

перемешивают 2 ч при 10 °С, подкисляют разбавленной соляной кислотой до pH 2,0, осадок отфильтровывают и получают 0,06г (55%) соединения III. $T_{пл}$ 185...187 °С (из этанола). Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$): 0,87 (3H, т, CH_3); 1,36 (7H, м, CH_3 , CH_2CH_2); 2,49 (3H, с, SCN_3); 3,62 (2H, т, NCH_2); 4,36 (2H, к, OCH_2); 5,38 (2H, с, CH_2); 7,79 (1H, с, CH); 14,26 м. д. (1H, с, OH). ИК спектр: 3424 (OH), 1675, 1612 cm^{-1} (CO). Найдено, %: C 51,25; H 5,33; N 12,94. $C_{18}H_{22}N_4O_4S_2$. Вычислено, %: C 51,17; H 5,25; N 13,26.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Тумкявичюс С. // ХГС. — 1995. — № 7. — С. 986.
2. Tumkevicius S. // Lieb. Ann. Chem. — 1995. — N 9. — P. 1703.
3. Tumkevicius S., Papeikyte R. // J. Chem. Res. (S). — 1995. — N 7. — P. 286.
4. Тумкявичюс С. // ХГС. — 1996. — № 1. — С. 103.

С. Тумкявичюс, Р. Бернотайте

Вильнюсский университет,
Вильнюс 2006, Литва
e-mail: sigitas.tumkevicius@chf.vu.lt

Поступило в редакцию 12.10.98

ХГС. — 1998. — №12. — С. 1699.

2-(4-МЕТОКСИФЕНИЛ)ГИДРАЗОНО-2- ТИОКАРБАМОИЛАЦЕТАМИДЫ В СИНТЕЗЕ СЕРУСОДЕРЖАЩИХ ГЕТЕРОЦИКЛОВ

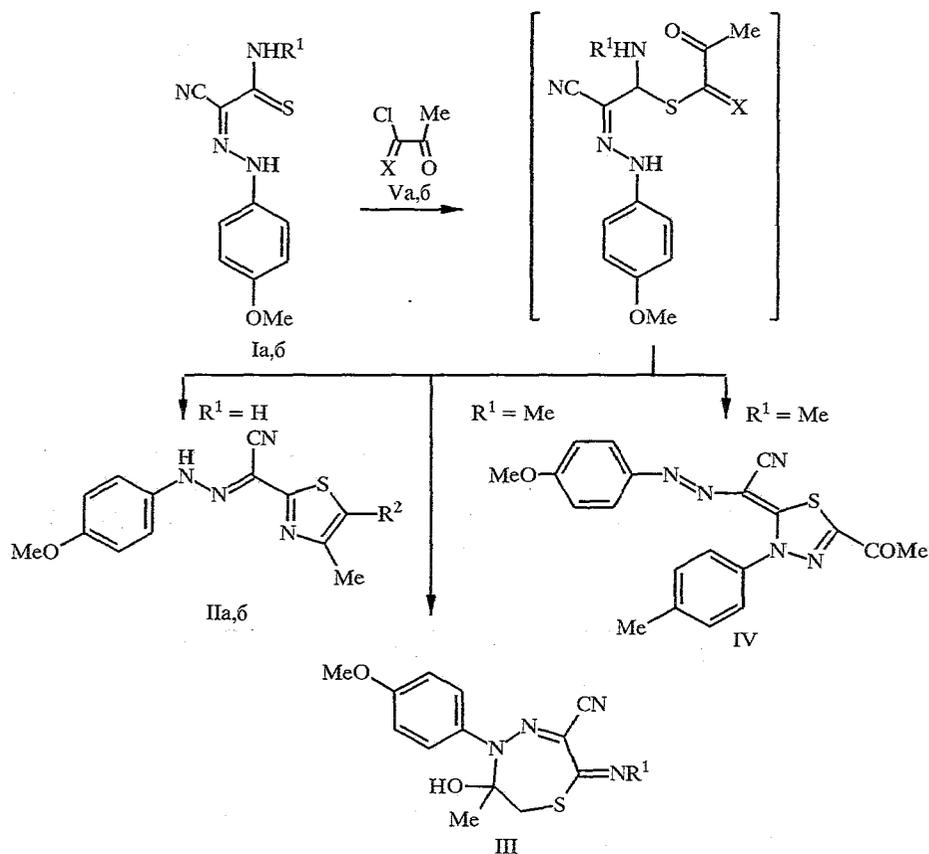
Мы впервые показали, что направление реакции 2-(4-метоксифенил)гидразонно-2-тиокарбамоилацетамида Ia и его N-метильного производного Ib с хлорацетоном Va и гидразоноилхлоридом Vб и, следовательно, строение конечных продуктов целиком определяется заместителем R¹ в тиаомидном фрагменте исходного гидразона I, а также природой используемых галогенкетонатов Va, Vб. Гидразон Ia, содержащий незамещенную тиаомидную группу, при нагревании в ДМФА в присутствии триэтиламина с соединениями Va и Vб дает тиазолы IIa,б. N-Метилтиоацетамид Ib в этих условиях образует тиадиазепин III и тиадиазол IV соответственно.

2-(4-Метоксифенил)гидразонно-2-(4-метилтиазол-2-ил)ацетонитрил (IIa). Растворяют 0,1 г (0,09 ммоль) 2-(4-метоксифенил)гидразонно-2-тиоцианоацетамида Ia в 10 мл ДМФА, добавляют 0,1 мл (0,09 ммоль) триэтиламина и по каплям 0,07 мл (0,09 ммоль) хлорацетона. Полученную смесь нагревают до 40 °С и выдерживают при перемешивании 1 ч, охлаждают льдом, осадок фильтруют, промывают водой. Выход 91%. $T_{пл}$ 139 °С. Масс-спектр, m/z : 272 [M^+]. Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 13,96 (1H, с, NH); 11,70 (1H, с, NH); 7,56 (1H, с, CH); 7,23 (1H, с, CH); 7,36 и 6,96 (4H, АВсистема, $J = 9,1$ Гц, $CH_{аром}$); 7,51 и 6,99 (4H, АВсистема, $J = 9,3$ Гц, $CH_{аром}$); 3,77 (3H, с, OCH_3); 3,75 (3H, с, OCH_3); 2,54 (3H, с, CH_3); 2,49 м. д. (3H, с, CH_3).

2-(4-Метоксифенилгидразонно)-2-[5-(4-толилазо)-4-метил-тиазол-2-ил]ацетонитрил (IIб). Получают по описанной выше методике для IIa. Выход 93%. $T_{пл}$ 235...237 °С. Масс-спектр, m/z : 390 [M^+]. Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 12,09 (1H, с, NH); 7,73 и 7,35 (4H, АВсистема, $J = 7,9$ Гц, $CH_{аром}$); 7,45 и 6,99 (4H, АВсистема, $J = 9,2$ Гц, $CH_{аром}$); 3,77 (3H, с, OCH_3); 2,75 (3H, с, CH_3); 2,39 м. д. (3H, с, CH_3).

6-Гидрокси-2(7H)-метилимино-6-метил-5-(4-метоксифенил)-5,6-дигидро-1,4,5-тиадиазепин-3-карбонитрил (III). Получают по описанной выше методике для IIa. Выход 93%. $T_{пл}$ 147...149 °С. Масс-спектр, m/z : 304 [M^+]. Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 7,48 и 6,99 (4H, АВсистема, $J = 9,1$ Гц, $CH_{аром}$); 7,08 (1H, с, OH); 3,79 (3H, с, OCH_3); 3,28 и 3,20 (2H, АВсистема, $J = 11,5$ Гц, CH_2); 3,34 (1H, с, NCH_3); 1,56 м. д. (1H, с, $CSCH_3$).

2-[2-Ацетил-4-(4-толил)-1,3,4-тиадиазол-2-илиден]-2-(4-метоксифенилазо)ацетонитрил (IV). Получают по описанной выше методике для IIa. Выход 90%. $T_{пл}$ 204...205 °С. Масс-спектр, m/z : 391 [M^+]. Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 7,63 и 7,43 (4H, АВсистема, $J = 8,1$ Гц, $CH_{аром}$); 7,62 и 1700



I a R¹ = H, б R¹ = Me; II a R² = H, б R² = N=NC₆H₄Me-4;
 V a X = H, б X = NNHC₆H₄Me-4

7,03 (4H, АВсистема, J = 9,1 Гц, CH_{аром}); 3,82 (3H, с, OCH₃); 2,58 (3H, с, COCH₃); 2,44 м. д. (3H, с, CCH₃).

Работа проведена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 98-03-33044-а).

Н. П. Бельская, И. В. Парамонов,
 М. В. Мухачева, В. А. Бакулев

Уральский государственный технический университет,
 Екатеринбург 620002, Россия
 e-mail: belska@hif.ustu.ru

Поступило в редакцию 01.10.98

ХГС. — 1998. — № 12. — С. 1700.