

(бензол): +65,3. Спектр ПМР (CDCl_3): 8,40 (1Н, с, =CH—); 7,69 (1Н, д, $J_{\text{ЗР}} = 5,4 \text{ Гц}$, 3-Н); 3,22; 3,10 (6Н, с; с, $(\text{CH}_3)_2\text{N}$); 3,16 (8Н, м, —CH₂—); 1,08 (12Н, т, $J = 7 \text{ Гц}$, CH₃—(CH₂)).

Тетраэтилдиамид 5-(2-аминотиазолил)тиофосфоновой кислоты (IV, $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{N}_4\text{PS}_2$). Выход 94%. $T_{\text{пл}}$ 136...137 °C (циклогексан). Спектр ЯМР ^{31}P (MeOH): +65,7. Спектр ПМР (CDCl_3): 7,47 (1Н, д, $J_{\text{ЗР}} = 5,4 \text{ Гц}$, 3-Н); 5,53 (2Н, ш. с, NH₂); 3,14 (8Н, м, —CH₂—); 1,09 (12Н, т, $J = 7 \text{ Гц}$, CH₃—(CH₂)).

Трис(5-(2-(3-метил-1,3-диазабут-1-енил)тиазолил))fosфин (V, $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{N}_9\text{PS}_3$). К раствору 0,01 моль тиазола I в 20 мл пиридина добавляют 0,02 моль NEt₃ и 0,0033 моль PBr₃ и оставляют на 4 дня. Выпавший осадок отфильтровывают, растворяют в 150 мл CH_2Cl_2 , отфильтровывают. Фильтрат промывают водой, упаривают досуха. Продукт кристаллизуют из MeCN. Выход 69%. $T_{\text{пл}}$ 211...213 °C (MeCN). Спектр ЯМР ^{31}P (пиридин): -62,2. Спектр ПМР (CDCl_3): 8,18 (3Н, с, =CH—); 7,49 (3Н, д, $J_{\text{ЗР}} = 4,8 \text{ Гц}$, 3-Н); 3,10; 3,07 (6Н, с; с, $(\text{CH}_3)_2\text{N}$).

Трис(5-(2-аминотиазолил))fosфин (VI, $\text{C}_9\text{H}_9\text{N}_6\text{PS}_3$). Выход 91%. $T_{\text{пл}}$ 222...224 °C (H₂O). Спектр ЯМР ^{31}P (MeOH): -61,1. Спектр ПМР (ДМСО-D₆): 7,08 (1Н, д, $J_{\text{ЗР}} = 5,4 \text{ Гц}$, 3-Н); 7,30 (2Н, с, NH₂).

Данные элементного анализа соответствуют вычисленным.

Авторы благодарны фирме DuPont за финансовую поддержку проведенных исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Anderson D. K., Deuwer D. L., Sikorski J. A. // J. Heterocycl. Chem. — 1995. — Vol. 32. — P. 893.
2. Броварец В. С., Зюзь К. В., Выджак Р. Н., Виноградова Т. К., Драч Б. С. // ЖОХ. — 1994. — Т. 64. — С. 1642.
3. Weiner M. L // J. Org. Chem. — 1960. — Vol. 25. — P. 2245.

А. А. Толмачев, Г. В. Ошовский, А. С. Меркулов,
А. М. Пинчук

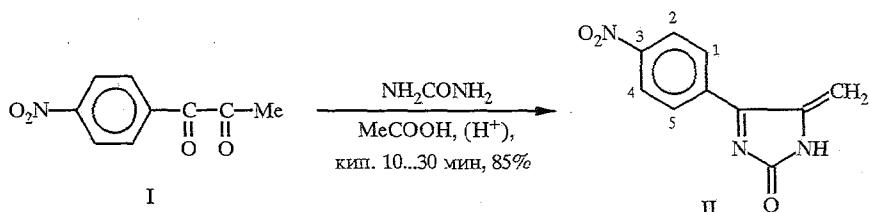
Институт органической химии
Национальной Академии наук Украины,
Киев 252660

Поступило в редакцию 19.08.96

НЕОЖИДАННОЕ ОБРАЗОВАНИЕ 2,3-ДИГИДРОИМИДАЗОЛ-2-ОНА С ЭКЗОЦИКЛИЧЕСКОЙ МЕТИЛЕНОВОЙ ГРУППОЙ ПРИ РЕАКЦИИ 4-НИТРОФЕНИЛПРОПАН-1,2-ДИОНА С МОЧЕВИНОЙ

Реакция алифатических и ароматических 1,2-дикетонов с мочевиной в кислотной среде приводит к бициклическим бисмочевинам октанового ряда [1]. Взаимодействие 1,2-дикетона смешанного характера (фенилпропандиона) с 1,3-диалкилмочевинами приводит к образованию бициклического спиросоединения с участием метильной группы [2].

Мы нашли, что в отличие от данных [1, 2] 4-нитрофенилпропан-1,2-дион при кипячении в ледяной уксусной кислоте циклизуется с мочевиной за 30 мин с образованием 2,3-дигидроимидазольного кольца с экзоХициклической метиленовой группой в положении 4 с хорошим выходом:



Добавление катализитического количества серной кислоты сокращает продолжительность этого процесса до 10 мин. Так, кипятят 10 мин при перемешивании 1,93 г (0,01 моль) 4-нитрофенилпропан-1,2-диона, 3,9 г (0,065 моль) мочевины и 2 капли конц. H_2SO_4 в 20 мл ледяной уксусной кислоты. Охлаждают, осадок отфильтровывают. Получают 1,84 г (85%) имидазолона II, оранжевый порошок, $T_{\text{пл}} 230$ °C. ИК спектр (ваз. масло): 1660 (C=O), 3350 cm^{-1} (NH). Спектр ПМР (ДМСО-D_6) (100 МГц): 8,46 (2H, д, 2,4-H); 8,00 (2H, д, 1,5-H); 5,91 (1H, с, NH); 4,40 м. д. (2H, с, CH_2).

Предварительные исследования взаимодействия 4-нитрофенилпропан-1,2-диона с монозамещенными мочевинами показали, что реакция протекает более сложно, в том числе с образованием соответствующих дигидроимидазолов типа II с невысоким выходом.

Таким образом, реакция дикетона I с мочевинами с образованием дигидроимидазолов II с экзоциклической метиленовой группой является уникальной и требует дальнейшего детального исследования.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Petersen H. // *Synthesis*. — 1973. — N 5. — P. 243.
2. Butler A. R., Leitch E. // *J. Chem. Soc. Perkin Trans. II*. — 1980. — N 1. — P. 103.

А. Ю. Яговкин, А. А. Бакибаев, С. Б. Германов,
С. Н. Вострецов, Ф. В. Гусс

Томский политехнический университет,
Томск 634004

Поступило в редакцию 13.08.96

ХГС. — 1996. — № 9. — С. 1289