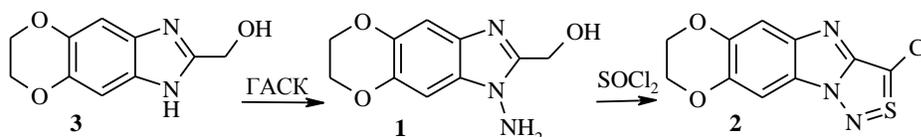


# СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ: 3-ХЛОР-7,8-ДИГИДРО[1,4]ДИОКСИНО[2'',3'':4',5']БЕНЗО[4,5]- ИМИДАЗО[1,2-с][1,2,3]ТИАДИАЗОЛА

**Ключевые слова:** бензо[4,5]имидазо[1,2-с][1,2,3]тиадиазол, 7,8-дигидро[1,4]диоксино-[2'',3'':4',5']бензо[4,5]имидазо[1,2-с][1,2,3]тиадиазол, тионилхлорид, конденсация.

Продолжая исследования конденсированных гетероциклов, включающих фрагмент бензимидазола [1], мы синтезировали конденсацией amino-спирта **1** с тионилхлоридом 3-хлор-7,8-дигидро[1,4]диоксино[2'',3'':4',5']-бензо[4,5]имидазо[1,2-с][1,2,3]тиадиазол (**2**) – представитель ранее неиз-вестной гетероциклической системы. Соединение **1** синтезировано N-ами-нированием исходного бензимидазола **3** гидроксил-амино-О-сульфо-кислотой (ГАСК). В ИК спектре тиадиазола **2** отсутствовала полоса колебания аминогруппы. В спектрах ЯМР <sup>1</sup>H соединений **1** и **2** сигнал метиленовых протонов имел форму мультиплета, а не свойственного диоксинобенз-имидазолу **3** синглета в области 4 м. д.



ИК спектры получали на спектрофотометре FT-IR Spectrum BX II (Perkin-Elmer) в нуйоле, спектры ЯМР – на приборе Varian Unity Inova (300 МГц) в растворе ДМСО-d<sub>6</sub>, внутренний стандарт ТМС.

**6,7-Дигидро-1Н-[1,4]диоксино[2',3':4,5]бензо[*d*]имидазол-2-илметанол (**3**).** Смесь 16.6 г (0.1 моль) 2,3-дигидро-1,4-бензодиоксин-6,7-диамина, 8.36 г (0.11 моль) гликолевой кислоты и 200 мл 4 н. НСl кипятят 4 ч, добавляют 2 г активированного угля, кипятят еще 10 мин, фильтруют, охлаждают и подщелачивают конц. NH<sub>4</sub>OH. Выделившийся осадок отфильтровывают, промывают H<sub>2</sub>O, перекристаллизовывают из метанола и получают 12.2 г (59%) соединения **3**, т. пл. 234–235 °С. ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 3150 (NH), 3290 (OH). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (*J*, Гц): 4.22 (4H, с, OCH<sub>2</sub>); 4.60 (2H, д, *J* = 3, CH<sub>2</sub>); 5.63 (1H, т, *J* = 3, OH); 6.92 (2H, ш. с, ArH); 11.97 (1H, ш. с, NH). Найдено, %: С 58.54; Н 5.11; N 13.82. C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: С 58.25; Н 4.89; N 13.59.

**1-Амино-6,7-дигидро-1Н-[1,4]диоксино[2',3':4,5]бензо[*d*]имидазол-2-илметанол (**1**).** Смесь 0.7 г (3.5 ммоль) 6,7-дигидро-1Н-[1,4]диоксино[2',3':4,5]бензо[*d*]имидазол-2-илметанола и 0.8 г (1.2 ммоль) гидроксида калия в 20 мл H<sub>2</sub>O, перемешивая, нагревают при 50 °С до получения раствора, порциями прибавляют раствор 1 г ГАСК в 5 мл H<sub>2</sub>O, нейтрализованный NaHCO<sub>3</sub> до рН 7. Реакционную смесь охлаждают льдом, поддерживая температура ниже 40 °С. После окончания экзотермической реакции смесь нагревают 30 мин при 40–50 °С. Выделившийся осадок отфильтровывают, перекристаллизовывают из ДМФА и получают 0.46 г (61%) соединения **1**, т. пл. 203–204 °С. ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 3175, 3198 (NH<sub>2</sub>), 3325 (OH). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (*J*, Гц): 4.20–4.30 (4H, м, OCH<sub>2</sub>); 4.64 (2H, д, *J* = 3, CH<sub>2</sub>); 5.30 (1H, т, *J* = 3, OH); 5.82 (2H, с, NH<sub>2</sub>); 6.90 и 6.99 (2H, с, ArH). Найдено, %: С 54.24; Н 4.76; N 18.88. C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: С 54.30; Н 5.01; N 19.00.

**3-Хлор-7,8-дигидро[1,4]диоксино[2'',3'':4',5']бензо[4,5]имидазо[1,2-с][1,2,3]тиадиазол (**2**).** Смесь 0.16 г (7 ммоль) соединения **1** и 5 мл тионилхлорида кипятят 15 мин, упаривают досуха, остаток растворяют в воде, подщелачивают NaHCO<sub>3</sub>, экстрагируют этилацетатом. После упаривания остаток фракционируют хроматографически (Silica gel 60, Fluka), используя смесь бензол–этилацетат, 9:1, и получают 0.042 г (21%) соединения **2**, т. разл. >180 °С. Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д.: 4.36–4.45 (4H, м, OCH<sub>2</sub>); 7.37 и 7.59 (2H, с, ArH). Найдено, %: С 45.03; Н 2.51; N 15.89. C<sub>10</sub>H<sub>6</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>S. Вычислено, %: С 44.87; Н 2.26; N 15.70.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. S. Tumkevicius, L. Labanauskas, V. Bucinskaite, A. Brukstus, G. Urbelis, *Tetrahedron Lett.*, **44**, 6635 (2003).

Л. Лабанаускас, В. Бучинскайте, А. Брукштус,  
Г. Урбялис, Й. Шарлаускас<sup>а</sup>

Вильнюсский университет,  
Вильнюс LT-03225, Литва  
e-mail: [linas.labanauskas@chf.vu.lt](mailto:linas.labanauskas@chf.vu.lt)

Поступило в редакцию 04.02.2005

<sup>a</sup>*Институт биохимии,  
Вильнюс LT-08662, Литва*

ХГС. – 2005. – № 6.– С. 922.

---