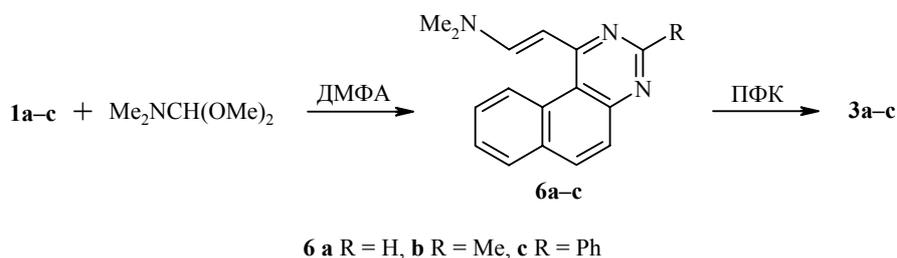


Промежуточное соединение, аналогичное **5**, может быть получено с использованием диметилацетала ДМФА, чем мы и воспользовались в следующей части работы для синтеза соединений **3**. Мы показали, что кипячение соединений **1** с диметилацеталем ДМФА в ДМФА и дальнейшая реакция без очистки промежуточных продуктов **6** с ПФК приводит к диазапиренам **3** с выходом 42–68%.



ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР получали на приборе Bruker WP-200 (200 МГц), внутренний стандарт ТМС. Контроль за протеканием реакций и индивидуальностью синтезированных соединений осуществляли на пластинках Silufol UV-254, растворитель этилацетат. Флеш-хроматографию проводили методом [7] (колонка: $d = 60$ мм, $l = 50$ мм), используя в качестве неполярного растворителя бензол, в качестве полярного – этилацетат.

Синтез 1,3-диазапиренов 3a-c (общая методика). *А. С использованием 1,3,5-триазина в ПФК.* Смесь 1 ммоль соответствующего бензо[*f*]хиназолина **1**, 0.12 г (1.5 ммоль) 1,3,5-триазина и 4 г ПФК перемешивают 6 ч при 100 °С. Реакционную смесь выливают в 30 мл воды, подщелачивают раствором аммиака до pH-7–8, экстрагируют этилацетатом 3 × 30 мл, растворитель упаривают. Остаток разделяют флеш-хроматографией.

Б. С использованием диметилацетата ДМФА. Смесь 1 ммоль соответствующего бензо[*f*]хиназолина **1** и 0.238 г (2 ммоль) диметилацетата ДМФА в 3 мл абсолютного ДМФА нагревают 60 ч с при 130 °С. ДМФА и остаток диметилацетата отгоняют в вакууме. К остатку добавляют 4 г ПФК и перемешивают 1 ч при 80 °С. Реакционную смесь обрабатывают по методу А.

1,3-Диазапирен (3a). Выход по методу А 0.055 г (27%), выход по методу Б 0.124 г (61%). Т. пл. 179–181 °С (из октана) (т. пл. 179–181 °С [1]). Проба смешения с заведомым образцом не дает депрессии температуры плавления. Спектр ЯМР ¹Н идентичен приведенному в работе [1].

2-Метил-1,3-диазапирен (3b). Выход по методу А 0.048 г (22%), выход по методу Б 0.092 г (42%). Т. пл. 178–179 °С (из октана) (т. пл. 180–180.5 °С [5]). Спектр ЯМР ¹Н идентичен приведенному в работе [5].

2-Фенил-1,3-диазапирен (3c). Выход по методу А 0.087 г (31%), выход по методу Б 0.19 г (68%). Т. пл. 224–226 °С (из октана) (т. пл. 226 °С [4]). Спектр ЯМР ¹Н идентичен приведенному в работе [4].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. И. В. Боровлев, О. П. Демидов, А. Ф. Пожарский, *ХГС*, 1109 (2002). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **38**, 968 (2002)].
2. И. В. Боровлев, А. В. Аксёнов, А. Ф. Пожарский, *ХГС*, 1579 (1997). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **33**, 1367 (1997)].
3. И. В. Боровлев, О. П. Демидов, *ХГС*, 1612 (2003). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **39**, 1417 (2003)].
4. R. Neidlein, Z. Behzadi, *Chem.-Ztg.*, **102**, 199 (1978).
5. A. Edel, P. A. Marnot, J. P. Sauvage, *Tetrahedron Lett.*, **26**, 727 (1985).
6. F. Uhlig, *Angew. Chem.*, **66**, 435 (1954).
7. Дж. Шарп, И. Госни, А. Роули, *Практикум по органической химии*, Мир, Москва, 1993, с. 193.

Ставропольский государственный университет,
Ставрополь 355009, Россия
e-mail: k-biochem-org@stavsru

Поступило 20.06.2007

^aСтавропольская государственная
медицинская академия,
Ставрополь 355017, Россия
e-mail: sigma@statel.stavropol.ru