СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОПИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ – 1-ТИА-5,7-ДИАЗАЦИКЛОПЕНТА[с,d]ФЕНАЛЕНОВ

Ключевые слова: бензойная кислота, 1H-перимидины, $\Pi\Phi K$, 1-тиа-5,7-диаза-циклопента[c,d]феналены, пери-аннелирование, бензоилирование.

Ранее, мы разработали ряд методов *пери*-аннелирования пиррольного цикла к перимидинам [1, 2]. Учитывая высокую биологическую актив-ность производных тиофена, в настоящей работе мы разработали метод пери-аннелирования тиофенового цикла к перимидинам. Оказалось, что реакция 1 ммоль тиолов 1 и 0.244 г (2 ммоль) бензойной кислоты и нагре-вание в 2–3 г ПФК* при 100-110 °C в течение 4 ч (контроль TCX) приво-дят к неизвестным ранее 1-тиа-5,7диазациклопента[c,d]феналенам **2a**,**b** с выходами 78 и 82% соответственно.

1, 2 \mathbf{a} R = H, \mathbf{b} R = Me

Спектры ЯМР 1 Н записаны на приборе Bruker WP-200 (200 МГц) в ДМСО- d_{6} , внутренний стандарт ТМС. Контроль за протеканием реакций и индивидуаль-ностью синтезированных соединений осуществлялся на пластинках Silufol UV-254, растворитель этилацетат.

Реакционную смесь обрабатывают 50 мл воды, подщелачивают раствором аммиака до рН 8-9. Выпавший осадок отфильтровывают. Маточный раствор экстрагируют горячим бензолом (3 × 50 мл). Растворитель упаривают, остаток объединяют с осадком. Полученные соединения очищают перекристаллизацией.

2-Фенил-1-тиа-5,7-диазациклопента[*c,d*]фенален (2а). Выход 0.223 г (78%). Т. пл. 283–285 °С (с разл., из бензола). Спектр ЯМР 1 Н, δ , м. д. (J, Γ ц): 7.50 (3H, м, H-3,4,5 Ph); 7.81 (1H, д, J = 9.8, H-3); 7.95 (2H, д, J = 7.7, H-2,6 Ph); 8.15 (1H, \pm , \pm); 8.53 (1H, \pm); 8.53 (1H, \pm), \pm 9.8, H-4); 8.91 (1H, \pm 0, \pm 9.1, H-8); 9.58 (1H, c, H-6). Найдено, %: С 75.68; Н 3.46; N 9.83. С₁₈Н₁₀N₂S. Вычислено, %: С 75.50; Н 3.52; N 9.78.

6-Метил-2-фенил-1-тиа-5,7-диазациклопента[*c,d*]фенален (2b). Выход 0.246 г (82%). Т. пл. >300 °С (из бензола). Спектр ЯМР 1 Н, δ , м. д. (J, Γ ц): 3.12 (3H, c, CH₃); 7.50 (3H, м, H-3,4,5 Ph); 7.87 (1H, д, J = 9.8, H-3); 7.95 (2H, π , J = 7.7, H-2,6 Ph); 8.13 (1H, π , J = 9.1, H-9); 8.56 (1H, π , J = 9.8, H-4); 8.90 (1H, π , J = 9.1, H-8). Найдено, %: С 76.12; Н 3.92; N 9.28. $C_{19}H_{12}N_2S$ Вычислено, %: С 75.97; Н 4.03; N 9.33.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 10-03-00193а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. А. В. Аксенов, А. С. Ляховненко, Н. Ц. Караиванов, XГС, 146 (2010). [Chem. Heterocycl. Comp., 46, 127 (2010)1.
- A. V. Aksenov, A. S. Lyakhovnenko, A. V. Andrienko, I. I. Levina, *Tetrahedron Lett.*, **51**, 2406 (2010).
- 3. F. Uhlig, Angew. Chem., 66, 435 (1954).

А. С. Ляховненко, А. В. Аксенов, * А. В. Андриенко, И. В. Аксенова

^{*} Использована ПФК с 86% содержанием P_2O_5 , полученная по методике [3].

Ставрополь 355009, Россия e-mail: k-biochem-org@stavsu.ru

XΓC. – 2010. – № 8. – C. 1268
