

Е. М. Кирилова, И. А. Мейровиц

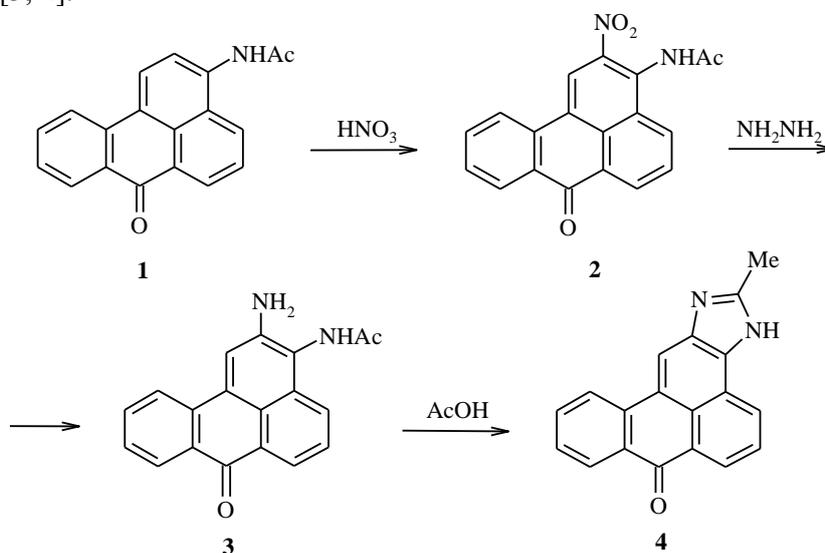
**СИНТЕЗ
2-МЕТИЛБЕНЗАНТРЕНО[2,3-*d*]ИМИДАЗОЛ-7-ОНА**

Осуществлен синтез конденсированного гетероциклического соединения на основе бензантрона – 2-метилбензантрено[2,3-*d*]имидазол-7-она, обладающего в растворах интенсивной люминесценцией в желто-зеленой области спектра.

Ключевые слова: гидразингидрат, 2-метилбензантрено[2,3-*d*]имидазол-7-он, 2-нитро-3-ацетиленбензантрон.

Настоящая работа является продолжением наших исследований в области химии бензантрона. Благодаря все более широкому распространению методов флуоресцентного анализа в биохимии и медицине производные бензантрона нашли применение как флуоресцентные зонды: к примеру, 3-метоксибензантрон используется для исследования конформационных изменений в белках [1], соединение АВМ – в диагностике заболеваний иммунной системы [2].

Нами ранее был синтезирован ряд 3-аминопроизводных бензантрона и показана возможность использования их в качестве флуоресцентных зондов [3, 4].



Представлялось целесообразным осуществить синтез конденсированных гетероциклических систем на основе бензантрона. В литературе описано небольшое число подобных систем. Из соединений, содержащих фрагмент пятичленного гетероцикла, известны производные пиррола [5], индола [6] и оксазола [7], [5,6-*b*]-, [2,3-*b*]- и [4,5-*d*]-аннелированные с системой бензантронов соответственно.

В качестве исходного вещества был использован 3-ацетамидобензантрон (**1**), при нитровании которого, по данным [8], образуется 2-нитро-3-ацетамидобензантрон (**2**). Далее нитропроизводное **2** восстанавливали гидразином в присутствии никеля Ренея и получили соединение **3**. Аналогично методу синтеза бензимидазола [9] нагреванием 2-амино-3-ацетамидобензантрона (**3**) в уксусной кислоте при 90 °С в течение 3 ч был получен 2-метилбензантрено[2,3-*d*]имидазол-7-он (**4**).

Бензимидазол **4**, как и ожидалось, обладает ярко выраженными люминесцентными свойствами и в зависимости от полярности растворителя обнаруживает в растворах интенсивную люминесценцию от зеленого до желтого цвета.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ^1H регистрировали на спектрометре Bruker WH-90DS (90 МГц) в растворах ДМСО- d_6 , внутренний стандарт ТМС. ИК спектры синтезированных соединений снимали на приборе Specord M-80 в таблетках КВг. Ход реакции контролировали с помощью ТСХ на пластинках Silufol UV-254, элюент бензол-ацетонитрил, 6 : 1.

2-Нитро-3-ацетамидобензантрон (2). Т. пл. 316–317 °С (из нитробензола), ИК спектр, ν_{max} , cm^{-1} : 1352, 1532 (NO_2); 1584 ($\text{C}=\text{C}$); 1640 ($\text{C}=\text{O}$); 3324, 3436 ($\text{N}-\text{H}$). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 3.44 (2H, уш. с, NH_2); 7.38–8.87 (8H, м, CH аром.).

2-Амино-3-ацетамидобензантрон (3). К раствору 0.5 г (1.5 ммоль) соединения **2** в 40 мл ДМФ приливают 0.5 мл гидразингидрата, нагревают до 60–70 °С, добавляют никель Ренея и нагревают 3 ч при 50–60 °С, оставляют на ночь. Добавляют еще никеля Ренея и нагревают 2 ч при 90–100 °С, фильтруют горячим, к фильтрату доливают 100 мл воды. Выпавший осадок отфильтровывают и перекристаллизовывают из ДМФ. Выход 0.20 г (44%). Т. пл. 252–254 °С. ИК спектр, ν_{max} , cm^{-1} : 1576 ($\text{C}=\text{C}$); 1636, 1656 ($\text{C}=\text{O}$); 3234, 3400 ($\text{N}-\text{H}$). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 2.16 (3H, с, CH_3); 5.49 (2H, уш. с, NH_2); 7.58–8.82 (8H, м, CH аром.); 9.49 (1H, с, NH). Найдено, %: С 74.93; Н 4.39; N 9.15. $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$. Вычислено, %: С 75.48; Н 4.67; N 9.27.

2-Метилбензантрено[2,3-*d*]имидазол-7-он (4). Выход 84%. Т. пл. 292–294 °С (из бензола). ИК спектр, ν_{max} , cm^{-1} : 1576 ($\text{C}=\text{C}$); 1638 ($\text{C}=\text{O}$); 3228 ($\text{N}-\text{H}$). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 1.71 (3H, с, CH_3); 7.49–8.80 (9H, м, CH аром., NH). Найдено, %: С 80.60; Н 4.40; N 9.37. $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$. Вычислено, %: С 80.27; Н 4.25; N 9.65.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В. И. Сороковой, Г. Е. Добрецов, В. Е. Мишиев, Г. И. Клебанов, Ю. А. Владимиров, *Биофизика*, **19**, 30 (1974).
2. I. Kalnina, I. Meirovics, E. Rashkina, LR Pat. 12328 (2000).
3. I. Kalnina, I. Meirovics, E. Rashkina, in *Functional Materials*, Institute for Single Crystals, Kharkov, 1996, **3**, 551.
4. Е. М. Кирилова, И. А. Мейровиц, С. В. Беляков, *XTC*, 896 (2002).
5. W. Bradley, *J. Chem. Soc.*, 1175 (1948).
6. H. Waldmann, K. G. Hindenburg, *J. prakt. Chem.*, **156**, 157 (1940).
7. A. J. Backhouse, W. Bradley, F. K. Sutcliffe, *J. Chem. Soc.*, 91 (1955).
8. F. G. Baddar, *J. Chem. Soc.*, 1088 (1948).
9. *Синтезы органических препаратов*, под ред. Б. А. Казанского, Изд-во иностр. лит., Москва, 1949, **2**, 85.

Рижский технический университет,
Рига, LV-1048
e-mail: elen@dpu.lv

Поступило в редакцию 23.08.2001
После доработки 11.03.2002

