

Полученные результаты позволяют прогнозировать синтез 9-Ar-10-R (Me, Ar)-пергидро- либо додекагидроакридинов в зависимости от природы заместителя при атоме азота.

Соли I были получены с выходами 60...66% при взаимодействии тетрафторбората 9-фенил-сим-октагидроакридиния с метиламином и анилином соответственно по методике работы [2].

Тetraфторборат 9,10-дифенил-сим-октагидроакридиния (II, C₂₅H₂₆NBF₄). Выход 66%. T_{пл} 120...121 °C (этанол). Спектр ЯМР ¹H (CDCl₃): 2,06 (4H, т, 1- и 8-H); 2,86, (8H, м, 2-, 3-, 6- и 7-H); 3,42 (4H, т, 4- и 5-H); 7,45 и 7,83 (10H, два м, H_{аром}).

цис-анти-транс-9,10-Дифенилпергидроакридин (III, C₂₅H₃₁N). В автоклав помещают 0,07 моль соли I, 0,07 моль анилина, 70 мл абс. этанола и 0,5 г 10% Pd/C. Смесь выдерживают при 100 °C 6 ч в атмосфере водорода. Начальное давление водорода 10 МПа. Далее катализатор отфильтровывают, из фильтрата при стоянии выпадают бесцветные кристаллы продукта III. Выход 58%. T_{пл} 134...136 °C (этанол). Спектр ЯМР ¹³C (CDCl₃): 21,39 (C₍₁₎, т); 25,65 (C₍₂₎, т); 20,26 (C₍₃₎, т); 30,75 (C₍₄₎, т); 62,11 (C_(4a), д); 32,34 (C₍₅₎, т); 26,57 (C₍₆₎, т); 25,92 (C₍₇₎, т); 30,37 (C₍₈₎, т); 39,46 (C_(8a), д); 53,70 (C₍₉₎, д); 44,53 (C_(9a), д); 69,12 м. д. (C_(10a), д).

Данные элементного анализа соответствуют вычисленным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Решетов П. В., Рожнова С. А., Кривенько А. П. // ХГС. — 1994. — № 1. — С. 68.
2. Katritzki A. R., Vapat J. B., Claramunt-Elguero R. M., Yates F. S., Dinulescu A., Balaban A. T., Chiralev F. // J. Chem. Res. (M). — 1978. — N 10. — P. 4783.

П. В. Решетов, Р. В. Селлер, А. П. Кривенько

Саратовский государственный университет
им. Н.Г.Чернышевского,
Саратов 410026

Поступило в редакцию 18.07.97

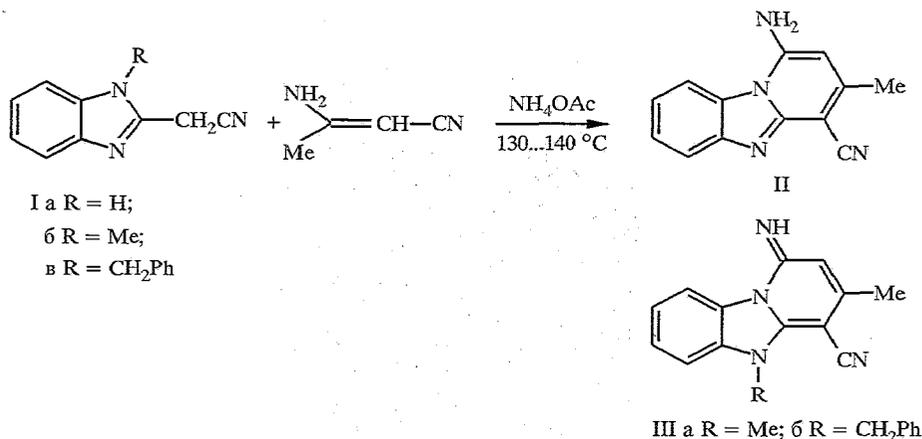
ХГС. — 1997. — № 9. — С. 1279

НОВЫЙ ПРОСТОЙ СИНТЕЗ 1-АМИНО(ИМИНО)-3-МЕТИЛПИРИДО[1,2-а]- БЕНЗИМИДАЗОЛ-4-КАРБОНИТРИЛОВ

Производные 1-аминопиридо[1,2-а]бензимидазол-4-карбонитрила, обладающие флуоресцентными свойствами [1, 2], изучались как потенциально биологически активные вещества [3]. Описан лишь один многостадийный

синтез 1-амино-3-метилпиридо[1,2-*a*]бензимидазол-4-карбонитрила (II) с общим выходом около 58% [3].

Мы нашли, что 2-цианометилбензимидазол (Iа) и его N-замещенные производные (Iб, в) реагируют с нитрилом β-аминокроотоновой кислоты, образуя 1-амино(имино)пиридо[1,2-*a*]бензимидазолы II, IIIа, б. Реакция проходит при нагревании (130...140 °С) в течение 0,5...1 ч эквимолярной смеси реагентов в присутствии ацетата аммония. Целевые соединения выделяют при растирании реакционной смеси с водой.



Полученные вещества обладают флуоресценцией, которая не исчезает при многомесячном воздействии солнечного света.

1-Амино-3-метилпиридо[1,2-*a*]бензимидазол-4-карбонитрил (II). Выход 60%, $T_{пл} > 300$ °С. Спектр ПМР (DMSO-D₆): 2,48 (3H, с, CH₃); 6,10 (1H, с, 2-CH); 7,2...7,6 (2H, м, 7-, 8-CH); 7,75 (1H, д, 6-CH); 7,77 (2H, ш, NH₂); 8,42 м. д. (1H, д, 9-CH). Следует отметить, что в работе [3] сделано иное отнесение (3,6 м. д.) сигнала метильной группы. ИК спектр (таблетки KBr): 3470 ср, 3300 сл (NH₂), 2200 с (CN), 1648 см⁻¹ с (C=N). Найдено, %: N 25,57. C₁₃H₁₀N₄. Вычислено, %: N 25,21

1-Имино-3,5-диметилпиридо[1,2-*a*]бензимидазол-4-карбонитрил (IIIа). Выход 64%. $T_{пл}$ 245...248 °С. Спектр ПМР (DMSO-D₆): 2,17 (3H, с, 3-CH₃); 3,99 (3H, с, 5-CH₃); 5,94 (1H, с, 2-CH); 7,3...7,7 (4H, м, NH + 6-, 7-, 8-CH); 8,93 м. д. (1H, д, 9-CH). ИК спектр (таблетки KBr): 3300 ср (NH), 2175 с (CN), 1628 с, 1550 см⁻¹ с. Найдено, %: N 23,93. C₁₄H₁₂N₄. Вычислено, %: N 23,72.

1-Имино-5-бензил-3-метилпиридо[1,2-*a*]бензимидазол-4-карбонитрил (IIIб). Выход 47%. $T_{пл}$ 195...197 °С. Спектр ПМР (DMSO-D₆): 2,16 (3H, с, CH₃); 5,88 (2H, с, CH₂); 6,03 (1H, с, 2-CH); 7,3...7,7 (8H, м, C₆H₅ + 6-, 7-, 8-CH); 8,15 (1H, ш, NH); 9,0 м. д. (1H, д, 9-CH). ИК спектр (таблетки KBr): 3317 сл (NH), 2185 с (CN), 1630 с, 1543 см⁻¹ с. Найдено, %: N 18,28. C₂₀N₁₆N₄. Вычислено, %: N 17,93

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Dhamnaskar S. V., Rangnekar D. W. // *Dyes and Pigm.* — 1988. — Vol. 9. — P. 467.
2. Sabnis R. W., Rangnekar D. W. // *J. Heterocycl. Chem.* — 1990. — Vol. 27. — P. 417.
3. Samia M. Rida, Farid S. G. Soliman and El-Sayed A. M. Badawey // *J. Heterocycl. Chem.* — 1988. — Vol. 25. — P. 1725.

Ю. М. Воловенко, В. В. Иванов

Киевский национальный университет
им. Тараса Шевченко, Киев 252017
ХГС. — 1997. — № 9. — С. 1280

Поступило в редакцию 28.08.97