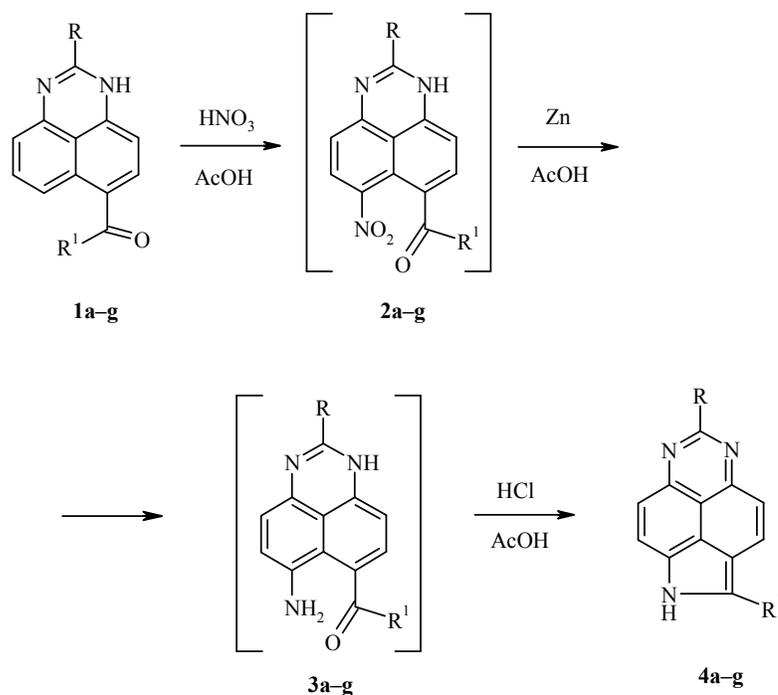


НОВЫЙ *ONE-POT* МЕТОД СИНТЕЗА 1Н-1,5,7-ТРИАЗАЦИКЛОПЕНТА[*c,d*]ФЕНАЛЕНОВ

Ключевые слова: перимидины, 1Н-1,5,7-триазациклопента[*c,d*]фена-лены, *peri*-аннелирование, восстановление, нитрование.

1Н-1,5,7-Триазациклопента[*c,d*]феналены **4a–g** представляют интерес с точки зрения поиска биологически активных соединений, так как являются структурными аналогами известных противоопухолевых препаратов, например AG 331 [1]. Ранее мы разработали ряд методов синтеза этих соединений [2–4]. Недостатком этих методов является использование в качестве растворителя ПФК, и, как следствие, трудности при работе с большими нагрузками. В настоящей работе мы предлагаем лишенный этого недостатка метод синтеза соединений **4a–g**, основанный на *one-pot* последовательности: нитрование карбонильных соединений **1a–g**, восстановление промежуточных нитросоединений **2a–g** и гетероциклизация аминов **3a–g**. Суммарные выходы составили 64–87%.



1–4 a R = Me, R¹ = H, **b** R = H, R¹ = Me, **c** R = R¹ = Me, **d** R = Ph, R¹ = Me,
e R = H, R¹ = Ph, **f** R = Me, R¹ = Ph, **g** R = R¹ = Ph

Спектры ЯМР ¹H записывали на приборе Bruker WP-200 (200 МГц), внутренний стандарт ТМС. Контроль за протеканием реакций и индивидуальностью синтезированных соединений осуществляли на пластинках Silufol UV-254, система растворителей этилацетат–спирт, 1 : 1.

Синтез соединений 4a–g (общая методика). Смесь 1 ммоль кетона **1a–g**, 0.03 г (0.5 ммоль) карбамида и 0.105 г (1.05 ммоль) азотной кислоты ($d = 1.4$) в 10 мл уксусной кислоты кипятят 3 мин. Далее добавляют 0.32 г (5 ммоль) цинковой пыли и кипятят 1 ч, затем добавляют 1 мл конц. HCl и кипятят ещё 4 ч (контроль ТСХ). Реакционную смесь фильтруют, обрабатывают 50 мл воды. Выпавший осадок отфильтровывают. Маточный раствор экстрагируют горячим бензолом

(6 × 50 мл), промывают 10% раствором соды (2 × 30 мл). Растворитель упаривают, остаток объединяют с осадком. Полученные соединения очищают перекристаллизацией.

6-Метил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4а). Выход 0.132 г (64%). Т. пл. 237–238 °С (из бензола) (т. пл. 237–238 °С [3]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [3].

2-Метил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4б). Выход 0.131 г (73%). Т. пл. 259–260 °С (из бензола) (т. пл. 259–260 °С [2]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [2].

2,6-Диметил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4с). Выход 0.179 г (81%). Т. пл. 271–272 °С (из бензола) (т. пл. 271–272 °С [2]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [2].

2-Метил-6-фенил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4д). Выход 0.240 г (85%). Т. пл. 245–246 °С (из бензола с петролейным эфиром) (т. пл. 245–246 °С [3]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [3].

2-Фенил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4е). Выход 0.223 г (83%). Т. пл. 263–265 °С (из бензола) (т. пл. 263–265 °С [3]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [3].

6-Метил-2-фенил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4ф). Выход 0.243 г (86%). Т. пл. 291–292 °С (из бензола) (т. пл. 291–292 °С [3]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [3].

2,6-Дифенил-1Н-1,5,7-триазаацклопента[с,д]фенален (4г). Выход 0.300 г (87%). Т. пл. 169–171 °С (из бензола с петролейным эфиром) (т. пл. 169–171 °С [3]). Спектр ЯМР ¹Н аналогичен приведённому в работе [3].

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M. D. Varney, C. L. Palmer, J. G. Deal, S. Webber, K. M. Welsh, C. A. Bartlett, C. A. Morse, W. W. Smith, C. A. Janson, *J. Med. Chem.*, **38**, 1892 (1995).
2. А. В. Аксенов, А. С. Ляховненко, Н. Ц. Караиванов, *ХГС*, 146 (2010). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **46**, 127 (2010)].
3. A. V. Aksenov, A. S. Lyakhovnenko, A. V. Andrienko, I. I. Levina, *Tetrahedron Lett.*, **51**, 2406 (2010).
4. А. В. Аксенов, А. С. Ляховненко, А. В. Андриенко, *ХГС*, 1563 (2010). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **46**, 1266 (2010)].

**А. В. Аксенов,* А. С. Ляховненко, Т. С. Перлова,
И. В. Аксенова**

*Ставропольский государственный университет,
Ставрополь 355009, Россия
e-mail: k-biochem-org@stavsu.ru
e-mail: alexaks05@rambler.ru*

***Поступило
24.11.2010***