

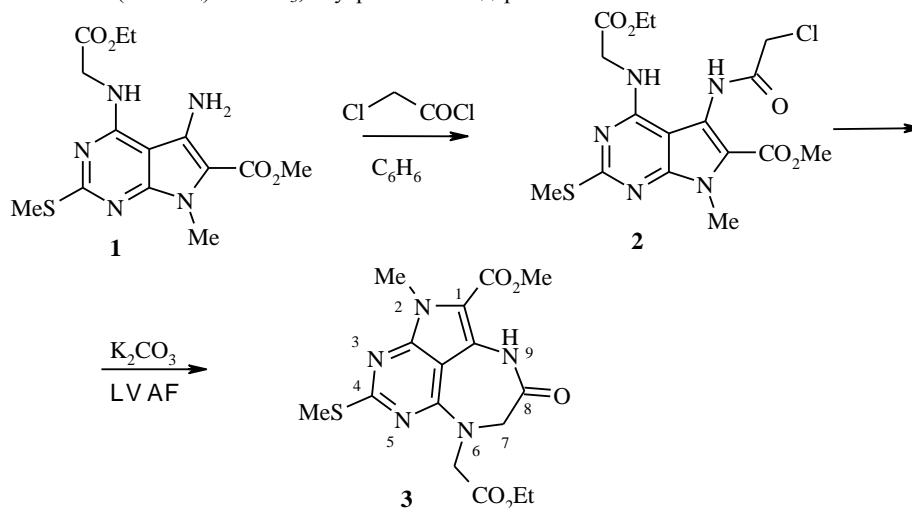
СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ: 2Н-2,3,5,6,9-ПЕНТААЗАБЕНЗ[cd]АЗУЛЕНА

Ключевые слова: 2Н-2,3,5,6,9-пентаазабенз[cd]азулен, пирроло[2,3-*d*]-пиримидин, циклоконденсация.

Продолжая исследования в области конденсированных гетероциклов пиримидина [1–3], мы разработали простой и удобный метод синтеза первого представителя новой гетероциклической системы – метилового эфира 6-(этоксикарбонилметил)-2-метил-4-метилтио-8-оксо-6,7,8,9-тетрагидро-2Н-2,3,5,6,9-пентаазабенз[cd]азулен-1-карбоновой кислоты (**3**).

Диазепиновое кольцо, *пери*-конденсированное с пирроло[2,3-*d*]пиримидиновым фрагментом, получили ацилированием первичной аминогруппы соединения **1** хлорацетилхлоридом и последующей реакцией внутри-молекулярной циклоконденсации образовавшегося 5-хлорацетиламино-производного пирроло[2,3-*d*]пиримидина **2** в присутствии карбоната калия в ДМФА. Соединение **1** синтезировали трехстадийным методом из 2-метилтио-4,6-дихлорпиримидин-5-карбонитрила, который будет описан в отдельной статье.

ИК спектры получены на спектрофотометре FT-IR Spectrum BX II (Perkin–Elmer) в вазелиновом масле, спектры ЯМР ^1H – на приборе Tesla BS-587A (80 МГц) в CDCl_3 , внутренний стандарт TMS.



Метилловый эфир 7-метил-2-метилтио-5-хлорацетиламино-4-(этоксикарбонил)метиламино-7Н-пирроло[2,3-*d*]пиримидин-6-карбоновой кислоты (2). В смесь 0.5 г (1.41 ммоль) соединения **1** в 20 мл безводного бензола при перемешивании и комнатной температуре по каплям добавляют 0.21 г (1.85 ммоль) хлорацетилхлорида. Реакционную смесь кипятят 15 мин, охлаждают до комнатной температуры, осадок отфильтровывают, перекристаллизовывают и получают 0.5 г (82%) соединения **2**, т. пл. 205–206 °С (из этанола). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3326, 3286 (NH); 1740, 1714, 1706 (CO). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д., J (Гц): 1.30 (3H, т, $J = 7$, CH_3); 2.57 (3H, с, SCH_3); 3.94 (3H, с, NCH_3); 3.98 (3H, с, OCH_3); 4.28 (2H, к, $J = 6$, OCH_2); 4.33 (2H, д, $J = 5$, NCH_2); 4.35 (2H, с, CH_2Cl); 7.49 (1H, уш. т, $J = 5$, NH); 10.20 (1H, с, NHCO). Найдено, %: С 44.96; Н 4.93; N 15.98. $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{ClN}_5\text{O}_5\text{S}$. Вычислено, %: С 44.70; Н 4.69; N 16.29.

Метилловый эфир 2-метил-4-метилтио-8-оксо-6-(этоксикарбонил)метил-6,7,8,9-тетрагидро-2Н-2,3,5,6,9-пентаазабенз[cd]азулен-1-карбоновой кислоты (3). В раствор 0.2 г (0.47 ммоль) соединения **2** в 10 мл безводного ДМФА добавляют 0.065 г (0.47 ммоль) безводного карбоната калия. Реакционную смесь перемешивают при 50–60 °С в течение 7 ч. После охлаждения до комнатной температуры осадок отфильтровывают, в фильтрат добавляют воду, осадок отфильтровывают, соединяют с ранее полученным, перекристаллизовывают и получают 0.17 г (91%) соединения **3**, т. пл. 209–210 °С (из смеси этанол–диоксан). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3395 (NH); 1740, 1710, 1683 (CO). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д., J (Гц): 1.28 (3H, т, $J = 7$, CH_3); 2.54 (3H, с, SCH_3); 3.93 (3H, с, NCH_3); 3.96 (3H, с, OCH_3); 4.26 (2H, к, $J = 7$, OCH_2); 4.30 (2H, с, NCH_2CO); 4.42 (2H, с, $\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Et}$); 9.09 (1H, с, NH). Найдено, %: С 49.06; Н 4.89; N 17.65. $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}$. Вычислено, %: С 48.85; Н 4.87; N 17.80.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. S. Tumkevicius, *Liebigs Ann. Chem.*, 1703 (1995).
2. С. Тумкявичюс, В. Масявичюс, *XTC*, 1577 (1999).
3. S. Tumkevicius, L. A. Agrofoglio, A. Kaminskas, G. Urbelis, T. A. Zevaco, O. Walter, *Tetrahedron Lett.*, **43**, 695 (2002).

С. Тумкявичюс, Ж. Шаракаускайте

*Вильнюсский университет,
Кафедра органической химии,
Вильнюс 2006, Литва
e-mail: sigitas.tumkevicius@chf.vu.lt*

Поступило в редакцию 15.11.2002

ХГС. – 2002. – № 12. – С. 1731
