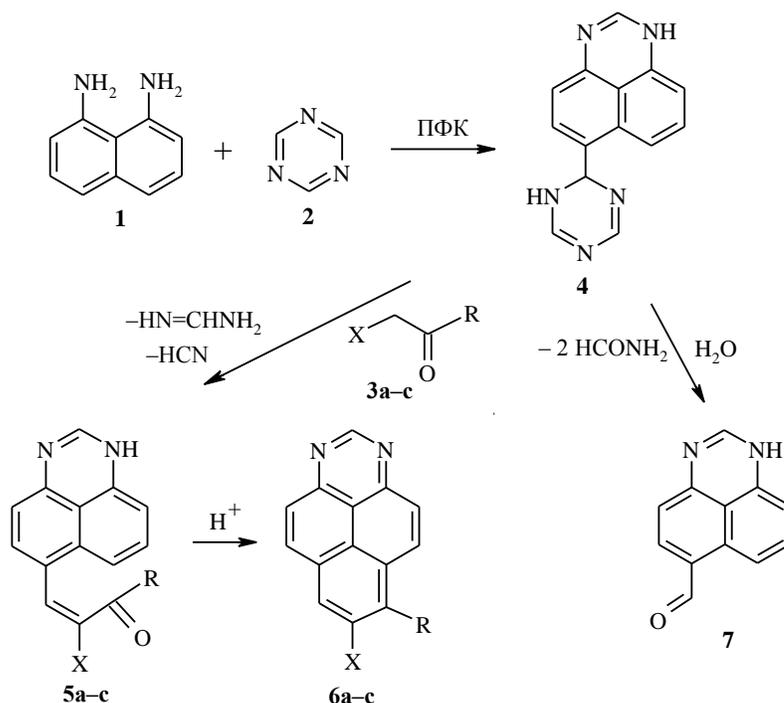


**НЕОЖИДАННЫЙ РЕЗУЛЬТАТ РЕАКЦИИ
1,8-НАФТИЛЕНДИАМИНА С ТРИАЗИНОМ И КАРБОНИЛЬНЫМИ
СОЕДИНЕНИЯМИ В ПОЛИФОСФОРНОЙ КИСЛОТЕ**

Ключевые слова: 1,3-дизапирины, 1,8-нафтилендиамин, 1,3,5-триазин, ПФК, аннелирование.

Ранее [1] нами был разработан метод ацилирования (формилирования) перимидинов, основанный на их реакции с 1,3,5-триазином **2** в ПФК. Неожиданно при попытке осуществить эту реакцию в присутствии карбонильных соединений при использовании в качестве субстрата 1,8-нафтилендиамин **1** изменяется направление процесса. Мы обнаружили, что нагревание 1 ммоль соединения **1** с 3 ммоль 1,3,5-триазина и 2 ммоль карбонильного соединения **3** в 3–4 г ПФК* при 60–70 °С в течение 9 ч (выделение общее для подобных реакций) приводит к 1,3-дизапиринам **6** с выходом 57–68%. Вероятно, реакция протекает через следующую последовательность стадий:



3, 5, 6 a R = Ph, X = H; b R = Me, X = COOEt; c R = Me, X = COMe

* Использовалась ПФК с 86% содержанием P₂O₅, полученная по методике [2].

Схема подтверждается тем, что в отсутствие карбонильного соединения и сокращения времени реакции до 1 ч после обработки реакционной смеси водой нами с количественным выходом был выделен перимидин-6(7)-карбальдегид (**7**).

Спектры ЯМР ¹H записывали на приборе Bruker AS-200 (200 МГц) в CDCl₃, внутренний стандарт ТМС. Контроль за протеканием реакций и индивидуальностью синтезированных соединений осуществляли на пластинках Silufol UV-254, растворитель этилацетат. Колоночную хроматографию проводили на силикагеле L 40/100, элюент этилацетат.

6-Фенил-1,3-дизапирен (6a). Выход 0.16 г (57%). Т. пл. 193–195 °С (из этилацетата). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 7.59–7.64 (5H, м, C₆H₅); 8.15 (1H, д, J_{7,8} = 7.72, H-7); 8.32 (1H, д, J_{4,5} = 9.4, H-5); 8.41 (1H, д, J_{7,8} = 7.7, H-8); 8.48 (1H, д, J_{9,10} = 9.4, H-9); 8.76 (1H, д, J_{4,5} = 9.4, H-4); 8.98 (1H, д, J_{9,10} = 9.4, H-10); 9.76 (1H, с, H-2). Найдено, %: С 85.82; Н 4.25; N 8.93. C₂₀H₁₂N₂. Вычислено, %: С 85.69; Н 4.32; N 9.99.

Этиловый эфир 6-метил-1,3-дизапирен-7-карбоновой кислоты (6b). Выход 0.197 г (68%). Т. пл. 153–154 °С (из этилацетата). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 1.52 (3H, т, J = 6.8, CH₃CH₂); 3.26 (3H, с, CH₃); 4.55 (2H, к, J = 6.8, CH₂CH₃); 8.22 (1H, д, J_{9,10} = 9.5, H-9); 8.31 (1H, д, J_{4,5} = 9.5, H-5); 8.55 (1H, д, J_{9,10} = 9.5, H-10); 8.85 (1H, с, H-8); 8.93 (1H, д, J_{4,5} = 9.5, H-4); 9.80 (1H, с, H-2). Найдено, %: С 74.58; Н 4.81; N 9.58. C₁₈H₁₄N₂O₂. Вычислено, %: С 74.47; Н 4.86; N 9.65.

7-Ацетил-6-метил-1,3-дизапирен (6c). Выход 0.266 г (64%). Т. пл. 161–163 °С (из этилацетата). Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J, Гц): 2.86 (3H, с, СОСН₃); 3.14 (3H, с, СН₃); 8.23 (1H, д, J_{9,10} = 9.5, H-9); 8.31 (1H, д, J_{4,5} = 9.5, H-5); 8.54 (1H, д, J_{9,10} = 9.5, H-10); 8.55 (1H, с, H-8); 8.90 (1H, д, J_{4,5} = 9.5, H-4); 9.83 (1H, с, H-2). Найдено, %: С 78.58; Н 4.59; N 10.71. C₁₇H₁₂N₂O. Вычислено, %: С 78.44; Н 4.65; N 10.76.

Перимидин-6(7)-карбальдегид (7). Выход 91%. Т. пл. 212–214 °С (из уксусной кислоты); т. пл. 212–214 °С [3]. Проба смешения с заведомым образцом не дает депрессии температуры плавления. Спектр ЯМР ¹H совпадает с приведенным в работе [3].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. В. Аксенов, И. В. Боровлев, А. С. Ляховненко, И. В. Аксенова, *ХГС*, 629 (2007). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **43**, 527 (2007)].
2. F. Uhlig, *Angew. Chem.*, **66**, 435 (1954).
3. Е. А. Филагова, И. В. Боровлев, А. Ф. Пожарский, В. И. Гончаров, О. П. Демидов, *ХГС*, 104 (2006). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **42**, 92 (2006)].

**А. В. Аксенов, А. С. Ляховненко, И. В. Аксенова,
Н. А. Аксенов**

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

Поступило 14.10.2007

ХГС. – 2008. – № 10. – С. 1584.