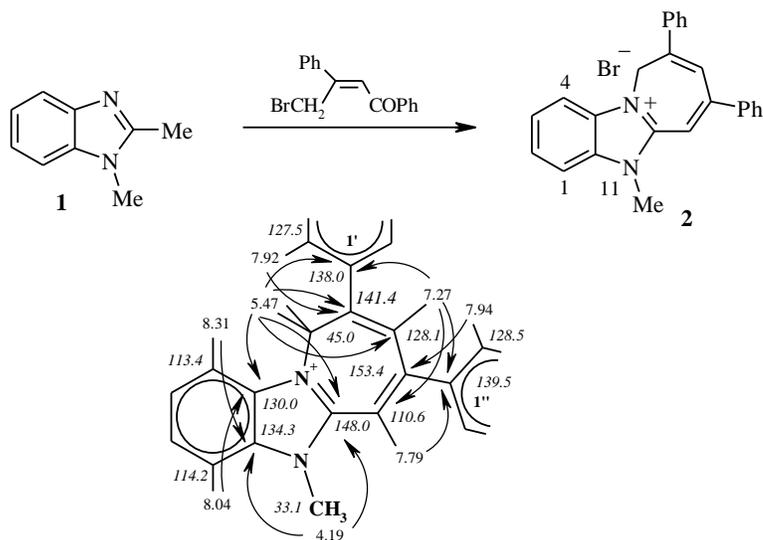


СИНТЕЗ БРОМИДА 11-МЕТИЛ-7,9-ДИФЕНИЛ-6Н,11Н-АЗЕПИНО[2,1-*b*]- БЕНЗИМИДАЗОЛ-5-ИЯ

Ключевые слова: азепино[2,1-*b*]бензимидазол, γ -бромдипнон, 1,2-диметил-1Н-бензимидазол.

Нами установлено, что сплавление 1,3-дифенил-4-бром-2-бутен-1-она (γ -бромдипнона) с 1,2-диметил-1Н-бензимидазолом (**1**) приводит к бромиду 11-метил-7,9-дифенил-6Н,11Н-азепино[2,1-*b*]бензимидазол-5-ия (**2**). Для доказательства строения соединения **2**, помимо спектров ЯМР ^1H и ^{13}C , были измерены также спектры NOESY и гетероядерной $^1\text{H}^{13}\text{C}$ -корреляции – НМQC и НМBC. Результаты экспериментов приведены в таблице, на схеме указаны отнесения сигналов и стрелками показаны корреляции НМBC, послужившие основанием для отнесений. Это дало нам возможность подтвердить строение углеродного скелета молекулы и выяснить, какие протоны сближены в пространстве. Альтернирование химических сдвигов ^{13}C атомов, входящих в состав 7-членного цикла, вдоль цепи атомов (от 110 до 150 м. д.) дает основание считать, что в соединении **2** положительный заряд в значительной степени делокализован по 7-членному кольцу.

В литературных источниках отсутствуют достоверные сведения о существовании квазиароматической системы азепино[2,1-*b*]бензимидазола.



Корреляции $^1\text{H}^1\text{H}$ и $^1\text{H}^{13}\text{C}$ для соединения **2**

Сигнал ^1H , δ , м. д.	Положения кросс-пиков ^{13}C		NOESY
	НМQC	НМBC	
8.31	113.4	134.3, 127.7	7.69, 5.47
8.04	114.2	130.6, 127.5	7.69, 4.19
7.94	128.9, 127.5	153.4, 141.4, 131.5, 130.6, 128.1	7.79, 7.57, 7.50, 7.27
7.79	110.6	153.4, 139.5, 128.1	7.94
7.69	127.5	130.0, 113.4, 114.2	8.31, 8.04
7.57	131.5	139.5	7.94, 7.50
7.50	130.0	138.0, 130.0	7.54
7.27	128.1	141.4, 139.5, 138.0, 110.6, 45.0	7.94
5.47	45.0	148.0, 141.4, 138.0, 130.0, 128.1	8.31, 7.94
4.19	33.1	148.0, 134.3	8.04, 7.79

ИК спектр записан на приборе Pye Unicam SP3-300. Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C записаны на приборе Varian Mercury 400 (400 и 100 МГц соответственно) в ДМСО- d_6 , внутренний стандарт ТМС. Масс-спектр получен методом ВЖХ на приборе AGILENT/100-Series (ХИ, ацетонитрил, 0.05% муравьиной кислоты).

Бромид 11-метил-7,9-дифенил-6Н,11Н-азепино[2,1-*b*]бензимидазол-5-ия (2). Смесь 1 г (3.32 ммоль) γ -бромдипнона и 0.49 г (3.32 ммоль) 1,2-диметил-1Н-бензимидазола сплавляют на масляной бане при 110 °С в течение 30 мин. Сплав растворяют при нагревании в 2.5 мл морфолина. После охлаждения раствора добавляют 50 мл воды. Образовавшийся осадок отфильтровывают и после высушивания растирают с 10 мл *трет*-бутилметилового эфира. Отфильтровывают желтый кристаллический осадок и перекристаллизовывают из 2-пропанола. Выход 0.36 г (25%). Т. пл. 275–277 °С (из *i*-PrOH). ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 3040, 1575 (C=N), 1470, 760, 690. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (*J*, Гц): 8.31 (1H, м, H-4); 8.04 (1H, м, H-1); 7.94–7.90 (4H, м, H-2',6',2'',6''); 7.79 (1H, с, H-10); 7.69 (2H, м, H-2,3); 7.57 (3H, м, H-3''–H-5''); 7.51–7.45 (3H, м, H-3'–H-5'); 7.27 (1H, с, H-8); 5.47 (2H, с, H-6); 4.19 (3H, с, CH₃). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 153.4 (C-9); 148.0 (C-10a); 141.4 (C-7); 139.5 (C-1''), 138.0 (C-1'), 134.3 (C-11a); 131.5 (C-4''); 130.6 (C-4'); 130.0 (C-3',5',5'',5''', C-4a); 128.9 (C-2'',6''); 128.0 (C-8); 127.7 (C-2); 127.5 (C-2',6',3); 114.2 (C-1); 113.4 (C-4); 110.6 (C-10); 45.0 (C-6); 33.1 (CH₃). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 349.5 [M–Br]⁺ (100). Найдено, %: Br 18.60, N 6.55. C₂₅H₂₁BrN₂. Вычислено, %: Br 18.61, N 6.52.

**В. А. Ковтуненко, Л. М. Потиха, А. Р. Турелик,
А. В. Туров**

Киевский национальный университет

Поступило 28.01.2008

им. Тараса Шевченко,

Киев 01033, Украина

e-mail: potikha_l@meil.ru

ХГС. – 2008. – № 5. – С. 791