9$  Hz, 1H), 4.40 (s, 2H). IR (KBr),  $\nu$ : 3115, 2943, 2892, 1685, 1600, 1555, 1468, 772  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{NO}$ : C, 83.37; H, 5.05; N, 5.40. found/%: C, 83.48; H, 5.13; N, 5.32.

1-(4-Methylbenzyl)-4H-benzo [*c, d*] indol-2-one (**3c**): 黄色固体, m. p.: 110 ~ 111  $^{\circ}\text{C}$  (lit.<sup>[12]</sup> 108 ~ 110  $^{\circ}\text{C}$ ).  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.06 (d,  $J = 6.9$  Hz, 1H), 8.01 (d,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 7.77 (d,  $J = 7.8$  Hz, 2H), 7.71 (t,  $J = 7.6$  Hz, 1H), 7.52 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.43 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.25 (d,  $J = 7.8$  Hz, 2H), 6.96 (d,  $J = 6.9$  Hz, 1H), 4.38 (s, 2H), 2.39 (s, 3H). IR (KBr),  $\nu$ : 3045, 2972, 2856, 1688, 1595, 1550, 1471, 825, 772  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{NO}$ : C, 83.49; H, 5.53; N, 5.12. found/%: C, 83.58; H, 5.62; N, 5.30.

1-(4-Chlorobenzyl)-4H-benzo [*c, d*] indol-2-one (**3d**): 黄色固体, m. p.: 111 ~ 112  $^{\circ}\text{C}$  (lit.<sup>[12]</sup> 109 ~ 111  $^{\circ}\text{C}$ ).  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.08 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 8.02 (d,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 7.78 (d,  $J = 8.4$  Hz, 2H), 7.73 (t,  $J = 7.6$  Hz, 1H), 7.55 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.45 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.39 (d,  $J = 8.4$  Hz, 2H), 7.02 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 4.42 (s, 2H). IR (KBr),  $\nu$ : 3062, 2977, 2854, 1690, 1599, 1555, 1473, 834, 775  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{ClNO}$ : C, 73.60; H, 4.12; N, 4.77. found/%: C, 73.69; H, 4.22; N, 4.71.

1-(2-Chloroethyl)-4H-benzo [*c, d*] indol-2-one (**3e**): 黄色固体, m. p.: 135 ~ 136  $^{\circ}\text{C}$  (lit.<sup>[12]</sup> 136  $^{\circ}\text{C}$ );  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.06 (d,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.96 (d,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 7.72 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.55 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.50 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 6.95 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 4.28 (t,  $J = 7.2$  Hz, 2H), 3.91 (t,  $J = 7.2$  Hz, 2H). IR (KBr),  $\nu$ : 3034, 2978, 2895, 1688, 1595, 1550, 1472, 771  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{ClNO}$ : C, 67.40; H, 4.35; N, 6.05. found/%: C, 67.45; H, 4.52; N, 6.12.

6.05. found/%: C, 67.45; H, 4.52; N, 6.12.

1-(2-Dimethylaminoethyl)-4H-benzo [*c, d*] indol-2-one (**3f**): 黄色固体, m. p.: 134 ~ 135  $^{\circ}\text{C}$  (lit.<sup>[4]</sup> 134 ~ 135  $^{\circ}\text{C}$ );  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.05 (d,  $J = 7.8$  Hz, 1H), 8.00 (d,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.72 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.55 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.50 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.02 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 4.05 (t,  $J = 7.2$  Hz, 2H), 2.69 (t,  $J = 8.0$  Hz, 2H), 2.35 (s, 6H). IR (KBr),  $\nu$ : 3020, 2957, 2890, 1684, 1605, 1470, 1378, 770  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}$ : C, 74.97; H, 6.71; N, 11.66. found/%: C, 74.85; H, 6.84; N, 11.52.

1-(2-Dimethylaminopropyl)-4H-benzo [*c, d*] indol-2-one (**3g**): 黄色固体, m. p.: 123 ~ 124  $^{\circ}\text{C}$  (lit.<sup>[4]</sup> 122 ~ 123  $^{\circ}\text{C}$ );  $^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$ : 8.06 (d,  $J = 8.0$  Hz, 1H), 8.03 (d,  $J = 6.8$  Hz, 1H), 7.78 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.60 (d,  $J = 8.4$  Hz, 1H), 7.56 (t,  $J = 7.2$  Hz, 1H), 7.30 (d,  $J = 7.0$  Hz, 1H), 4.09 (t,  $J = 6.9$  Hz, 2H), 3.03 (s, 2H), 2.64 (s, 6H), 2.26 (t,  $J = 6.9$  Hz, 2H). IR (KBr),  $\nu$ : 3122, 3032, 2950, 2855, 1690, 1595, 1550, 1470, 1367, 780  $\text{cm}^{-1}$ . Anal. calcd for  $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}$ : C, 75.56; H, 7.13; N, 11.01. found/%: C, 75.77; H, 7.26; N, 11.09.

## 2 结果与讨论

### 2.1 反应条件的优化

在目标化合物的合成中,本文以苯并 [*c, d*] 吲哚-2(1H)-酮 (**1**) 和溴化苄 (**2b**) 合成化合物 **3b** 为例,研究了不同微波功率、溶剂、碱、反应温度和卤代烃等对化合物 **3b** 收率的影响。

不同微波功率对产物 **3b** 收率的影响见表 1。由表 1 可以看出,在 80  $^{\circ}\text{C}$ 、相同的反应时间 (7 min) 下,随着微波辐射功率 (100 ~ 200 W) 的增加,产物 **3b** 收率先增加后降低。当微波辐射功率为 160 W 时,收率最高可达到 93%。这种变化趋势可能是因为微波辐射功率过低时反应不完全,而微波辐射功率过高又会导致部分产物分解,因而使产率降低。

表 1 微波功率对产物 **3b** 收率的影响<sup>a</sup>

Entry	微波功率/W	分离产率/% <sup>b</sup>
1	100	78
2	120	84
3	140	90
4	160	93
5	180	90
6	200	83

a. 化合物 **1** 1.0 mmol, 溴化苄 (**2b**) 1.2 mmol, 反应温度 80  $^{\circ}\text{C}$ , NaH 1.2 mmol, DMF 10 mL; b. 分离的产率。

考察了溴化苄(2b)用量对产物3b收率的影响,结果见表2。从表2可知,在相同的反应时间下(7 min)3b的收率随着溴化苄用量的增加而增加。但溴化苄用量增加到与化合物(1)的物质的量比超过1.0:1.2时,3b的收率不再提高。

表2 溴化苄用量对产物3b收率的影响<sup>a</sup>

Entry	溴化苄 /mmol	分离产率/% <sup>b</sup>
1	1.0	82
2	1.1	90
3	1.2	93
4	1.3	93
5	1.4	92

a. 化合物1 1.0 mmol,微波功率160 W,反应温度80 ℃, NaH 1.2 mmol,DMF 10 mL; b. 分离的产率。

在上述基础上,分别选用乙醇、异丙醇、乙腈和 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)为溶剂实施反应,实验结果列于表3。由表3可知,当以DMF为溶剂时3b的收率达到93%(表3,Entry 4),明显高于其他溶剂中的收率。因此,选择DMF作为反应溶剂。

表3 溶剂对反应收率的影响<sup>a</sup>

Entry	溶剂	反应时间/min	分离产率/% <sup>b</sup>
1	乙醇	9	80
2	异丙醇	10	78
3	乙腈	8	85
4	DMF	7	93

a. 化合物1 1.0 mmol,2b 1.2 mmol,微波功率160 W,反应温度80 ℃,NaH 1.2 mmol,溶剂10 mL; b. 分离的产率。

K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、NaH、NaOH等碱对反应的影响结果见表4。由表4可以看出,与没有碱(表4,Entry 1)比较,3种碱都能够提高反应收率。其中,使用NaH时3b的收率为93%(表4,Entry 3),效果明显好于另外2种碱。当NaH的用量分别为1.0、1.2和1.4 mmol时,3b收率分别为88%、93%和92%(表4,Entries 3~5)。因此,选择NaH为催化剂,用量为1.2 mmol最适宜。

表4 碱对反应收率的影响<sup>a</sup>

Entry	碱	碱用量 /mmol	分离产率/% <sup>b</sup>
1	无	—	60
2	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1.2	80
3	NaH	1.2	93
4	NaOH	1.2	86
5	NaH	1.0	88
6	NaH	1.1	90
7	NaH	1.4	92

a. 化合物1 1.0 mmol,2b 1.2 mmol,微波功率160 W,反应温度80 ℃,DMF 10 mL,反应时间7 min; b. 分离的产率。

以NaH和DMF为溶剂/碱反应体系,考察了反

应温度对产物3b收率的影响,结果见表5。由表5可以看出,随着反应温度的升高,反应时间缩短,3b的收率提高。当反应温度为180 ℃时,产物3b的产率最高,但再增加温度时,产率反而下降(表5,Entries 4~6),反应温度过高时可能有部分产物分解。可见,适宜的反应温度为80 ℃。

表5 反应温度对反应收率的影响<sup>a</sup>

Entry	反应温度/℃	反应时间/min	分离产率/% <sup>b</sup>
1	60	10	74
2	70	8	87
3	80	7	93
4	90	7	91
5	100	7	90
6	120	7	87

a. 化合物1 1.0 mmol,2b 1.2 mmol,微波功率160 W, NaH 1.2 mmol,DMF 10 mL; b. 分离的产率。

根据上述实验结果,模型反应优化的反应条件为:微波功率160 W,反应温度80 ℃,苯并[c,d]呋喃-2(1*H*)-酮(1) 1.0 mmol,溴化苄(2b) 1.2 mmol,溶剂为DMF 10 mL,碱为NaH 1.2 mmol,反应时间为7 min。

## 2.2 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺的合成及其结构分析

在上述反应条件优化的基础上,表6给出了微波辐射下 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺衍生物3a~3i的合成结果。从表6看出,该反应在6~8 min内即可完成,反应时间短、产率好、操作方便,是一种简便有效的合成方法。此外,由于底物苄基溴(2b)的活性较苄基氯(2c)更大,反应时间更短,相应的产物(3b)产率略有提高(表6,Entries 2,3)。经红外光谱、核磁共振谱和元素分析等确证了产物的结构。

表6 微波辐射下 *N*-取代-1,8-萘内酰亚胺(3a~3g)的合成<sup>a</sup>

Entry	R-X(2)	产物(3)	反应时间/min	分离产率/% <sup>b</sup>
1	CH <sub>3</sub> I(2a)	3a	6	90
2	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> Br(2b)	3b	7	93
3	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> Cl(2c)	3b	8	91
4	4-CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CH <sub>2</sub> Br(2c)	3c	7	91
5	4-ClC <sub>6</sub> H <sub>4</sub> CH <sub>2</sub> Br(2d)	3d	6	89
6	ClCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Cl(2e)	3e	7	90
7	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Cl(2f)	3f	8	88
8	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> Cl(2g)	3g	8	87

a. 化合物1 1.0 mmol,2b 1.2 mmol,微波功率160 W,反应温度80 ℃,NaH 1.2 mmol,DMF 8 mL; b. 分离的产率。

在红外谱图中,3 122~3 020 cm<sup>-1</sup>为芳环C—H的特征吸收峰,1 690~1 680 cm<sup>-1</sup>为酰胺羰基的特征吸收峰,1 600~1 500 cm<sup>-1</sup>为芳环C=C键的特征吸收峰。在核磁共振氢谱中,化合物(3a~3g)芳环上的质子化学位移值在6.95~8.10。此外,化合

物元素分析结果与理论值基本吻合,进一步证实了 1-*N*-烷基-1*H*-苯并[*c,d*]吲哚-2-酮的实验结果。

### 3 结论

通过优化实验,获得了在微波辐射(160 W)促进下合成 *N*-取代 1-*N*-烷基-1*H*-苯并[*c,d*]吲哚-2-酮的最佳条件:1-*N*-烷基-1*H*-苯并[*c,d*]吲哚-2-酮、卤代烃和催化剂(氢氧化钠)摩尔比为 1.0:1.2:1.2,反应温度为 80 °C,溶剂为 DMF,反应时间为 6~8 min,在该条件下,产物的产率为 87%~93%,该法具有反应时间短、产率高、操作简便等优点。

### 4 参考文献

- [1] Varney M D, Marzoni G P, Palmer C L, et al. Crystal-structure-based design and synthesis of benz[*c,d*]indole-containing inhibitors of thymidylate synthase [J]. *J Med Chem*, 1992, 35(4): 663-676.
- [2] Krzysztof A, Russell J, Bacquet C A, et al. Design of enzyme inhibitors using iterative protein crystallographic analysis [J]. *J Med Chem*, 1991, 34(7): 1925-1934.
- [3] López-Rodríguez M L, Porras E, José Morcillo M, et al. Optimization of the pharmacophore model for 5-HT<sub>7</sub>R antagonism: Design and synthesis of new naphtholactam and naphthosultam derivatives [J]. *J Med Chem*, 2003, 46(26): 5638-5650.
- [4] Yin Hong, Xu Yufang, Qian Xuhong. Novel antitumor agent family of 1*H*-benzo[*c,d*]indol-2-one with flexible basic side chains: Synthesis and biological evaluation [J]. *Bioorg Med Chem*, 2007, 15(3): 1356-1362.
- [5] Marzoni G, Varney M D. An improved large-scale synthesis of benz[*c,d*]indol-2(1*H*)-one and 5-methylbenz[*c,d*]indol-2(1*H*)-one [J]. *Org Process Res Dev*, 1997, 1(1): 81-84.
- [6] Liu Jinjun, Konzelmann F, Lukacs C. A novel and convenient method for the synthesis of substituted naphthostyrils [J]. *Tetrahedron Lett*, 2003, 44(12): 2545-2548.
- [7] Liu Jinjun, Dermatakis A, Lukacs C, et al. 3,5,6-Trisubstituted naphthostyrils as CDK2 Inhibitors [J]. *Bioorg Med Chem Lett*, 2003, 13(14): 2465-2468.
- [8] Li Xiaolian, Wang Qianqian, Qing Yang, et al. Novel DNA intercalators without basic side chains as efficient antitumor agents: Design, synthesis and evaluation of benzo[*c,d*]indol-malononitrile derivatives [J]. *Bioorg Med Chem*, 2010, 18(9): 3279-3284.
- [9] Nassar-Hardy L, Deraedt C, Fouquet E, et al. A fully palladium-mediated construction of phenanthrenes and naphthoxindoles [J]. *Eur J Org Chem*, 2011(24): 4616-4622.
- [10] Dallinger D, Kappe C O. Microwave-assisted synthesis in water as solvent [J]. *Chem Rev*, 2007, 107(6): 2563-2591.
- [11] 刘万云, 霍平, 梅光泉, 等. 橙皮素芳酰胺化合物的微波合成与抑菌活性研究 [J]. *江西师范大学学报: 自然科学版*, 2012, 36(2): 193-195.
- [12] Tomcufoik A S, Meyer W E, Eudy N H. *N*'-substituted benz[*c,d*]indol-2-imine compounds as cardiovascular agents. US Patent, 5079247 [P]. 1992-01-07.
- [13] Malleron Jean-Luc, Guérémy Claude, Mignani Serge, et al. New indole derivatives as potent and selective serotonin uptake inhibitors [J]. *J Med Chem*, 1993, 36(9): 1194-1202.

## The Research on Microwave-Assisted Synthesis of *N*-Alkyl-1*H*-Benzo[*c,d*]Indol-2-Ones

ZHANG Xiao-lan<sup>1</sup>, WANG Qiu-ying<sup>2</sup>, Lü Ying-ying<sup>1</sup>, GAO Zhao-fen<sup>1</sup>, ZHENG Da-gui<sup>1</sup>

(1. Key Laboratory of Applied Organic Chemistry of Higher Institutions in Jiangxi Province, Shangrao Normal University, Shangrao Jiangxi 334001, China; 2. College of Chemistry and Chemical Engineering, Jiangxi Normal University, Nanchang Jiangxi 330022, China)

**Abstract:** A series of *N*-alkyl-1*H*-benzo[*c,d*]indol-2-ones were synthesized by *N*-alkylation reactions of 1*H*-benzo[*c,d*]indol-2-one and halogenated compounds in *N,N*-dimethylformamide in the presence of sodium hydride under microwave irradiation. The reactions were completed with 87%~95% yields in 6~8 min, and this procedure has the advantages such as high yields, short reaction time and easy work-up. The target compounds were confirmed by their <sup>1</sup>H NMR, IR and elemental analysis.

**Key words:** *N*-substituted-1*H*-benzo[*c,d*]indol-2-one; halogenated compound; *N*-alkylation; microwave irradiation; synthesis

(责任编辑: 刘显亮)