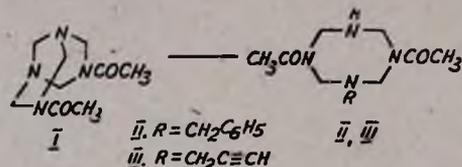


РАСКРЫТИЕ КОЛЬЦА 1,3,5,7-ТЕТРААЗАБИЦИКЛО/3,3,1/НОНАНА АЛКИЛГАЛОГЕНИДАМИ

Нами установлено, что взаимодействие 3,7-диацетил-1,3,5,7-тетраазабицикло/3,3,1/нонана (I) с бензилхлоридом или пропаргилбромидом в соотношении 1 : 2—3 в слабощелочной среде сопровождается разрывом N—C связи, приводя к образованию 1,5-дибензил- (II) и 1,5-дипропаргил-3,7-диацетил-1,3,5,7-тетраазабициклооктанов (III), соответственно.



В результате разработан способ получения не известных ранее 1,3,5,7-тетраазабициклооктанов, содержащих ацильные и алкильные группы при азотах 1,5- и 3,7-положений, соответственно.

Строение II, III установлено на основании данных ИК, ПМР и масс-спектров, чистота—данных ТСХ.

1,5-Дибензил- и дипропаргил-3,7-диацетил-1,3,5,7-тетраазабициклооктаны (II, III). К нагретому до 75—80° раствору 2,12 г (0,01 моля) I в 100 мл диоксана или в смеси 120 мл диоксана и 30 мл воды, содержащему 5 г (0,06 моля) бикарбоната натрия и 2 г хлористого натрия, прибавляют по каплям в течение 3—4 ч (время от времени нейтрализуя среду триэтиламинам) соответственно 2,53 г (0,02 моля) бензилхлорида или 3,6 г (0,03 моля) пропаргилбромиды и перемешивают еще 6—7 ч. Далее диоксановые растворы фильтруют, фильтраты упаривают в вакууме, остатки растворяют в 100 мл этилацетата. Этилацетатные растворы промывают 30 мл воды, сушат сульфатом магния, упаривают в вакууме, протирают гексаном. II, выход 2,35 г (62%), масло, R_f 0,46 (силуфол, ацетон—гексан, 2 : 1), мол. вес 380 (масс-спектрометрически). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1600 (C=C аром.), 1650 (C=O амид.). ПМР спектр (CDCl_3), δ , м. д.: 7,33 с (10H, 2C₆H₅), 4,27—4,56 м (12H, 6CH₂), 2,13 с (6H, 2CH₃). Дигидрохлорид, т. пл. 197—199° (с разл., этанол), R_f 0,63 (силуфол, пропанол—вода, 7 : 3) (A). Найдено %: C 58,0; H 6,7; N 12,3; Cl⁻ 15,5. C₂₂H₃₀N₄Cl₂O₂. Вычислено %: C 58,3; H 6,7; N 12,4; Cl⁻ 15,6. III, выход 1,25 г (45%), т. пл. 184—186° (абс. этанол), R_f 0,62 (A), мол. вес 276 (масс-спектрометрически). ИК спектр, ν , см^{-1} : 1650 (C=O амид.), 2140, 3290 (C≡CH). ПМР спектр (CDCl_3), δ , м. д.: 4,16—4,5 м (8H, 4NCH₂N), 3,56 д (4H, 2CH₂, $J=4$ Гц), 2,07—2,33 м (8H, 2CH₃, 2CH≡). Дигидрохлорид, т. пл. 145—147° (с разл.) R_f 0,66 (A), Найдено %: C 48,0; H 6,0; N 16,1; Cl⁻ 20,1. C₁₄H₂₂N₄Cl₂O₂. Вычислено %: C 48,2; H 6,3; N 16,0; Cl⁻ 20,3.

Ц. Е. АГАДЖАНЯН,
Г. Г. МИНАСЯН

Институт тонкой органической химии
им. А. Л. Миджояна АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 10 XII 1984