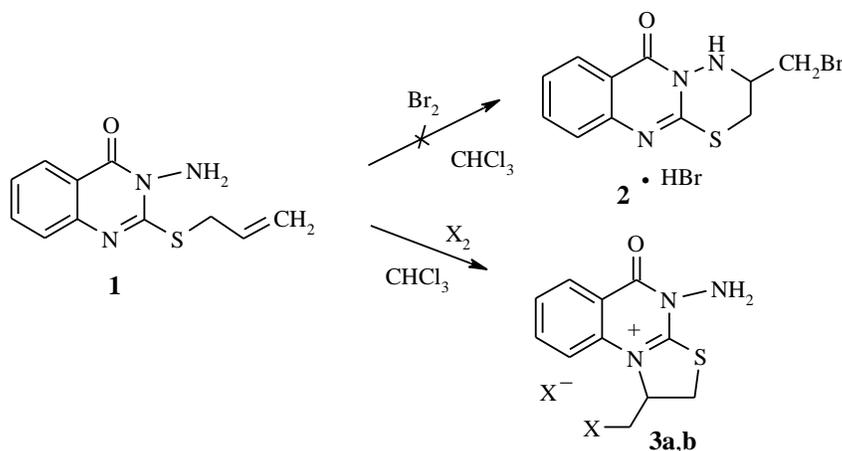


О СТРОЕНИИ ПРОДУКТОВ ГАЛОГЕНЦИКЛИЗАЦИИ 2-АЛЛИЛСУЛЬФАНИЛ-3-АМИНО-3,4-ДИГИДРОХИНАЗОЛИН-4-ОНА

Ключевые слова: 2-аллилсульфанил-3-амино-3,4-дигидрохиназолин-4-он, галогениды 4-амино-1-галогенметил-5-оксо-1,2,4,5-тетрагидро[1,3]тиазоло[3,2-*a*]хиназолин-10-ия, галогенциклизация.

Продукту бромциклизации 2-аллилсульфанил-3-амино-3,4-дигидро-хиназолин-4-она (**1**) в хлороформе приписана структура гидробромида 2,3-дигидро-3-бромметил-4Н,6Н-[1,3,4]тиадиазино[2,3-*b*]хиназолин-6-она (**2**) [1]. В спектре ЯМР ^1H продукта бромциклизации, приведенном в данной работе, сигнал аминогруппы 4-НН отсутствует, так как спектр был записан в CF_3COOD . Недавно [2], было показано, что галогенциклизация азинов, содержащих 3-аллилсульфанильную и аминогруппы, осуществляется исключительно по эндоциклическому азоту, что не согласуется с данными авторов [1].



3 a X = Br; X⁻ = Br⁻; **b** X = I, X⁻ = I₃⁻

Нами установлено, что галогенциклизация соединения **1** происходит не по аминогруппе, как указывалось авторами [1], а по эндоциклическому атому N-1 и приводит к образованию галогенидов 4-амино-1-галоген-метил-5-оксо-1,2,4,5-тетрагидро[1,3]тиазоло[3,2-*a*]хиназолин-10-ия **3a,b**.

В спектрах ЯМР ^1H соединений **3a,b** характеристическими являются сигналы протонов группы NH_2 и протонов 1-CH, 2-CH₂ тиазольного кольца (соответственно 6.68–6.70, 6.06–6.26 и 3.77–4.10 м. д.). В ИК спектрах **3a,b** наблюдаются характеристические полосы поглощения групп NH_2 и C=O (3300 и 1720–1730 cm^{-1}). Спектр ЯМР ^{13}C триодида **3b** также свидетельствует об образовании тиазольного цикла, поскольку сигнал атома C-1 (66.6 м. д.) в спектре ЯМР ^{13}C , зарегистрированном без подавления спин-спинового взаимодействия, проявляется как дублет ($J = 152$ Гц). Состав синтезированных соединений **3a,b** подтверждается данными элементного анализа.

Спектры ЯМР ^1H регистрировали (300 МГц) в ДМСО- d_6 , внутренний стандарт ТМС.

Бромид 4-амино-1-бромметил-5-оксо-1,2,4,5-тетрагидро[1,3]тиазоло[3,2-*a*]хиназолин-10-ия (3a). К раствору 0.233 г (1 ммоль) хиназолин-4-она **1** в 5 мл хлороформа при 0 °С добавляют по каплям раствор 0.158 г (1 ммоль) брома в 3 мл

хлороформа. Раствор выдерживают 0.5 ч и отфильтровывают соль **3a**. Выход 0.267 г (68%). Т. пл. 268–270 °С (из бензонитрила). ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 3300 (NH_2), 3100–2950, 1730 ($\text{C}=\text{O}$), 1640 ($\text{C}=\text{N}$), 1620, 1550, 1490, 1470, 1440. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.79 (1H, м, CH_2Br); 3.97 (1H, м, CH_2Br); 4.10 (2H, м, 2- CH_2); 6.26 (1H, м, 1- CH); 6.70 (2H, с, NH_2); 7.76 (1H, м, H_{Ar}); 7.98 (1H, д, $J = 8.1$, H_{Ar}); 8.10 (1H, м, H_{Ar}); 8.30 (1H, д, $J = 8.4$, H_{Ar}). Найдено, %: С 33.37; Н 3.10; N 10.82. $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{Br}_2\text{N}_3\text{OS}$. Вычислено, %: С 33.61; Н 2.82; N 10.69.

Триодид 4-амино-1-идметил-5-оксо-1,2,4,5-тетрагидро[1,3]тиазоло[3,2-*a*]хиназолин-10-ия (3b) получают аналогично соединению **3a**. Выход 82%. Т. пл. 210–212 °С (из нитрометана). ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 3300 (NH_2), 3000, 1720 ($\text{C}=\text{O}$), 1640 ($\text{C}=\text{N}$), 1630, 1550, 1490, 1440. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 3.63 (1H, м, CH_2I); 3.73 (1H, м, CH_2I); 3.77 (1H, м, 2- CH_2); 4.10 (1H, м, 2- CH_2); 6.06 (1H, м, 1- CH); 6.68 (2H, с, NH_2); 7.76 (1H, м, H_{Ar}); 7.89 (1H, д, $J = 8.1$, H_{Ar}); 8.08 (1H, м, H_{Ar}); 8.30 (1H, д, $J = 7.5$, H_{Ar}). Спектр ЯМР ^{13}C (75 МГц, DMCO-d_6), δ , м. д.: 3.4 (CH_2I), 34.3 ($\text{C}-2$), 66.6 ($\text{C}-1$), 117.2 (C_{Ar}), 117.7 (C_{Ar}), 128.4 (C_{Ar}), 128.5 (C_{Ar}), 135.9 (C_{Ar}), 137.0 (C_{Ar}), 157.9 ($\text{C}=\text{S}$), 172.8 ($\text{C}=\text{O}$). Найдено, %: С 18.05; Н 1.38; N 5.88. $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{I}_4\text{N}_3\text{OS}$. Вычислено, %: С 17.83; Н 1.50; N 5.67.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Н. К. Gakhar, S. Kiran, S. V. Gupta, *Monatsh. Chem.*, **113**, 1145 (1982).
2. Н. Ю. Сливка, Ю. И. Геваза, *Укр. хим. журн.*, **68**, № 12, 89 (2002).

**В. Н. Брицун, А. Н. Есипенко, В. И. Станинец,
М. О. Лозинский**

*Институт органической химии
НАН Украины, Киев 02094
e-mail: esipenko@iflab.kiev.ua*

Поступило в редакцию 28.04.2005