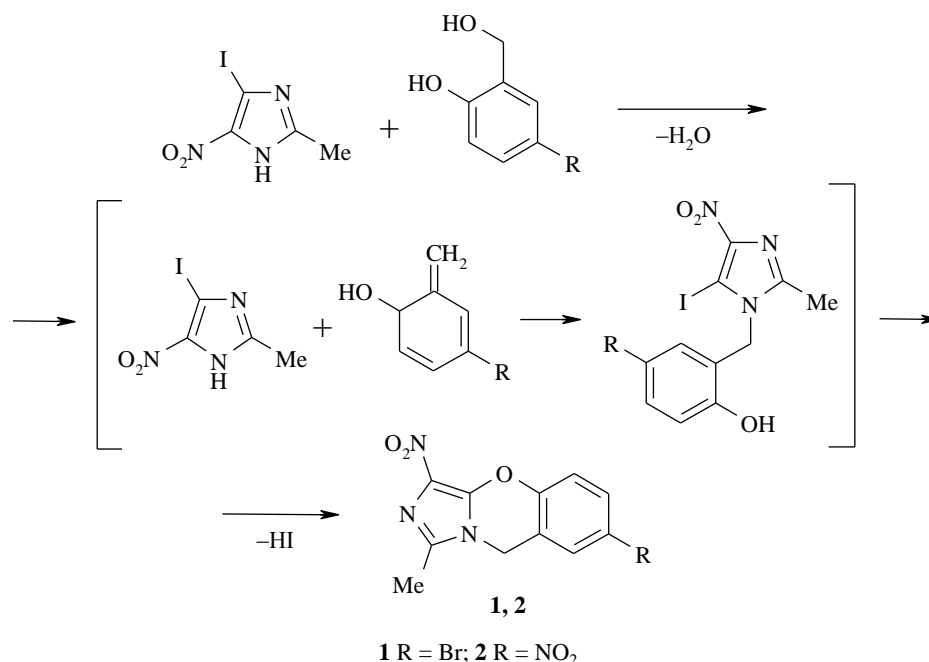


СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ ИМИДАЗО[5,1-*b*][1,3]БЕНЗОКСАЗИНА

Ключевые слова: 2-гидроксиметилфенолы, имидазо[5,1-*b*][1,3]бензоксазины, 4-иод-2-метил-5-нитроимидазол, *o*-метиленихиноны.

В литературе отсутствуют сведения о синтезе соединений, содержащих конденсированную систему имидазо[5,1-*b*][1,3]бензоксазина. В то же время высокая биологическая активность многих производных имидазолов и бензоксазинов побуждает к синтезу конденсированных гетероциклов, включающих одновременно оба подобных фрагмента [1–3].

Мы предлагаем простой одностадийный метод получения замещенных имидазо[5,1-*b*][1,3]бензоксазинов **1,2**, заключающийся во взаимодействии 4-иод-2-метил-5-нитроимидазола с замещенными 2-гидроксиметил- фенолами при кипячении в ДМФА.



Реакция протекает через стадию промежуточного образования *o*-мети- ленхинона (*o*-хинонметид) [4], который атакует молекулу имидазола с образованием замещенного 2-(1Н-имидазол-1-илметил)фенола, подвер- гающегося далее внутримолекулярной циклизации с высвобождением молекулы HI.

ИК спектры записаны на спектрофотометре Shimadzu FTIR-8400S в таблетках KBr. Спектры ЯМР ¹H получены на спектрометре Bruker AM 300 (300 МГц) в ДМСО-*d*₆, внутренний стандарт ТМС, масс-спектры – на хроматомасс-спектрометре Finnigan Trance DSQ с прямым вводом вещества в ионный источник.

7-Бром-1-метил-3-нитро-9Н-имидазо[5,1-*b*][1,3]бензоксазин (1). Смесь 1.0 г (4 ммоль) 4-иод-2-метил-5-нитроимидазола и 0.84 г (4.14 ммоль) 4-бром-2-гидроксиметилфенола в 10 мл ДМФА нагревают 1 ч при 125–130 °С, затем 3 ч при кипении. Смесь охлаждают, выливают в воду, осадок отфильтровывают и кристаллизуют из ДМФА. Получают 0.81 г

(66%) бесцветных кристаллов соединения **1**, т. пл. 275–277 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 3047 (CH_{аром}), 2924, 2854 (CH₃), 1620, 1597, 1578 (C=C/C=N), 1477, 1377, 1350, 1269, 1234, 1173, 1115, 1088 (C–O–C). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (*J*, Гц): 2.36 (3H, с, CH₃); 5.26 (2H, с, CH₂); 7.33 (1H, д, *J* = 8.8, H-5); 7.60 (1H, д, *J* = 8.8, H-6); 7.67 (1H, с, H-8). Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ, для изотопа ⁷⁹Br), *m/z* (*I*_{отн.}, %): 309 [M]⁺ (98), 263 [M–NO₂]⁺ (5), 238 (11), 210 (31), 184 [C₇H₅BrO]⁺ (12), 156 [C₆H₅Br]⁺ (14), 77 [C₆H₅]⁺ (32), 51 (15), 43 [HNCO]⁺ (78). Найдено, %: C 42.71; H 2.54; N 13.22. C₁₁H₈BrN₃O₃. Вычислено, %: C 42.58; H 2.58; N 13.55.

1-Метил-3,7-динитро-9Н-имидазо[5,1-*b*][1,3]бензоксазин (2) получают аналогично соединению **1** из 1.14 г (4.5 ммоль) 4-иод-2-метил-5-нитроимидазола и 0.81 г (4.8 ммоль) 4-нитро-2-гидроксиметилфенола в виде розовых кристаллов, т. пл. 302–303 °С (с разл.) (из ДМФА), выход 0.63 г (51%). ИК спектр, ν , см⁻¹: 3040 (CH_{аром}), 2928, 2858 (CH₃), 1601, 1578 (C=C/C=N), 1531 (NO₂), 1477, 1389, 1342 (NO₂), 1281, 1258, 1227, 1184, 1088 (C–O–C). Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (*J*, Гц): 2.40 (3H, с, CH₃); 5.44 (2H, с, CH₂); 7.38 (1H, д, *J* = 9.1, H-5); 7.87 (1H, д, *J* = 9.1, H-6); 8.01 (1H, с, H-8). Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), *m/z* (*I*_{отн.}, %): 276 [M]⁺ (65), 230 [M–NO₂]⁺ (5), 204 (8), 184 [M–2NO₂]⁺ (3), 177 (15), 151 [C₇H₅NO₃]⁺ (4), 77 [C₆H₅]⁺ (12), 43

[HNCO]⁺ (100). Найдено, %: С 47.97; Н 2.85; N 19.80. С₁₁Н₈Н₄О₅. Вычислено, %: С 47.83; Н 2.90; N 20.29.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M. Adib, E. Sheibani, M. Mostofi, K. Ghanbary, H. R. Bijanzadeh, *Tetrahedron*, **62**, 3435 (2006).
2. J. Muller, S. Reeves, J. Salaman, *J. Immunopharmacol.*, **2**, 225 (1980).
3. E. S. Charles, K. V. B. Rao, S. Sharma, R. N. Iyer, *Arch. Pharm.*, **315**, 97 (1982).
4. Van De R. W. Water, T. R. R. Pettus, *Tetrahedron*, **58**, 5367 (2002).

В. А. Осянин, Н. Е. Сидорина^а

*Самарский государственный технический
университет,
Самара 443100, Россия
e-mail: vosyanin@mail.ru*

Поступило 12.09.2006

^а*Самарский государственный университет,*

*Самара 443011, Россия
e-mail: sidorinan@inbox.ru*

ХГС. – 2006. – № 11. – С. 1741
