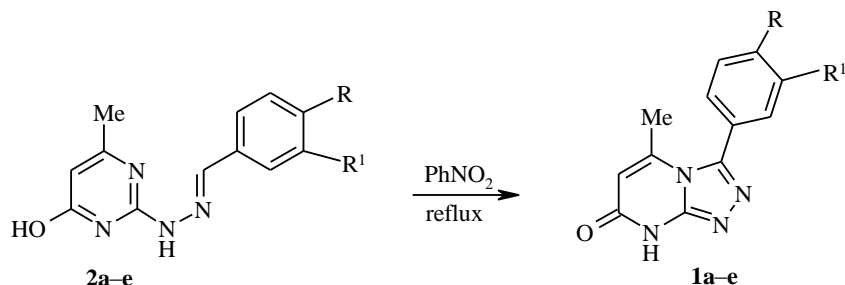


# СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ 7,8-ДИГИДРО[1,2,4]ТРИАЗОЛО[4,3-*a*]-ПИРИМИДИН-7-ОНА ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ ЦИКЛИЗАЦИЕЙ 2-АРИЛИДЕНГИДРАЗИНО-4-ГИДРОКСИ-6-МЕТИЛПИРИМИДИНОВ

**Ключевые слова:** 7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он, нитробензол, окислительная циклизация.

Известно, что одним из методов синтеза конденсированных *s*-триазолов является окислительная циклизация гетероциклических бензилиден-гидразонов тетраацетатом свинца [1, 2]. Наряду с этим показано, что применение уксусной кислоты может привести к изомеризации продуктов реакции [2].

Нами показано, что роль окислителя в рассматриваемой реакции может играть нитробензол. Новые 3-арил-5-метил-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-оны **1a–e** получены кипячением 2-арилиденгидрази-но-4-гидрокси-6-метилпиримидина **2a–e** в нитробензоле. Установлено, что наличие мощных электрооакцепторных заместителей в арилиденном фрагменте молекулы приводит к значительному затруднению протекания процесса и 3-*мета*- или 3-*пара*-нитрофенилзамещенные соединения типа **1** данным методом так и не были получены.



**1, 2 a** R = Br; **b** R = Cl; **c** R = F; **d** R = OCH<sub>3</sub>; **e** RR<sup>1</sup> = –OCH<sub>2</sub>O–; **a–d** R<sup>1</sup> = H

Использование нитробензола для окислительной циклизации арилиден-гидразинов **2a–e** приводит к значительному упрощению процесса, а высокая температура реакционной смеси – к однозначному образованию именно системы [1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидина [3].

Строение синтезированных соединений подтверждено данными спек-троскопии ЯМР <sup>1</sup>H.

**3-(4-Бромфенил)-5-метил-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1a).** Раствор 0.01 моль соединения **2a** в 50 мл нитробензола кипятят в течение 15 ч с обратным холодильником и охлаждают. Выпавший продукт отфильтровывают и сушат. Выход 1.92 г (63%). Т. пл. 316–317 °С (из нитробензола). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1605 (C=N), 1680 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.35 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.81 (1H, с, CH); 7.71 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.01 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.4 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Br 25.9; N 18.1. C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>BrN<sub>4</sub>O. Вычислено, %: Br 26.2; N 18.3.

**5-Метил-3-(4-хлорфенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1b)** получают аналогично. Выход 52%. Т. пл. 303–304 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1600 (C=N), 1675 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.34 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.85 (1H, с, CH); 7.56 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.11 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.2 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Cl 13.3; N 21.3. C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>ClN<sub>4</sub>O. Вычислено, %: Cl 13.6; N 21.5.

**5-Метил-3-(4-фторфенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1c)** получают аналогично. Выход 43%. Т. пл. 287–288 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1600 (C=N), 1675 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.35 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.85 (1H, с, CH); 7.37 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.15 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.4 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: N 22.7. C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>4</sub>O. Вычислено, %: N 23.0.

**5-Метил-3-(4-метоксифенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1d)** получают аналогично. Выход 58%. Т. пл. 295–296 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1610 (C=N), 1685 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.33 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 3.84 (3H, с, OCH<sub>3</sub>); 5.80 (1H, с, CH); 7.08 (2H, м, *m*-H<sub>Ar</sub>); 8.03 (2H, м, *o*-H<sub>Ar</sub>); 13.0 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: N 21.7. C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>. Вычислено, %: N 21.9.

**5-Метил-3-(3,4-метилендиоксифенил)-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[4,3-*a*]пиримидин-7-он (1e)** получают аналогично. Выход 55%. Т. пл. 301–302 °С (из ДМФА). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup> (таблетки KBr): 1610 (C=N), 1680 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д. (300 МГц, ДМСО-*d*<sub>6</sub>/TMS): 2.32 (3H, с, CH<sub>3</sub>); 5.85 (1H, с, CH); 6.12 (2H, с, OCH<sub>2</sub>O); 7.04–7.64 (3H, м, C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>); 13.2 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: N 20.4. C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>. Вычислено, %: N 20.7.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. J. D. Bower, F. P. Doyle, *J. Chem. Soc.*, 727 (1957).
2. C. F. H. Allen, G. A. Reynolds, J. F. Tinker, L. A. Williams, *J. Org. Chem.* **25**, 361 (1960).
3. K. Shirakawa, *Yakugaku Zasshi*, **80**, 1542 (1960).

**В. А. Янченко, А. М. Демченко**

*Черниговский государственный  
педагогический университет  
им. Т. Г. Шевченко, Чернигов 14013,  
Украина  
e-mail: [demch@cn.relc.com](mailto:demch@cn.relc.com)*

*Поступило в редакцию 06.12.2001*

ХГС. – 2002. – № 6. – С. 850.