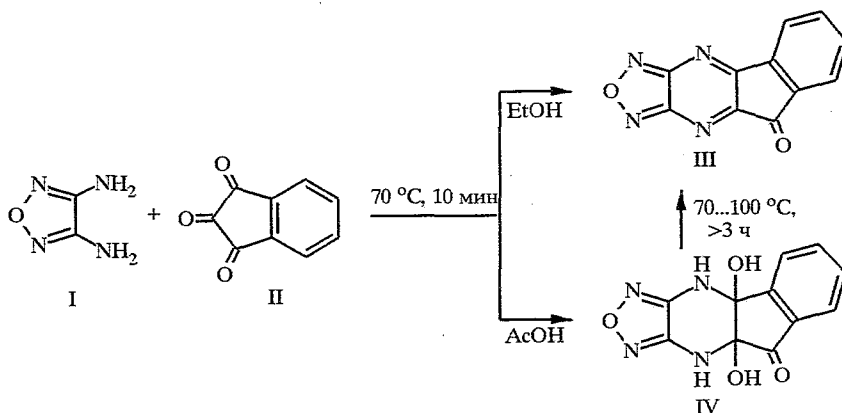


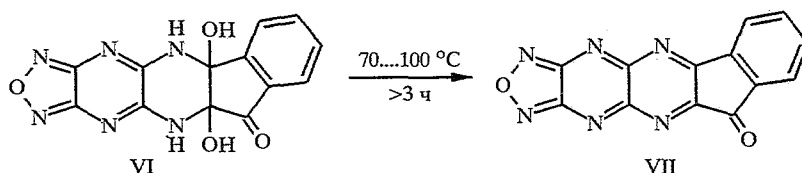
О ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ДИАМИНОФУРАЗАНА С НИНГИДРИНОМ

Ранее продукту взаимодействия диаминофуразана (I) с нингидрином (II) было приписано строение 5-оксоинден [1,2-*e*]фуразано[3,4-*b*]пиразина (III) по аналогии с подобными реакциями других карбонильных соединений [1].



Нами показано, что в описанных условиях и при использовании в качестве растворителя уксусной кислоты из соединений I и II образуется продукт (IV), строение которого подтверждают данные ПМР, ИК спектров и результаты элементного анализа. При нагревании в спирте, диметилформамиде, серной кислоте соединение IV превращается в продукт III, идентичный образцу, синтезированному в работе [1]. Полученные результаты позволяют с уверенностью утверждать, что и в цитированной работе [1] при взаимодействии соединений I и II образуется продукт IV, который при кристаллизации из спирта теряет воду и превращается в соединение III.

Аналогично взаимодействие 5,6-диаминофуразано[3,4-*b*]пиразина (V) с нингидрином II приводит к продукту (VI), который при нагревании в этаноле, ДМФА и серной кислоте превращается в соединение VII. Превращение VI → VII происходит значительно медленнее, чем IV → III.



4a,9b-Дигидрокси-5-оксоиндено[2,3-*e*]фуразано[3,4-*b*]-4,4a,9b,10-тетрагидропиразин (IV). Выход 83%. $T_{пл}$ 260...270 °C (разл.). ИК спектр: 3472 (NH), 3280 (OH), 1744 (C=O), 1616 (C=N), 1144 cm^{-1} (C—O). Спектр ПМР (ДМСО): 8,52 (1H, с, OH); 8,31 (1H, с, OH); 7,8...7,6 (4H, м, $H_{аром}$); 6,92 (1H, с, NH) и 6,75 м. д. (1H, с, NH). Найдено, %: C 50,6; H 3,0; N 21,4. $C_{10}H_8N_4O_4$. Вычислено, %: C 50,8; H 3,1; N 21,5.

5a,10b-Дигидрокси-6-оксоиндено[2,3-*g*]фуразано[3,4-*b*]пиразино[4,5-*b*]-5,5a,10b,11-тетрагидропиразин (VI). Выход 85%. $T_{пл}$ 229...230 °C (разл.). ИК спектр: 3648, 3368 (NH), 3304, 3248 (OH), 1712 (C=O), 1648 (NH), 1604 (NH), 1148 (OH), 1128 cm^{-1} (OH). Спектр ПМР (ДМСО): 10,10 (1H, с, OH); 9,82 (1H, с, OH); 7,9...7,6 (4H, м, $H_{аром}$); 7,25 (1H, с, NH) и 7,15 м. д. (1H, с, NH). Найдено, %: C 50,9; H 2,4; N 27,2. $C_{13}H_8N_6O_4$. Вычислено, %: C 50,0; H 2,6; N 26,9.

6-Оксоиндено[2,3-*g*]фуразано[3,4-*b*]пиазино[4,5-*b*]пиазин (VII). Выход 87%.
 $T_{пл} > 300^\circ\text{C}$ (разл.). ИК спектр: 1720 см^{-1} (C=O). Спектр ПМР (ДМСО): 8,25...7,30 м. д. (4H, м, $N_{аром}$). Найдено, %: C 56,1; H 1,8; N 30,2. $C_{13}H_4N_6O_2$. Вычислено, %: C 56,5; H 1,5; N 30,4.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Еремеев А. В., Андрианов В. Г., Пискунова И. П. // ХГС. — 1978. — № 5. — С. 613.

С. В. Пирогов, С. Ф. Мельникова, И. В. Целинский

Санкт-Петербургский государственный
 технологический институт (технический
 университет), Санкт-Петербург 198013

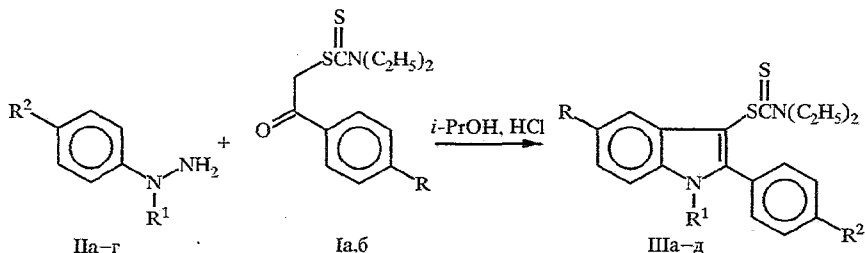
Поступило в редакцию 04.08.97
 После переработки 08.12.97

ХГС. — 1997. — № 12. — С. 1699.

НОВЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ ИНДОЛА. СИНТЕЗ S-(ИНДОЛИЛ-3)ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТОВ

Индольное ядро является основой разнообразных биологически активных соединений [1, 2]. Известно, что диалкилдитиокарбаматы успешно применяют в качестве фунгицидов, антибактериальных препаратов [3].

Мы предположили, что, используя реакцию Фишера [4], удастся получить соединения, сочетающие оба указанных структурных фрагмента. С этой целью взаимодействием диэтилдитиокарбамата натрия с фенацилбромидами по способу [5] синтезированы фенациловые эфиры диэтилдитиокарбаминовой кислоты Ia,б. Оказалось, что при нагревании соединений Ia,б с арилгидразинами IIa—г в изопропиловом спирте в присутствии кислоты (3...5 ч) образуются с выходом 50...70% не описанные ранее индолы IIIa—д.



Ia R = H, б R = Br; II a R¹ = R² = H; б R¹ = CH₂Ph, R² = OMe; в R¹ = Ph, R² = H; г R¹ = H, R² = Br;
 III a R = R¹ = R² = H; б R = H, R¹ = CH₂Ph, R² = OMe; в R = R² = H, R¹ = Ph; г R = R¹ = H;
 R² = Br; д R = R² = Br, R¹ = H

Строение индолов IIIa—д доказано с помощью спектров ЯМР ¹H (250 МГц, CDCl₃), данные элементного анализа совпадают с рассчитанными. Общая методика синтеза индолов III: 5 ммоль арилгидразина II, 5 ммоль кетона I и 10 ммоль конц. HCl кипятят с обратным холодильником в *i*-PrOH 3...5 ч. Охлаждают реакционную смесь до комнатной температуры. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой; из маточного раствора отгоняют *i*-PrOH, остаток обрабатывают водой, экстрагируют бензолом, бензол упаривают. Осадок и бензольную вытяжку хроматографируют на колонке с силикагелем, элюент бензол. Индолы IIIa—д кристаллизуют из этанола.