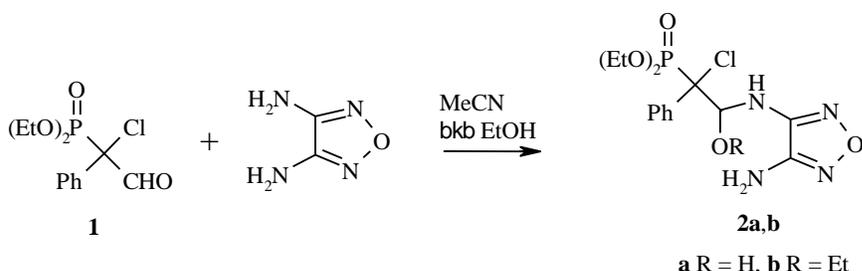


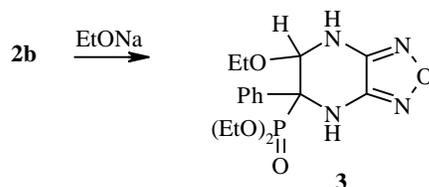
## 3,4,5,6-ТЕТРАГИДРО-4-ДИЭТОКСИФОСФОРИЛ-4-ФЕНИЛ-5-ЭТОКСИДИАЗИНО[2,3-с]ФУРАЗАН

**Ключевые слова:** диазино[2,3-с]фуразан, 3,4-диаминофуразан, фосфо-рилфенилхлоруксусный альдегид.

В развитие работ по синтезу С-фосфорилированных гетероциклических соединений [1, 2] на основе реакций фосфорилзамещенных уксусных альдегидов с полифункциональными нуклеофильными реагентами нами изучено взаимодействие хлоральдегида **1** с 3,4-диаминофуразаном. При проведении этой реакции в ацетонитриле образуется гидроксисоединение **2a**, а в этиловом спирте – этоксизамещенное соединение **2b** полуами-нальной природы.



Реакцией продукта **2b** с этилатом натрия в этиловом спирте с высоким выходом получено конденсированное гетероциклическое соединение **3** – первый представитель фосфорилированных диазино[2,3-с]фуразанов [3].



Строение гетероцикла **3** доказано методами ИК, ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{31}\text{P}$  спектро-скопии. В спектре ЯМР  $^{31}\text{P}$  соединения **3** присутствие двух сигналов в области 20.83 и 20.91 м. д. показывает наличие двух диастереомеров.

**Диэтиловый эфир 1-фенил-1-хлор-2-гидрокси-2-(4-аминофуразанил-3)аминоэтил-фосфорной кислоты (2a).** Смесь 5.81 г (20 ммоль) альдегида **1** и 2 г (20 ммоль) фуразана в 30 мл ацетонитрила кипятят 12 ч. Растворитель упаривают, в остаток добавляют 10 мл смеси эфир–спирт, 1:1. Выпавшие кристаллы соединения **2a** отфильтровывают, перекристаллизовывают из спирта. Выход 6.48 г (83%). Т. пл. 152–153 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1280, 1650, 3100, 3250, 3340. Спектр ЯМР  $^{31}\text{P}$ ,  $\delta$ , м. д.: 15.0. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 1.10 (6H, д. т, 2CH<sub>3</sub>); 3.90 (4H, м, 2OCH<sub>2</sub>); 5.50 (1H, д,  $^3J_{\text{PH}} = 5$ , OCH); 6.00 (2H, уш. с, NH<sub>2</sub>); 7.25 (3H, м, Ph); 7.60 (2H, м, Ph); 10.30 (1H, уш. с, OH); 11.50 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Cl 9.18; N 14.47; P 7.98. C<sub>14</sub>H<sub>20</sub>ClN<sub>4</sub>O<sub>5</sub>P. Вычислено, %: Cl 9.09; N 14.34; P 7.94.

Аналогичным образом в этиловом спирте из 5.81 (20 ммоль) альдегида **1** и 2 г (20 ммоль) 3,4-диаминофуразана получают 6.7 г (80%) **диэтилового эфира 1-фенил-1-хлор-2-этокси-2-(4-аминофуразанил-3)аминоэтилфосфорной кислоты (2b)**. Т. пл. 158–159 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1285, 1640, 3100, 3250. Спектр ЯМР  $^{31}\text{P}$ ,  $\delta$ , м. д.: 15.15; 15.20. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ),  $\delta$ , м. д.,  $J$  (Гц): 1.00 (9H, д. т, 3CH<sub>3</sub>); 3.75 (4H, м, 2OCH<sub>2</sub>); 4.00 (2H, к, OCH<sub>2</sub>); 5.75 (1H, д,  $^3J_{\text{PH}} = 5$ , OCH); 6.10 (2H, уш. с, NH<sub>2</sub>); 7.30 (3H, м, Ph); 7.80 (2H, м, Ph); 11.70 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Cl 8.57; N 13.44; P 7.55. C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>4</sub>O<sub>5</sub>P. Вычислено, %: Cl 8.48; N 13.38; P 7.41.

**3,4,5,6-Тетрагидро-4-диэтоксифосфорил-4-фенил-5-этоксидиазино[2,3-с]фуразан (3).** Растворяют 0.23 г (10 ммоль) металлического натрия в 20 мл этилового спирта и по каплям добавляют раствор 4.19 г (10 ммоль) соединения **2b** в 10 мл спирта при температуре 50 °С. Затем реакционную смесь кипятят 8 ч. Растворитель упаривают, к остатку добавляют 15 мл эфира, осадок (NaCl) отфильтровывают, а фильтрат упаривают в вакууме. Выпавшие кристаллы соединения **3** перекристаллизовывают из ацетона. Выход 2.9 г (76%). Т. пл. 150–151 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1280, 1620, 3250. Спектр ЯМР  $^{31}\text{P}$ ,  $\delta$ , м. д.: 20.83; 20.91. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  ( $(\text{CD}_3)_2\text{SO}$ ),  $\delta$ , м. д.: 1.15 (9H, д. т, 3CH<sub>3</sub>); 3.80 (4H, м, 2OCH<sub>2</sub>); 4.10 (2H, к, OCH<sub>2</sub>); 5.00 (1H, д. т, OCH); 7.35 (3H, м, Ph); 7.50 (2H, м, Ph); 12.38 (2H, уш. с, 2NH). Найдено, %: N 14.34; P 8.22. C<sub>16</sub>H<sub>23</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>P. Вычислено, %: N 14.66; P 8.12.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ф. И. Гусейнов, Х. А. Асадов, *Тез. IX Всерос. науч. конф. "Карбонильные соединения в синтезе гетероциклов"*, Саратов, 2000, 78.

2. Ф. И. Гусейнов, Х. А. Асадов, Р. Н. Бурангулова, В. В. Москва, *ХГС*, ... (2001).
3. А. Б. Шереметев, *Успехи химии*, **68**, 154 (1999).

**Ф. И. Гусейнов, Х. А. Асадов, Р. Н. Бурангулова, В. В. Москва**

*Казанский государственный  
технологический университет,  
Казань 420015, Россия  
e-mail: eltos @ Kai. Ru*

*Поступило в редакцию 27.02. 2001*

ХГС. – 2001. – № 8. – С. 1140