

протоны фенильных колец). Спектр ЯМР ^{13}C : $\text{C}_{(2)}$ 51,03; $\text{C}_{(3)}$ 33,61; $\text{C}_{(4)}$ 33,71; $\text{C}_{(5)}$ 28,67; $\text{C}_{(6)}$ 19,50; $\text{C}_{(7)}$ 26,07; $\text{C}_{(8)}$ 24,17; $\text{C}_{(9)}$ 47,13; $\text{C}_{(10)}$ 28,67; $\text{C}_{(11)}$ 49,39 ($\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$); C_{12} 61,10 м. д. (COH). Найдено, %: С 82,21; Н 8,76; N 4,42. $\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{NO}$. Вычислено, %: С 82,39; Н 8,66; N 4,18.

5,7,8a-Трифенилпергидрооксазол[3,2-a]пиридин (V). Выход 30%. R_f 0,845. ИК спектр: 3064, 3028 ($\nu\text{-CH}_{\text{кольца}}$); 2924, 2880 (CH_2); 1070 (COC); 762, 700 cm^{-1} ($\delta\text{-CH}_{\text{кольца}}$). Найдено, %: С 85,22; Н 7,31; N 4,13. $\text{C}_{25}\text{H}_{25}\text{NO}$. Вычислено, %: С 84,51; Н 7,04; N 3,94.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Николаева Т. Г., Решетов П. В., Кривенько А. П., Харченко В. Г. // ХГС. — 1983. — № 10. — С. 1370.

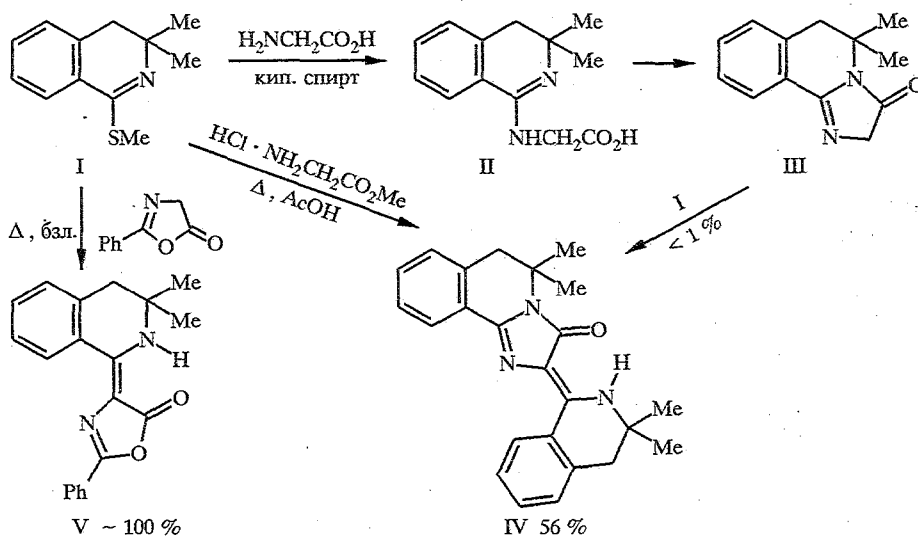
А. Г. Голиков, П. В. Решетов, А. П. Кривенько

Саратовский государственный университет
им. Н. Г. Чернышевского, Саратов 410601

Поступило в редакцию 08.01.97

О РЕАКЦИИ 1-МЕТИЛТИО-3,3-ДИМЕТИЛ-3,4-ДИГИДРОИЗОХИНОЛИНА С ГЛИЦИНОМ

Ранее мы сообщали о синтезе амидинокислот типа II, выделенных как единственные продукты реакции тиолактимного эфира I с аминокислотами [1]. Более тщательное изучение реакции тиоэфира I с глицином позволило обнаружить образование в ходе реакции с выходом менее 1% 2-(3,3-диметил-1,2,3,4-тетрагидроизохинолилиден-1)-5,5-диметил-2,3,5,6-тетрагидроимидазо[2,1-a]изохинолина-3 (IV). Очевидно, он является продуктом вторичной реакции тиоэфира I и промежуточно образующегося имидазоизохинолина III. Действительно, при реакции тиоэфира I с модельным соединением — 2-фенилоксазолоном-5 в кипящем бензоле с



количественным выходом образуется соединение V. С удовлетворительным выходом соединение IV было получено при взаимодействии двух эквивалентов тиоэфира I с гидроклоридом 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-фенилоксазолилиден-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 diaзониевой 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