

количественным выходом образуется соединение V. С удовлетворительным выходом соединение IV было получено при взаимодействии двух эквивалентов тиоэфира I с гидрхлоридом метилового эфира глицина в кипящей уксусной кислоте.

В спектрах ПМР сигналы протонов 8'-H в соединении IV и 8-H в соединении V более чем на 1 м. д. сдвинуты в более слабое поле по сравнению с их положением в ранее изученных изохинолинах с экзоциклической двойной связью C=C или двойной связью углерод—гетероатом [2]. Большое дезэкранирование указанных протонов может быть вызвано пространственной близостью карбонильной группы в случае E- или азометиновой группы в случае Z-конфигурации. В пользу Z-конфигурации с ВМВС между группами N—H и C=O свидетельствуют пониженные частоты валентных колебаний лактамного и лактонного карбонил в ИК спектрах, а также нахождение сигналов протонов NH в области 9...10 м. д.

2-(3,3-Диметил-1,2,3,4-тетрагидроизохинолидин-1)-5,5-диметил-2,3,5,6-тетрагидроимидазо[2,1-a]изохинолин-3-он (IV). $T_{пл}$ 206...208 °C (из метанола). Масс-спектр, m/z (относительная интенсивность, %): $[M+1]^+$ 372(82), $[M-CH_3]^+$ 357(77), $[M-2CH_3]^+$ 341(12). Спектр ПМР ($CDCl_3$): 1,37 (6H, с, 3- CH_3); 1,69 (6H, с, 4- CH_3); 2,89 (2H, с, 4-H); 2,96 (2H, с, 5-H); 7,1...7,6 (6H, м, $H_{аром}$); 8,15 (1H, м, 10-H); 9,38 (1H, м, 8'-H); 10,42 м. д. (1H, уш. с, NH). ИК спектр (хлороформ): 3280 (N—H), 1626 (C=O), 1603 cm^{-1} . УФ спектр (этанол), λ_{max} (lg ϵ): 204(4,46), 273(4,00), 314(3,87), 425 нм (4,37).

1-(5-Оксо-2-фенилоксазолидин-4)-3,3-диметил-1,2,3,4-тетрагидроизохинолин (V). $T_{пл}$ 161...164 °C (из пропанола-2). Спектр ПМР ($CDCl_3$): 1,36 (6H, с, 3- CH_3); 2,93 (2H, с, 4-H); 7,43 (6H, м, $H_{аром}$); 8,03 (2H, м, 2''- и 6''-H); 9,19 м. д. (2H, м, NH и 8-H). ИК спектр (хлороформ): 3410 (N—H), 1700 (C=O), 1615 cm^{-1} . УФ спектр (этанол), λ_{max} (lg ϵ): 406 нм (4,35).

Данные элементного анализа на C, H и N соответствуют вычисленным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сыропятов Б. Я., Горбунов А. А., Шкляев В. С., Шкляев Ю. В., Бороненков Е. С. // Хим.-фарм. журн. — 1996. — Т. 30, № 11. — С. 13.
2. Шкляев Ю. В., Глушков В. А., Белогуб Н. Б., Мисюра И. Л. // ХГС. — 1996. — № 6. — С. 800.

А. А. Горбунов, Ю. В. Шкляев, В. И. Карманов,
О. А. Майорова

Институт технической химии УрО РАН,
Пермь 614000

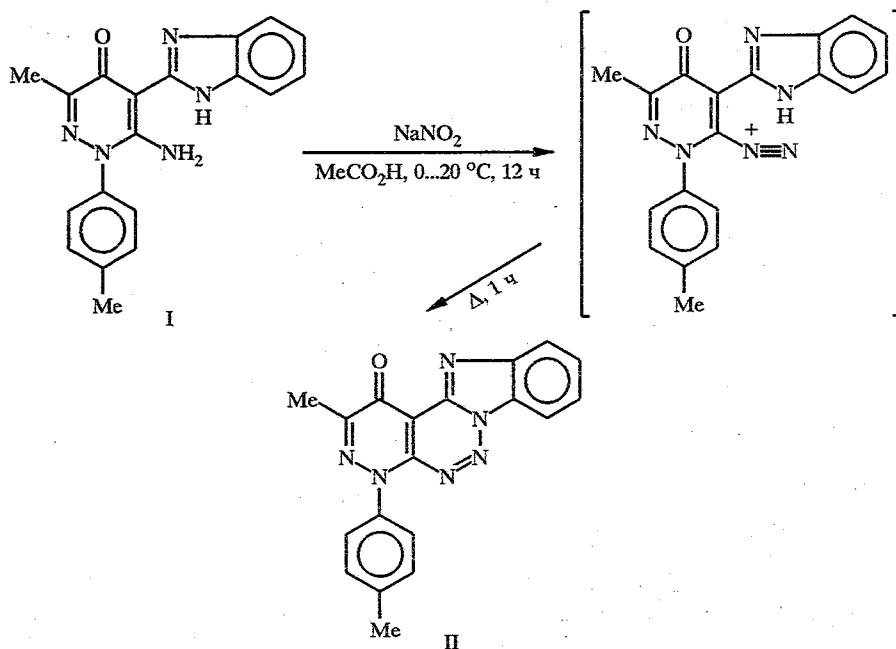
Поступило в редакцию 23.01.97

ХГС. — 1997. — №6. — С. 852

НОВАЯ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКАЯ СИСТЕМА — БЕНЗИМИДАЗО[1,2-с]ПИРИДАЗИНО[4,3-е]-1,2,3-ТРИАЗИН

Диазотирование 6-амино-5-(6-бензимидазол-2-ил)-3-метил-1-(4-толил)пиридазин-4-она (I) [1] нитритом натрия в уксусной кислоте с последующим нагреванием реакционной смеси в течение 1 ч сопровождается N-азосочетанием с участием образовавшейся диазониевой группы и благоприятно расположенного атома азота бензимидазольного ядра, что приводит к замыканию триазинового цикла. Результатом данного взаимодействия является новая гетероциклическая система — бензимидазо[1,2-с]пиридазино[4,3-е]-1,2,3-триазин (II).

10-Метил-8-(4-толил)-8,11-дигидробензимидазо[1,2-с]пиридазино[4,3-е]-1,2,3-триазин-11-он (II). $T_{пл}$ 239...240 °C (из ДМФА), R_f 0,62 (Silufol UV-254, хлороформ—метанол, 9:1). ИК



спектр (КВr): 3140...3080 (ν -C—H), 2910 (ν -CH₃), 1635 (C=O), 1610, 1570, 1510 cm^{-1} (N=N, C=C, C=N). Спектр ПМР (100 МГц, ДМСО- D_6): 2,37 (3H, с, CH₃-C₆H₄-); 2,46 (3H, с, CH₃); 7,4...7,8 (6H, м, аром.); 8,11 (1H, д, д, $J_1^2=7$, $J_1^3=2$ Гц, 1-H); 8,28 м. д. (1H, д, д, $J_4^3=7$, $J_4^2=2$ Гц, 4-H). Выход 68%. Найдено, %: N 24,7. C₁₉H₁₄N₆O. Вычислено, %: N 24,6.

Работа спонсировалась грантом АРУ 063016 Международной Соросовской программы поддержки образования в области точных наук в Украине.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бабичев Ф. С., Воловенко Ю. М., Перешивана Л. М. // Укр. хим. ж. — 1983. — Т. 49, № 10. — С. 1095.

Ю. М. Воловенко

Киевский университет и.м. Тараса Шевченко,
Киев 252601

Поступило в редакцию 20.12.96

ХГС. — 1997. — №6. — С. 853

НОВАЯ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКАЯ СИСТЕМА — ПИРИДАЗИНО[3,4-*c*]ЦИННОЛИН

При диазотировании 6-амино-5-арил-3-метил-1-фенилпиридазин-4-онов (I) нитритом натрия в уксусной кислоте с последующей обработкой реакционной смеси водой образуются 1,5-диарил-6-гидрокси-3-метилпиридазины-4 [1].

Введение электронодонорных групп в *мета*-положение 5-фенильного ядра способствует внутримолекулярному азосочетанию соли диазония, образующейся на первой стадии, которое приводит к замыканию циннолинового цикла и образованию новой гетероциклической системы — пиридазино[3,4-*c*]циннолина (II).