

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Khorana H. G. // Chem. Rev. — 1953. — Vol. 53. — P. 145.
2. Khorana H. G. // J. Chem. Soc. — 1952. — P. 2081.
3. Mikolajczyk M., Kielbesinski P. // Tetrahedron. — 1981. — Vol. 37. — P. 239.
4. Williams A., Ibrahim I. T. // Chem. Rev. — 1981. — Vol. 81. — P. 589.
5. Горб Л. Т., Романов И. Н., Толмачев А. И. // ХГС. — 1979. — № 10. — С. 1343.
6. Вовк М. В., Дорохов В. И., Самарай Л. И. // ЖОрХ. — 1987. — Т. 23. — С. 1339.
7. Мысин Н. И., Фридланд С. В., Юркова Н. И., Дергунов Ю. И. // Хим. пром-сть. — 1984. — № 7. — С. 398.
8. Himbert G., Schwickerath W. // Lieb. Ann. Chem. — 1984. — N 1. — S. 85.
9. Seifken W. // Lieb. Ann. Chem. — 1949. — Bd 562. — S. 75.
10. Neumann W., Fischer P. // Angew. Chem. — 1962. — Bd 74. — S. 801.

**М. В. Вовк, В. А. Крайтор, Н. В. Мельниченко**

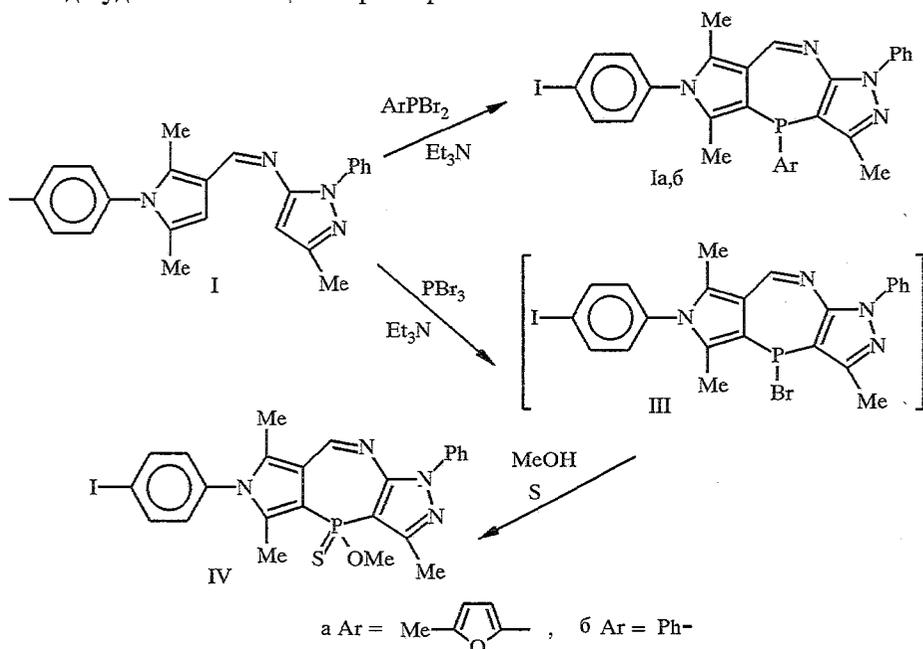
Институт органической химии НАН Украины,  
Киев 253660  
e-mail: iochkiev@sovam.com

Поступило в редакцию 16.06.98

ХГС. — 1998. — № 9. — С. 1273

### ДИГЕТЕРОАННЕЛИРОВАННЫЕ АЗАФOSФЕПИНЫ

Трициклические системы, в которых фосфорсодержащей семизвенный цикл конденсирован с двумя гетероциклами не известны. Нами получены первые представители таких систем II, IV в результате взаимодействия оснований Шиффа I и дибромарилфосфинов или трехбромистого фосфора в пиридине. Доступности оснований Шиффа типа I с электронобогащенными гетероциклическими остатками позволяет надеяться, что предложенный метод будет иметь общий характер.



Строение соединений II, IV подтверждено методом спектроскопии ЯМР  $^{31}\text{P}$  и  $^1\text{H}$ , а также методом масс-спектрологии.

**N-[1-(1-*n*-Иодфенил-2,5-диметил-3-пирролил)метилен]-N-(3-метил-1-фенил-1Н-5-пирозолил)амин (I).** Раствор 6,26 г (19,3 ммоль) 5-амино-3-метил-1-фенилпиразола, 3,4 г (19,3 ммоль) 1-*n*-иодфенил-2,5-диметил-3-карбальдегидпиррола и 0,2 г *n*-толуолсульфокислоты в 50 мл пропанола-2 кипятят до исчезновения исходных реагентов (контроль осуществляют методом ТСХ, элюент пропанол-2). Реакционную смесь охлаждают, осадок отфильтровывают. Выход 7,3 г (79%).  $T_{\text{пл}}$  194...195 °С (бледно-розовые кристаллы). Спектр ПМР (ДМСО- $D_6$ ): 1,96 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,32 (6H, с,  $\text{CH}_3$ ); 6,3 (1H, с, CH); 6,4 (1H, с, CH); 7,15 (2H, д, CH); 7,26 (1H, т, CH); 7,44 (2H, т, CH); 7,8 (2H, д, CH); 7,95 (2H, д, CH); 8,7 м. д. (1H, с, CH).

**6-*n*-Иодфенил-3,5,7-триметил-4-(5-метил-2-фурил)-1-фенил-4,6-дигидро-1Н-пирозоло[3,4-*b*]пирроло[3,4-*e*][1.4]азафосфепин (IIa).** К раствору 2 г (4,2 ммоль) основания Шиффа I в 30 мл пиридина добавляют 1,13 г (4,2 ммоль) (5-метил-2-фурил)дибромфосфина и затем 1,8 мл (12,6 ммоль) триэтиламина. Смесь выдерживают сутки, упаривают пиридин, остаток экстрагируют горячим толуолом (~30 мл), охлаждают, отфильтровывают солянокислый триэтиламин. Маточный раствор декантруют и упаривают наполовину. После охлаждения отделивают осадок соединения IIa. Выход 1,54 г (63%).  $T_{\text{пл}}$  223 °С (бесцветные кристаллы).  $M^+$  590. Спектр ЯМР  $^{31}\text{P}$  ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ):  $\delta\text{P} = -92$  м. д. Спектр ПМР ( $\text{CDCl}_3$ ): 2,18 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,21 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,24 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,47 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 5,8 (1H, м, CH); 6,3 (1H, м, CH); 6,9 (2H, д, CH); 7,3...7,6 (5H, м, CH); 7,8 (2H, д, CH); 8,33 м. д. (1H, с, CH).

**6-*n*-Иодфенил-3,5,7-триметил-1,4-дифенил-4,6-дигидро-1Н-пирозоло[3,4-*b*]пирроло[3,4-*e*][1.4]азафосфепин (IIб).** Получают аналогично. Выход 86%.  $T_{\text{пл}}$  235 °С (бесцветные кристаллы).  $M^+$  586. Спектр ЯМР  $^{31}\text{P}$  ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ):  $\delta\text{P} = -69$  м. д. Спектр ПМР (ДМСО- $D_6$ ): 2,16 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,31 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,54 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 6,93 (2H, м, CH); 7,1...7,5 (8H, м, CH); 7,68 (2H, д, CH); 7,89 (2H, д, CH); 8,17 м. д. (1H, с, CH).

**6-*n*-Иодфенил-4-метокси-3,5,7-триметил-1-фенил-4,6-дигидро-1Н-4 $\Delta^5$ -пирозоло[3,4-*b*]пирроло[3,4-*e*][1.4]азафосфепин-4-тион (IV).** К раствору 1 г (2,1 ммоль) соединения I в 20 мл пиридина добавляют 0,2 мл (2,1 ммоль) трехбромистого фосфора. Выдерживают сутки при 20 °С. В спектре ЯМР  $^{31}\text{P}$  единственный сигнал в области  $\delta\text{P} = 38,7$  м. д. К раствору добавляют 0,084 мл (2,1 ммоль) метанола и 0,07 г (2,1 ммоль) серы. Выдерживают при перемешивании до растворения серы. Упаривают пиридин, остаток растворяют в метиленхлориде, соли экстрагируют водой. Органическую фазу сушат безводным  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и упаривают растворитель. Остаток перекристаллизуют из пропанола-2. Выход 0,4 г (34%).  $T_{\text{пл}}$  268 °С (бесцветные кристаллы).  $M^+$  572. Спектр ЯМР  $^{31}\text{P}$  ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ):  $\delta\text{P} = 52,7$  м. д. Спектр ПМР ( $\text{CDCl}_3$ ): 2,16 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,51 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2,74 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 3,5 (3H, д,  $J_{\text{OCH}_3} = 14,76$  Гц,  $\text{OCH}_3$ ); 6,96 (2H, м, CH); 7,45 (3H, м, CH); 7,65 (2H, д, CH); 7,9 (2H, д, CH); 8,37 м. д. (1H, с, CH).

А. А. Толмачев, А. О. Пушечников, Д. Г. Кротко,  
С. П. Ивонин, А. Н. Костюк

Институт органической химии НАН Украины,  
Киев 252660  
e-mail: dor@fosfor.kiev.ua

Поступило в редакцию 29.06.98