

Спектры ПМР снимали в $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$, ИК спектры — в таблетках с КВг.

2-Амино-6-метил-5-(5-нитротетразол-2-ил)-4-фенил-4Н-пиран-3-карбонитрил (Ша). Вычислено, %: С 51,69, Н 3,42, N 30,14. $\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{N}_7\text{O}_3$. Найдено, %: С 51,43, Н 3,60, N 29,89. Выход 55%. $T_{\text{пл}} 169\text{--}170^\circ\text{C}$ (разл.). Спектр ПМР, δ : 2,10 (3Н, с, Me), 4,81 (1Н, с, 4-Н), 6,48 (2Н, уш. с, NH_2), 7,2...7,3 м. д. (5Н, м, Нр_б). ИК спектр: 3440, 3325 (ν_{NH_2}), 2210 (ν_{CN}), 1635 (ν_{NH_2}), 1565, 1310 cm^{-1} (ν_{NO_2}).

2-Амино-6-метил-5-(3-нитро-1,2,4-триазол-1-ил)-4-фенил-4Н-пиран-3-карбонитрил (Шб). Вычислено, %: С 55,55, Н 3,74, N 25,91. $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_6\text{O}_3$. Найдено, %: С 55,63, Н 3,79, N 26,05. Выход 69%. $T_{\text{пл}} 244\text{--}245^\circ\text{C}$ (разл.). Спектр ПМР: 1,97 (3Н, с, Me), 4,59 (1Н, с, 4-Н), 6,39 (2Н, уш. с, NH_2), 7,3...7,45 (5Н, м, Нр_б), 8,35 м. д. (1Н, с, 5'-Н). ИК спектр: 3470, 3330 (ν_{NH_2}), 2195 (ν_{CN}), 1635 (ν_{NH_2}), 1550, 1310 cm^{-1} (ν_{NO_2}).

2-Амино-5-(4-нитроимидазол-1-ил)-4,6-дифенил-4Н-пиран-3-карбонитрил (Шв). Вычислено, %: С 65,44, Н 3,93, N 18,17. $\text{C}_{21}\text{H}_{15}\text{N}_5\text{O}_3$. Найдено, %: С 65,57, Н 4,02, N 18,13. Выход 52%. $T_{\text{пл}} 123\text{--}126^\circ\text{C}$ (разл.). Спектр ПМР: 4,73 (1Н, с, 4-Н), 6,52 (2Н, уш. с, NH_2), 7,3...7,5 (10Н, м, Нр_б), 7,27 (1Н, уш. с, 2'-Н), 7,96 м. д. (1Н, уш. с, 5'-Н). ИК спектр: 3315 (ν_{NH_2}), 2200 (ν_{CN}), 1645 (ν_{NH_2}), 1540, 1295 cm^{-1} (ν_{NO_2}).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бабичев Ф. С., Шаранин Ю. А., Литвинов В. П., Промоненков В. К., Воловенко Ю. М. // Внутримолекулярное взаимодействие нитрильной и С—Н, О—Н и S—Н групп. — Киев: Наукова думка, 1985.
2. Wamhoff H., Kroth E., Strauch C. // Synthesis. — 1993. — P. 1129.
3. Литвинов В. П., Шестопалов А. М., Шаранин Ю. А., Мортиков В. Ю. // ДАН. — 1989. — Т. 309. — С. 115.

А. В. Самет, А. М. Шестопалов, В. В. Семепов

Институт органической химии РАН
им. Н. Д. Зелинского, Москва 117913

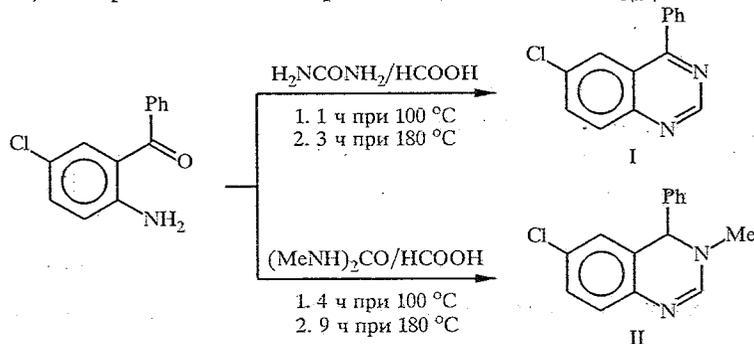
Поступило в редакцию 24.11.95

ХГС. — 1995. — № 12. — С. 1699

МОЧЕВИНЫ В МУРАВЬИНОЙ КИСЛОТЕ КАК РЕАГЕНТ ДЛЯ СИНТЕЗА ХИНАЗОЛИНОВ

Известно [1], что мочевины в муравьиной кислоте являются хорошим реагентом для восстановительного аминирования диарилкетонов. В то же время показано, что 2-аминозамещенные диарилкетоны с мочевиной в присутствии конденсирующих реагентов циклизуются в 1,2-дигидрохиназолин-2-оны [2—4].

В данной работе на примере 2-амино-5-хлорбензофенона мы обнаружили, что орто-аминобензофеноны с мочевиной в муравьиной кислоте



образуют хиназолины, но не N-бензгидрилформамиды [1] или 1,2-дигидрохиназолин-2-оны [2—4].

Отметим, что 2-амино-5-хлорбензофенон с мочевиной в муравьиной кислоте дает исключительно хиназолин I (87%), аналогичная же реакция с 1,3-диметилмочевиной приводит к образованию 3-метил-3,4-дигидрохиназолина II с неоптимизированным выходом 17%. Сравнительно низкий выход хиназолина II обусловлен неоднозначностью взаимодействия в найденных условиях исходного аминокетона с 1,3-диметилмочевиной, поскольку в ходе этой реакции кроме хиназолина II образуется еще два соединения неустойчивого строения. Судя по структуре азаетероцикла II, стадии циклизации предшествует процесс гидроаминирования аминокетона. По нашим данным, 3,4-дигидрохиназолин II не известен, а хиназолин I ранее получали реакцией 2-амино-5-хлорбензофенона с формамидом [5] либо взаимодействием 2-дихлорацетамидо-5-хлорбензофенона с аммиаком за 7 дней [6].

6-Хлор-4-фенилхиназолин (I, $C_{14}H_9ClN_2$). $T_{пл}$ 138...139 °С (из пропанола-2). ИК спектр: 1620 см^{-1} (C=N). Спектр ПМР ($CDCl_3$): 7,48...8,10 (8H, м, аром.), 9,3 м. д. (1H, с, 2-H).

6-Хлор-3-метил-4-фенил-3,4-дигидрохиназолин (II, $C_{15}H_{13}ClN_2$). $T_{пл}$ 194...195 °С (из спирта). ИК спектр: 1625 см^{-1} (C=N). Спектр ПМР ($CDCl_3$): 2,86 (3H, с, CH_3), 5,4 (1H, с, 4-H), 6,68...7,30 (8H, м, аром.), 7,78 м. д. (1H, с, 2-H).

Данные элементного анализа соответствуют расчетным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бакибаев А. А., Яговкин А. Ю., Фильмонов В. Д. // ЖОрХ. — 1991. — Т. 21. — С. 1512.
2. Пат. 3819627 США / Отт Н. // РЖХим. — 1976. — 20130.
3. Пат. 17792 Япония / Инаба С., Ямамото М., Исисуи К., Мори К., Ямамото Х. // РЖХим. — 1973. — 7Н443.
4. Богатский А. В., Андронати С. А., Жилина З. И., Данилина Н. И. // ЖОрХ. — 1977. — Т. 13. — С. 1773.
5. Пат. 14145 Япония / Хараока Р., Камитани Т., Кариенэ К. // РЖХим. — 1967. — 24Н419.
6. Пат. 29145 Япония / Томито М., Инубуси Я., Масаки Ю. // РЖХим. — 1972. — 5Н378.

А. А. Бакибаев

Томский политехнический университет,
Томск 634004

Поступило в редакцию 27.11.95

ХГС. — 1995. — № 12. — С. 1700

РЕАКЦИЯ 2,6-ДИ(БРОММЕТИЛ)-1,4-ДИГИДРО- ПИРИДИНА С β -АЛАНИНОМ

Мы обнаружили, что при взаимодействии 2,6-ди(бромметил)-3,5-диметоксикарбонил-4-(2-дифторметоксифенил)-1,4-дигидропиридина (I) с этиловым эфиром β -аланина с выходом 46% при комнатной температуре образуется трициклическое соединение — производное 1,3,4,5,7,8-гексагидро(дипирроло) [3',4'-b; 3,4-e]пиридина II. При проведении реакции при пониженной температуре с выходом 65% выделен продукт нуклеофильного замещения III. Применение щелочного гидролиза сложноэфирных групп β -аланинового остатка соединения III и кратковременная обработка 1 н. раствором NaOH обеспечивают получение соединения IV с выходом 63%, при более длительном омылении происходит внутримолекулярная циклизация и образование лактама V с выходом 75%. Соединение V также можно получить при щелочном гидролизе соединения II или в результате циклизации соединения IV в щелочной среде при комнатной температуре.