

(27%) соединения 3. Водный фильтрат обрабатывают 25% водным аммиаком до pH 9–10, осадок отфильтровывают, промывают водой и перекристаллизацией из толуола получают 0.66 г (25%) соединения 2b.

6-Метоксип-4-метиленил-3-фенил-1,2,3,4-тетрагидро-2-хинолинон (2b). Т. пл. 230 °С (с разл). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (DMSO-d<sub>6</sub>), δ, м. д.: 3.45, 4.18 (2H, 2 с, CH<sub>2</sub>); 3.85 (3H, с, OMe); 6.76–7.41 (8H, м, Ar); 10.18 (1H, с, NH). Масс-спектр, m/z: 266 [M<sup>+</sup>]. Найдено, %: C 72.25; H 5.41; N 10.32. C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: C 72.10; H 5.26; N 10.51.

6-Метоксип-3-фенил-3a,5,5-триметил-1,2,3,3a,4,5-гексагидроциклопента[de]хинолин-2-он (3). Т. пл. 225 °С. Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (DMSO-d<sub>6</sub>), δ, м. д., J (Гц): 1.37, 1.40 (2 × 3H, 2 с, CMe<sub>2</sub>); 1.62 (3H, с, 3a-Me); 1.72 (1H, д, <sup>2</sup>J<sub>ac</sub>=12.2, <sup>3</sup>J<sub>bd</sub>, CH); 2.18 (1H, д, <sup>2</sup>J<sub>ac</sub>=12.2, <sup>3</sup>J<sub>bd</sub>, CH); 3.85 (3H, с, OMe); 6.45–7.37 (7H, м, Ar); 9.22 (1H, с, NH). Масс-спектр, m/z: 322 [M<sup>+</sup>]. Найдено, %: C 74.69; H 6.58; N 8.60. C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: C 74.54; H 6.82; N 8.68.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A. Brack, *Liebigs Ann. Chem.*, **730**, 166 (1969).
2. Б. А. Луговник, Н. Б. Бородин, А. П. Кост, *ДАН*, **170**, 340 (1966).

К. В. Золотых, Х. С. Шихалиев, Е. В. Лещева

Воронежский государственный университет,  
Воронеж 394693, Россия  
e-mail: shikh@online.ru

Поступило в редакцию 24.01.2002

ХГС. – 2002. – № 6. – С. 849.

## СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ

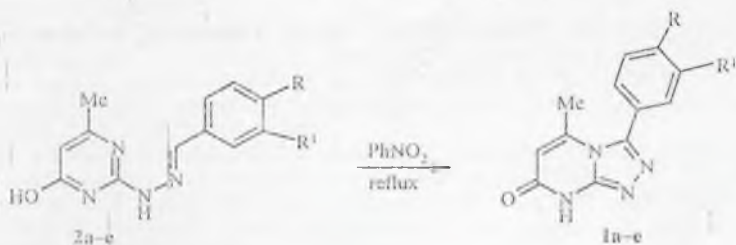
### 7,8-ДИГИДРО[1,2,4]ТРИАЗОЛО[4,3-*a*]ПИРИМИДИН-7-ОНА ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ ЦИКЛИЗАЦИЕЙ 2-АРИЛИДЕНГИДРАЗИНО-4-ГИДРОКСИ-6-МЕТИЛПИРИМИДИНОВ

Ключевые слова: 7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он, нитробензол, окислительная циклизация.

Известно, что одним из методов синтеза конденсированных *s*-триазолов является окислительная циклизация гетероциклических бензилиденгидразонов тетраацетатом свинца [1, 2]. Наряду с этим показано, что применение уксусной кислоты может привести к изомеризации продуктов реакции [2].

Нами показано, что роль окислителя в рассматриваемой реакции может играть нитробензол. Новые 3-арил-5-метил-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-оны 1a–e получены кипячением 2-арилиденгидразино-4-гидрокси-6-метилпиримидина 2a–e в нитробензоле. Установлено, что

наличие мощных электроноакцепторных заместителей в ариленовом фрагменте молекулы приводит к значительному затруднению протекания процесса и 3-*мета*- или 3-*пара*-нитрофенилзамещенные соединения типа 1 данным методом так и не были получены.



1. 2 a R = Br; b R = Cl; c R = F; d R = OCH<sub>3</sub>; e RR<sup>1</sup> = -OCH<sub>2</sub>O-; a-d R<sup>1</sup> = H

Использование нитробензола для окислительной циклизации арилендигидразинов 2а-е приводит к значительному упрощению процесса, а высокая температура реакционной смеси — к однозначному образованию именно системы [1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидина [3].

Строение синтезированных соединений подтверждено данными спектроскопии ЯМР <sup>1</sup>H.

3-(4-Бромфенил)-5-метил-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1а). Раствор 0.01 моль соединения 2а в 50 мл нитробензола кипятят в течение 15 ч с обратным холодильником и охлаждают. Вынавший продукт отфильтровывают и сушат. Выход 1.92 г (63%). Т. пл. 316–317 °С (из нитробензола). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1605 (C=N), 1680 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.35 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.81 (1H, с, CH); 7.71 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.01 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.4 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Br 25.9; N 18.1. C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>BrN<sub>4</sub>O. Вычислено, %: Br 26.2; N 18.3.

5-Метил-3-(4-хлорфенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1б) получают аналогично. Выход 52%. Т. пл. 303–304 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1600 (C=N), 1675 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.34 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.85 (1H, с, CH); 7.56 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.11 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.2 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Cl 13.3; N 21.3. C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>ClN<sub>4</sub>O. Вычислено, %: Cl 13.6; N 21.5.

5-Метил-3-(4-фторфенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1с) получают аналогично. Выход 43%. Т. пл. 287–288 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1600 (C=N), 1675 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.35 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.86 (1H, с, CH); 7.37 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.15 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.4 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: N 22.7. C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>4</sub>O. Вычислено, %: N 23.0.

5-Метил-3-(4-метоксифенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1д) получают аналогично. Выход 58%. Т. пл. 295–296 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1610 (C=N), 1685 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.33 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 3.84 (3H, с, OCH<sub>3</sub>); 5.80 (1H, с, CH); 7.08 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.03 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.0 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: N 21.7. C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 21.9.

5-Метил-3-(3,4-метилендиоксифенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1е) получают аналогично. Выход 55%. Т. пл. 301–302 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1610 (C=N), 1680 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.32 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.85 (1H, с, CH); 6.12 (2H, с, OCH<sub>2</sub>O); 7.04–7.64 (3H, м, C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>); 13.2 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: N 20.4. C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: N 20.7.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. J. D. Bower, F. P. Doyle, *J. Chem. Soc.*, 1727 (1957).
2. C. F. H. Allen, G. A. Reynolds, J. F. Tinker, L. A. Williams, *J. Org. Chem.* **25**, 361 (1960).
3. K. Shirakawa, *Yakugaku Zasshi*, **80**, 1542 (1960).

В. А. Яиченко, А. М. Демченко

Черниговский государственный педагогический университет им. Т. Г. Шевченко, Чернигов 44013, Украина  
e-mail: demch@cn.relc.com

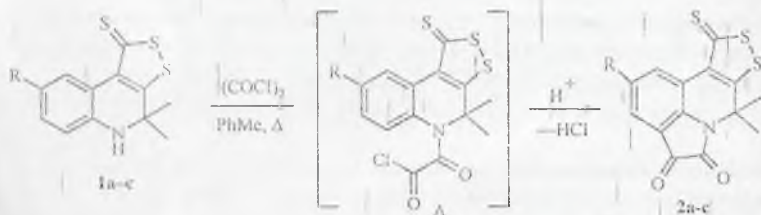
Поступило в редакцию 06.12.2001

ХГС. – 2002. – № 6. – С. 850.

### НОВАЯ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКАЯ СИСТЕМА – 4,5,7,10-ТЕТРАГИДРО[1,2]ДИТИОЛО[3,4-*c*]ПИРРОЛО- [3,2,1-*ij*]ХИНОЛИН

Ключевые слова: 2,3-дителиоло[3,4-*c*]хинолин-1-тион, 4,5,7,10-тетрагидро[1,2]дителиоло[3,4-*c*]пирроло[3,2,1-*ij*]хинолин, оксалилхлорид.

Нами обнаружено, что ацилирование 8-*R*-4,4-диметил-4,5-дигидро[1,2]-дителиоло[3,4-*c*]хинолин-1-тионов (1а-с) оксалилхлоридом, как и в случае ацилхлоридов [1], протекает исключительно по атому азота дигидрохинолинового цикла, но сопровождается самопроизвольной циклизацией по типу реакции Штолле. В результате с хорошими выходами (60–80%) образуются производные новой конденсированной гетероциклической системы – 2-*R*-7,7-диметил-10-тиоксо-4,5,7,10-тетрагидро[1,2]дителиоло[3,4-*c*]пирроло[3,2,1-*ij*]хинолин-4,5-дионы (2а-с).



1, 2 а R = H, б R = Me, в R = OMe