



Тринитроацетонитрил, полученный из 0,01 моль амида циануксусной кислоты по методу [2], в 20 мл четыреххлористого углерода при перемешивании добавляют к смеси (15 мл хлороформа, 15 мл уксусной кислоты и 0,01 моль азиды натрия), охлажденной до  $-35^{\circ}\text{C}$ . Во время добавления температура не должна подниматься выше  $-15^{\circ}\text{C}$ . По окончании добавления температуру реакционной смеси доводят до комнатной, отфильтровывают неорганические примеси и отгоняют на ротонном испарителе хлороформ и четыреххлористый углерод. Остаток растворяют в 50 мл воды, доводят pH смеси до слабощелочной (раствором  $\text{NaHCO}_3$ ) и обрабатывают 0,01 моль бромида (или хлорида) тетрабутиламмония. Образовавшееся масло отделяют и оставляют в холодильнике до кристаллизации. Твердое вещество переносят на фильтр, многократно промывают водой, высушивают на воздухе, перекристаллизовывают из 50% этанола. Получают 3,0 г (65%, считая на амид циануксусной кислоты) тетрабутиламмониевой соли III,  $T_{\text{пл}} 77\text{--}78^{\circ}\text{C}$ . ИК спектр: 3000, 2950, 2900, 1620, 1600, 1460, 1420, 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  [ $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ]: 150,49 (C=N), 128,32 [C(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>], 59,65; 24,64; 20,60; 13,93 м. д. [(C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)]. Спектр ЯМР  $^{14}\text{N}$  [ $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ]:  $-27,05$  (NO<sub>2</sub>);  $-47,50$  (N-тетразол);  $-316,37$  м. д. [N(C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub>]. Найдено, %: C 46,84; H 7,69; N 24,47. C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>N<sub>8</sub>O<sub>6</sub>. Вычислено, %: C 46,94; H 7,88; N 24,33.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Grakauskas V., Albert A. H. // J. Heterocycl. Chem. — 1981. — Vol. 18. — P. 1477.
2. Parker C. O., Emmons W. D., Rolewicz H. A., McCallum K. S. // Tetrahedron. — 1962. — Vol. 17. — P. 79.

А. В. Шастин, Т. И. Годовикова, Б. Л. Корсунский

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

Институт химической физики в Черноголовке  
РАН, Черноголовка 142432, Московской  
области, Россия

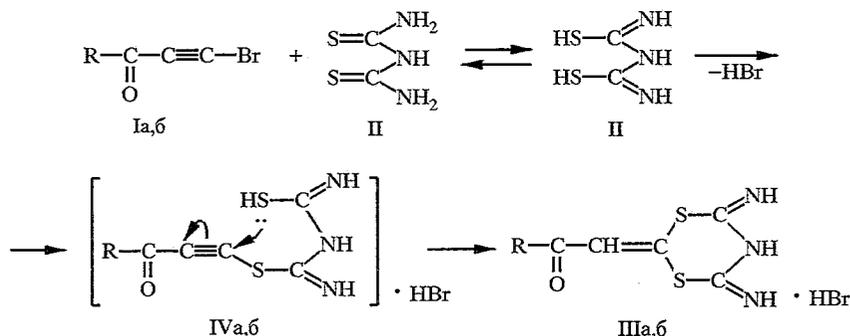
Поступило в редакцию 03.02.98

ХГС. — 1998. — № 3. — С. 416

### НОВЫЙ ПУТЬ СИНТЕЗА ГИДРОБРОМИДОВ ЗАМЕЩЕННЫХ 5,6-ДИГИДРО-1,3,5-ДИТИАЗИНОВ РЕАКЦИЕЙ 1-АЦИЛ-2-БРОМАЦЕТИЛЕНОВ С ДИТИБИУРЕТОМ

2,4,6-Тризамещенные 5,6-дигидро-1,3,5-дитиазины получают взаимодействием алифатических и ароматических альдегидов с аммиаком и сероводородом в спирте при  $0^{\circ}\text{C}$  [1]. N-Замещенные 5,6-дигидро-1,3,5-дитиазины получены наряду с тиамидами реакцией 2-замещенных 1,3-дитиетана с этиламино в ацетонитриле при  $20^{\circ}\text{C}$  [2].

Нами показано, что 1-бензоил- и 1-(тевоил-2)-2-бромацетилены (Ia,б) реагируют с дитиобиуретом (II) в ледяной уксусной кислоте или бензоле при



I, IV a R = Ph, б R = тиенил-2