

помощью сухой флэш-хроматографии [2] на силикагеле, элюируя первую фракцию этилацетатом, а вторую – смесь этилацетат–спирт, 1:1. После упаривания растворителя получают из первой фракции соединения **3a,b**, из второй – соединения **2a,b**.

7-Метил-6-оксо-6,7-дигидро-1,3,7-триазапирен (2a). Выход 0.171 г (73%). Желтые кристаллы, т. пл. 260–262 °С (бутанол). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1648 (C=O), 1560 (кольцо). Спектр ЯМР ^1H (ДМСO-d₆), δ , м. д. (*J*, Гц): 3.85 (3H, с, CH₃); 7.41, 7.94 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 9.2$, H-9,10); 8.11, 8.64 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 8.9$, H-4,5); 8.96 (1H, с, H-8); 9.39 (1H, с, H-2). Найдено, %: С 71.29; Н 3.68; N 17.80. C₁₄H₉N₃O. Вычислено, %: С 71.48; Н 3.86; N 17.86.

2,7-Диметил-6-оксо-6,7-дигидро-1,3,7-триазапирен (2b). Выход 0.174 г (70%). Желтые кристаллы, т. пл. 280–282 °С (бутанол). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1643 (C=O), 1556 (кольцо). Спектр ЯМР ^1H (ДМСO-d₆), δ , м. д. (*J*, Гц): 2.84 (3H, с, 2-CH₃); 3.84 (3H, с, N-CH₃); 7.37, 7.88 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 8.9$, H-9,10); 8.11, 8.63 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 8.9$, H-4,5); 8.93 (1H, с, H-8). Найдено, %: С 72.37; Н 4.49; N 17.00. C₁₅H₁₁N₃O. Вычислено, %: С 72.28; Н 4.45; N 16.86.

7-Метил-8-оксо-6-циано-7,8-дигидро-1,3,7-триазапирен (3a). Выход 0.039 г (15%). Ярко-желтые кристаллы, т. пл. 298–300 °С (этилацетат). ИК спектр, ν , см^{-1} : 2221 (C≡N), 1657 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (CDCl₃), δ , м. д. (*J*, Гц): 4.13 (3H, с, CH₃); 7.78, 8.17 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 9.6$, H-5,4); 8.32, 8.92 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 9.0$, H-10,9); 9.69 (1H, с, H-2). Масс-спектр, *m/z* (*I*_{отн.}, %): 261 [M + H]⁺(16), 260 [M]⁺(100), 231 [M + H – CH₂O]⁺(10), 207 (31), 190 (14), 44 (60). Найдено, %: С 69.44; Н 3.49; N 21.59. C₁₅H₈N₄O. Вычислено, %: С 69.23; Н 3.10; N 21.53.

2,7-Диметил-8-оксо-6-циано-7,8-дигидро-1,3,7-триазапирен (3b). Выход 0.046 г (17%). Ярко-желтые кристаллы, т. пл. 220–222 °С (этилацетат). ИК спектр, ν , см^{-1} : 2223 (C≡N), 1643 (C=O). Спектр ЯМР ^1H (ДМСO-d₆), δ , м. д. (*J*, Гц): 2.92 (3H, с, 2-CH₃); 3.95 (3H, с, N-CH₃); 7.68, 8.13 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 9.2$, H-5,4); 8.16, 8.72 (2H, два д, АВ-система, $^3J = 8.9$, H-10,9). Найдено, %: С 69.79; Н 3.51; N 20.64. C₁₆H₁₀N₄O. Вычислено, %: С 70.07; Н 3.67; N 20.43.

Окислительное гидроксирование иодида 7-метил-1,3,7-триазапирения (1a). К раствору 0.35 г (1 ммоль) соли **1a** в 20 мл воды добавляют 0.87 г (10 ммоль) MnO₂ и кипятят смесь 1 ч. Осадок отфильтровывают, раствор экстрагируют бутанолом (3 × 20 мл), экстракт упаривают до 5 мл, выпавшие после охлаждения кристаллы отфильтровывают. Выход соединения **2a** 0.178 г (76%). Его ИК спектр идентичен спектру известного образца.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. С. В. Писаренко, О. П. Демидов, А. В. Аксенов, И. В. Боровлев, *ХГС*, 735 (2009).
2. Дж. Шарп, И. Госпи, А. Роули, *Практикум по органической химии*, Мир, Москва, 1993, с. 188.

**О. П. Демидов, И. В. Боровлев*, С. В. Писаренко,
О. А. Немыкина**

Ставропольский государственный университет,
Ставрополь 355009, Россия
e-mail: k-biochem-gcs@stavsu.ru

Поступило 21.01.2009