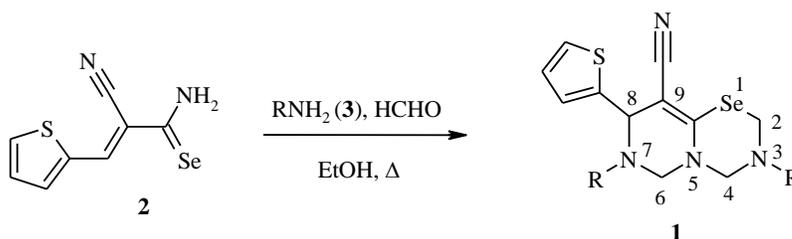


КАСКАДНЫЙ СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ ПИРИМИДО[4,3-*b*][1,3,5]СЕЛЕНАДИАЗИНА

Ключевые слова: 2-тиенилметиленцианоселеноацетамид, каскадный синтез, реакция Манниха.

Интерес к химии селенсодержащих гетероциклов во многом обусловлен широким спектром их биологической активности [1, 2]. Производные 1,3,5-селенадиазина представляют собой относительно малоизученный класс гетероциклических соединений. Известные к настоящему времени способы построения 1,3,5-селенадиазинового цикла основаны на взаимодействии хлоридов 1,3-бис(диметиламино)-1,3-дихлор-2-азапропенилия с селенамидами или селеномочевинами [3, 4], мультикомпонентной реакции бензиламина, гидроселенида натрия и формальдегида с арилселеноизоцианатами в кислой среде [5], рециклизации производных 1,3,5-окса-селеназина [6, 7], взаимодействии перхлората диалкил(1-арил-1-хлор-2-азапроп-1-енилиден)иммония с *N*-ацилселеномочевинами [8]. Описано

получение производного селенадиазина в результате рециклизации соли 1,2,4-селенадиазолия [9]. Конденсированные производные 1,3,5-селенадиазина в литературе не описаны.



1, 3 a R = 4-MeC₆H₄, **b** R = CH₂Ph

Мы разработали одnoreакторный каскадный способ получения производных пиридино[4,3-*b*][1,3,5]селенадиазина (**1**) исходя из (2-тиенил)метиленцианоселеноацетамида (**2**) [10, 11]. Селенамид **2** легко вступает в реакцию Манниха с первичными аминами **3** и избытком HCHO при непродолжительном нагревании, образуя соединения **1a, b** с выходами 38–50%.

Спектры ЯМР ¹H снимали на приборе Bruker Avance II 400 (400 МГц) в DMSO-d₆, внутренний стандарт TMS, ИК спектры – на спектрофотометре ИКС-29 в вазелиновом масле. Элементный анализ проводили на приборе Perkin–Elmer C, H, N-analyser. Контроль за ходом реакции и индивидуальностью веществ осуществляли с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254, в системе ацетон–гексан, 3 : 5, проявитель – пары иода. Температуры плавления определяли на столике Кофлера.

Пиридино[4,3-*b*][1,3,5]селенадиазины 1 (общая методика). Смесь 0.6 г (2.5 ммоль) селеноамида **2**, 5.2 ммоль амина **3** и 1.0 мл (12.5 ммоль) 37% формалина в 30 мл EtOH кипятят под аргоном до растворения исходных реагентов (~2–3 мин), быстро фильтруют через бумажный фильтр и оставляют на 24 ч при комнатной температуре в атмосфере аргона. Образовавшийся осадок отфильтровывают, промывают EtOH и гексаном.

3,7-Ди(4-метилфенил)-8-(2-тиенил)-3,4,7,8-тетрагидро-2Н,6Н-пиридино-[4,3-*b*][1,3,5]селенадиазин-9-карбонитрил (1a). Выход 0.61 г (50%). Т. пл. 173–175 °С (ацетон). ИК спектр, ν, см⁻¹: 1605 (C=C); 2165 (C≡N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 7.31 (1H, м, H-5 тиенил); 6.86–7.01 (10H, м, 2Ar, H-3 тиенил, H-4 тиенил); 5.27 (2H, д, ²J = 10.9, N–CH₂–Se); 5.13 (1H, с, H-8); 4.83 (2H, уш. псевдо-с, N–CH₂–N); 4.46 (2H, д, ²J = 12.8, N–CH₂–N); 2.30, 2.31 (по 3H, оба с, 2CH₃). Найдено, %: C 60.12; H 4.87; N 11.53. C₂₅H₂₄N₄SSe. Вычислено, %: C 61.09; H 4.92; N 11.40.

3,7-Дибензил-8-(2-тиенил)-3,4,7,8-тетрагидро-2Н,6Н-пиридино[4,3-*b*][1,3,5]селенадиазин-9-карбонитрил (1b). Выход 0.47 г (38%). Т. пл. 127–130 °С. ИК спектр, ν, см⁻¹: 1605 (C=C); 2175 (C≡N). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 7.24–7.36 (11H, м, 2 Ar, H-5 тиенил); 6.96–7.03 (2H, м, H-3 тиенил, H-4 тиенил); 4.83 (2H, д, ²J = 10.2, N–CH₂–Se); 4.35 (1H, с, H-8); 3.98 (2H, уш. с, NCH₂C₆H₅); 3.89 (2H, уш. с, NCH₂C₆H₅); 3.82 (2H, д, ²J = 12.6, N–CH₂–N). Найдено, %: C 60.59; H 4.83; N 11.57. C₂₅H₂₄N₄SSe. Вычислено, %: C 61.09; H 4.92; N 11.40.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В. П. Литвинов, В. Д. Дяченко, *Успехи химии*, **66**, 1025 (1997).
2. J. Młochowski, *Phosphorus, Sulfur, Silicon Relat. Elem.*, **183**, 931 (2008).
3. I. Shibuya, H. Nakanishi, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **60**, 2686 (1987).
4. I. Shibuya, H. Nakanishi, Jpn Pat. 62106088; avail. url: <http://v3.espacenet.com>
5. G. Suchar, R. Stefko, *Chem. Zvesti*, **36**, 419 (1982).
6. K. Shimada, K. Aikawa, T. Fujita, M. Sato, K. Goto, S. Aoyagi, Y. Takikawa, S. Kabuto, *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **74**, 511 (2001).
7. K. Shimada, K. Aikawa, T. Fujita, S. Aoyagi, Y. Takikawa, S. Kabuto, *Chem. Lett.*, **8**, 701 (1997).
8. J. Liebscher, H. Hartmann, DD Pat. 126309; *Chem. Abstr.*, **88**, 62425 (1977).
9. R. N. Butler, A. Fox, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 394 (2001).
10. В. П. Литвинов, В. Д. Дяченко, *ДАН*, **352**, 636 (1997).
11. В. П. Литвинов, В. Д. Дяченко, *ЖОрХ*, **35**, 1406 (1999).

К. А. Фролов, С. Г. Кривоколыско, В. В. Доценко*,
В. П. Литвинов^а

Восточноукраинский национальный университет
им. Владимира Даля, Луганск 91034, Украина
e-mail: Victor_Dotsenko@bigmir.net
e-mail: ksg@lep.lg.ua

Поступило 14.10.2008

^аИнститут органической химии
им. Н. Д. Зелинского РАН,
Москва 117913, Россия