

М-400 в растворах этанола. Масс-спектры зарегистрированы на масс-спектрометре Varian MAT-311. Температуры плавления определены на нагревательном блоке Voetius.

Данные элементного анализа соединений IIIa,б на С, Н и N соответствуют вычисленным.

16,16-Диметил-11-N-фениламиноэтилен-8-аза-D-гомогона-1,3,5(10),13-тетраен-12,17a-дион (IIIa, C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). Смесь 0,34 г (2,7 ммоль) 3,4-дигидроизохинолина Ia и 0,76 г (2,7 ммоль) енаминотрикетона IIб в 20 мл этанола кипятят в атмосфере аргона, следя за ходом реакции с помощью ТСХ (Silufol UV-254, хлороформ—метанол, 9 : 1), в течение 5 ч. Реакционную смесь упаривают досуха, остаток растворяют в хлороформе, фильтруют через 5 г силикагеля 5/40μ, промывая хлороформом. Собранные фильтраты упаривают, остаток кристаллизуют из смеси спирт—эфир, 1 : 3...4 и получают 0,7 г (64,8%) 8-аза-D-гомогонана (IIIa) в виде желтых игольчатых кристаллов. М 398,50, T<sub>пл</sub> 132...136 °С, M<sup>+</sup> 398. ИК спектр: 3280, 1658, 1625, 1600, 1550, 1525, 1450, 1370, 1281, 760 см<sup>-1</sup>. УФ спектр [λ<sub>max</sub>, (ε)]: 268 (11990), 310 (21860), 387 нм (19160).

2,3-Диметокси-11-N-п-толиламиноэтилен-8-аза-D-гомогона-1,3,5(10),13-тетраен-12,17a-дион (IIIб, C<sub>27</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) получают аналогично кипячением смеси 0,64 г (3,3 ммоль) 3,4-дигидроизохинолина Ib и 0,9 г (3,3 ммоль) енаминотрикетона IIa в 50 мл метанола в течение 7 ч. Выход 8-аза-D-гомогонана IIIб — 0,93 г, желтые пластинчатые кристаллы. М 444,51, T<sub>пл</sub> 149...152 °С, M<sup>+</sup> 444. ИК спектр: 3300, 1658, 1630...1610, 1555, 1520, 1460 см<sup>-1</sup>. УФ спектр [λ<sub>max</sub>, (ε)]: 230 (18070), 294 (14530), 385 нм (18020).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pletsher A., Bossi A., Gey R. F. // Int. Rev. Neurobiol. — 1962. — Vol. 4. — P. 275.
2. Ахрем А. А., Кузьмицкий Б. Б., Лахвич Ф. А., Хрипач В. А., Журавков Ю. Л. // Химия и биология иммунорегуляторов. — Рига: Зинатне, 1985. — С. 265.
3. Михальчук А. Л., Гулякевич О. В., Рубинов Д. Б., Ахрем А. А. // ХГС. — 1993. — № 3. — С. 374.
4. Михальчук А. Л., Гулякевич О. В., Зенюк А. А., Корчик А. В., Лис Л. Г., Хрипач В. А., Ухова Л. И. // ДАН. — 1991. — Т. 317. — С. 1397.
5. Гулякевич О. В., Михальчук А. Л., Хрипач В. А. // ЖОрХ. — 1991. — Т. 27. — С. 213.
6. Akhrem A. A., Chernov Yu. G. // Synthesis. — 1980. — N 12. — P. 996.
7. Конопля Н. А., Гулякевич О. В., Михальчук А. Л., Кузьмицкий Б. Б. // Весці АН Беларусі. Сер. хім. навук. — 1994. — № 1. — С. 91.

О. В. Гулякевич, А. Л. Михальчук, А. А. Ахрем

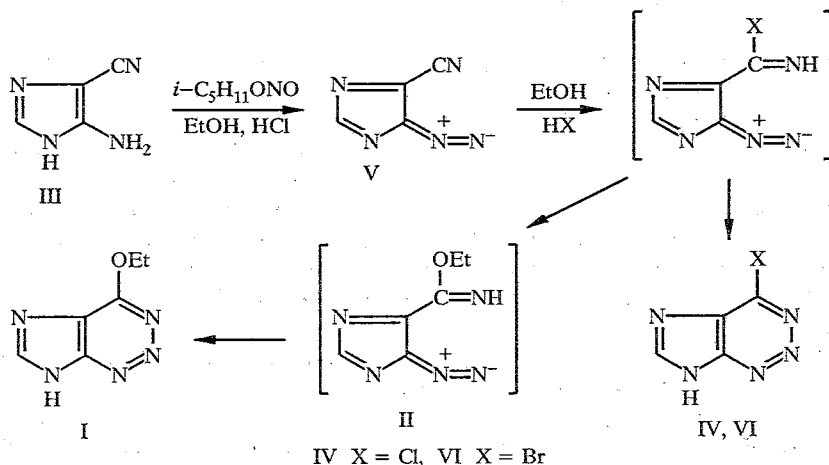
Институт биоорганической химии  
АН Беларуси, Минск 220141

Поступило в редакцию 15.12.94

#### ЦИКЛИЗАЦИЯ 5-ДИАЗОИМИДАЗОЛ-4-КАРБОНИТРИЛА

При попытке получения 4-этоксиимидазо[4,5-d]-1,2,3-триазина (I) либо соответствующего diazosоединения (II) diaзотированием 5-аминоимидазол-4-карбонитрила (III) изоамилнитритом в абсолютном спирте с хлористым водородом нами неожиданно был выделен с количественным выходом 4-хлоримидазо[4,5-d]-1,2,3-триазин (IV). Это же соединение образуется и при насыщении хлороформного раствора 5-диазоимидазол-4-карбонитрила (V) сухим хлористым водородом. Аналогично при использовании бромистого

водорода получен 4-бромимидазо[4,5-*d*]-1,2,3-триазин (VI). Следует отметить, что ранее нами наблюдалась реакция, обратная данной — раскрытие триазинового цикла соединения IV при его нагревании в воде с образованием диазоимидазола V [1].



В литературе [2, 3] описана циклизация бензо- и пиридопиеино-3-циано-2-диазонийхлоридов в соответствующие производные хлор-1,2,3-триазина. Авторы считают, что эта циклизация уникальна и осуществляется за счет влияния атома серы гетероцикла.

Таким образом, нами обнаружено, что замыкание гетероциклических *o*-диазонитрилов в конденсированные 4-галоген-1,2,3-триазины имеет более общий характер, чем предполагалось ранее [2, 3], и не ограничивается серосодержащими соединениями.

**Соединение IV (C<sub>4</sub>H<sub>2</sub>ClN<sub>5</sub>).** А. Раствор 0,5 г (3,4 ммоль) аминонитрила III в 3 мл абсолютного этанола добавляют по каплям при 0...2 °С к раствору 1,2 мл (9 ммоль) изоамилонитрита в 5 мл этанола, насыщенного HCl, перемешивают 10 мин, фильтруют. Осадок промывают эфиром и водой, сушат в вакууме над KOH. Выход 0,52 г (98%), *T*<sub>пл</sub> 105 °С. Продукт идентичен образцу соединения IV, полученному по методике работы [1] (*T*<sub>пл</sub>, электронные спектры, ТСХ).

Б. Через раствор 3,45 ммоль диазонитрила V в 100 мл сухого хлороформа при 0...2 °С в течение 15 мин пропускают сухой HCl, упаривают в вакууме досуха, остаток суспендируют в воде, фильтруют, сушат в вакууме над KOH. Выход 74%. Продукт по всем характеристикам идентичен соединению IV, полученному по методу А.

**Соединение VI (C<sub>4</sub>H<sub>2</sub>BrN<sub>5</sub> · H<sub>2</sub>O).** Получают аналогично имидазотриазину IV по методу Б. Выход 75%. *T*<sub>пл</sub> 95...96 °С. УФ спектр (вода),  $\lambda_{\max}$  (lg  $\epsilon$ ): 202 (4,14), 261 нм (3,22). В ИК спектре (табл. КВг) отсутствуют колебания циано- и диазогрупп. *R*<sub>f</sub> 0,5 (пропанол—0,2 н. аммиак, 3 : 1), 0,4 (хлороформ—этанол, 9 : 1).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мокрушин В. С., Офицеров В. И., Рапакова Т. В., Цаур А. Г., Пушкарева З. В. // ХГС. — 1976. — № 4. — С. 556.
2. Beck J. R., Yahner J. A. // J. Org. Chem. — 1976. — Vol. 41. — P. 1733.
3. Pat. 4239887 US / Wilson J. D., Youssefeyh R. D. // С. А. — 1981. — Vol. 94. — 139849.

В. С. Мокрушин, Т. А. Поспелова, Ю. М. Шафран

Уральский государственный технический университет — УПИ, Екатеринбург 620002

Поступило в редакцию 21.12.94