

превращения в гидроксизоксазолидиновый цикл. Предполагаемое направление реакции согласуется с литературными данными об участии гидроксилamina в качестве О-нуклеофила [2].

Арилиденкетоны Ia,б получают по методике [3].

3-Гидрокси-3-(2-гидроксипропил-2)-5-фенилизоксазолидин (Па). Выход 42%. Тпл 131...132 °С (бутилацетат). ИК спектр (KBr): 3220. Спектр ПМР (CDCl₃): 1,29; 1,48 и 1,56 (6H, три с, CH₃); 2,32 и 2,71 (2H, два кв, CH₂); 4,48 и 4,73 (1H, два т, CHO); 7,39 м. д. (5H, м, C₆H₅). Масс-спектр, *m/z* (%): 223(1), 192(9), 131(17), 105(24), 59(100). Найдено, %: С 64,22; Н 7,79; N 6,41. C₁₂H₁₇NO₃. Вычислено, %: С 64,55; Н 7,69; N 6,27.

3-Гидрокси-3-(1-гидроксициклогексил-1)-5-фенилизоксазолидин (Пб). Выход 47%. Тпл 146...147 °С (бутилацетат). ИК спектр (KBr): 3210. Спектр ПМР (CDCl₃—CD₃OD, 1 : 1): 1,1...1,5 (10H, м, CH₂); 1,76, 2,12 и 2,53 (2H, кв м и кв, CH₂); 3,92 и 4,23 (1H, два т, CHO); 6,98 м. д. (5H, м, C₆H₅). Масс-спектр, *m/z* (%): 263(1), 231(6), 146(21), 105(21), 99(98), 81(100). Найдено, %: С 68,21; Н 7,78; N 5,44. C₁₅H₂₁NO₃. Вычислено, %: С 68,41; Н 8,04; N 5,32.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Levai A.* // ХГС. — 1997. — № 6. — С. 747.
2. Общая органическая химия. Азотсодержащие соединения / Пер. с англ. Под ред. Н. К. Кочеткова и Л. В. Бакинского. — М.: Химия, 1982. — Т. 3. — С. 240.
3. *Baldwin J. E., Thomas R. C., Kruse L. I., Silberman L.* // J. Org. Chem. — 1977. — Vol. 42. — Р. 3846.

М. В. Мавров, Р. И. Смирнская

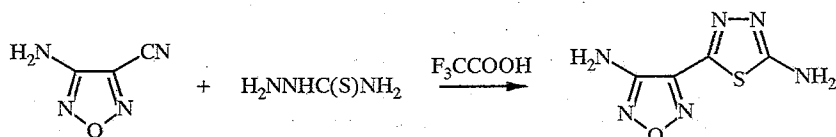
Институт органической химии
им. Н. Д. Зелинского РАН, Москва 117913

Поступило в редакцию 10.07.98

ХГС. — 1998. — № 10. — С.1429

СИНТЕЗ 4-(5-АМИНО-1,3,4-ТИАДИАЗОЛ-2-ИЛ)- 1,2,5-ОКСАДИАЗОЛ-3-АМИНА

С целью расширения круга производных 1,3,4-тиадиазола, которые могут представлять интерес в качестве эффективных стабилизаторов галогенидосеребряных фотографических эмульсий и компонентов светочувствительных и фотополупроводниковых материалов, а также лекарственных препаратов, обладающих противомикробной и противовирусной активностью, нами был синтезирован первый представитель ряда 1,3,4-тиадиазолов, содержащий amino-1,2,5-оксадиазольный фрагмент — 4-(5-амино-1,3,4-тиадиазол-2-ил)-1,2,5-оксадиазол-3-амин. Последний образуется с выходом более 75% при конденсации 3-амино-4-циан-1,2,5-оксадиазола с тиосемикарбазидом в трифторуксусной кислоте.



4-(5-Амино-1,3,4-тиадиазол-2-ил)-1,2,5-оксадиазол-3-амин. Смесь 6,1 г (5,5 ммоль) 3-амино-4-циан-1,2,5-оксадиазола, 5,5 г (6,0 ммоль) тиосемикарбазида и 20 мл трифторуксусной кислоты нагревают при перемешивании на кипящей водяной бане 4 ч, охлаждают и выливают в 50 мл 25% раствора аммиака. Выпавший слегка окрашенный осадок отфильтровывают, промывают водой (до нейтральной реакции промывных вод) и высушивают на воздухе. Получают 7,6 г (75%). $T_{пл}$ 236...237 °С. ИК спектр: 3456, 3368 (NH_2), 1688, 1648 (NH), 1512 ($C-N$, тиадиазол), 1468 ($C-N$, фуразан), 1088 см^{-1} ($N-O$, фуразан). Спектр ПМР (ДМСО): 7,95 (2H, с, NH_2 , тиадиазол) и 6,54 м. д. (2H, с, NH_2 , оксадиазол). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО): 169,978 ($C_{(5)}$, тиадиазол) и 143,56 ($C_{(2)}$, тиадиазол); 154,389 ($C_{(3)}$, оксадиазол) и 139,818 м. д. ($C_{(4)}$, оксадиазол). Найдено, %: C 25,9; H 2,4; N 45,5; S 17,8. $C_4H_4N_6OS$. Вычислено, %: C 26,0; H 2,2; N 45,5; S 17,4.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства общего и профессионального образования (грант № 111/97).

И. В. Целинский, С. Ф. Мельникова, С. В. Пирогов,
А. В. Сергиевский

Санкт-Петербургский государственный
институт (технический университет),
Санкт-Петербург 198013, Россия
e-mail: office@tu.spb.ru

Поступило в редакцию 30.09.98