

Д. Шантаре, М. Юре, С. В. Беляков,
М. В. Петрова, Э. Гудринице

2-ОКСООКСАЗОЛОПИРИДИНЫ

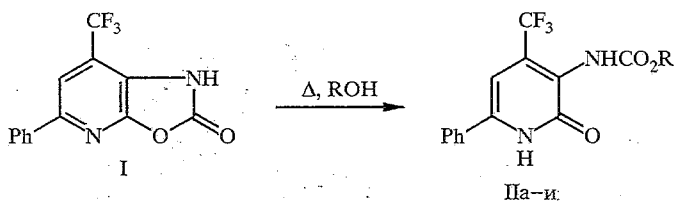
1. СИНТЕЗ АЛКИЛ-N-(2-ОКСО-3-ПИРИДИЛ)КАРБАМАТОВ

Предложен удобный метод синтеза новых производных пиридинового ряда: алкил-N-(2-оксо-3-пиридил)карбаматов (IIa—и, IVa—к) в реакции 7-трифторметил-5-фенил-2-оксооксазола [5,4-*b*] пиридинов (I, IIIa—к) со спиртами.

Алкилкарбаматы пиридинового ряда проявляют фунгицидную, гербицидную [1] и противораковую [2] активность, являются ингибиторами лейкоцитарной эластазы [3, 4]. Они получены ацилированием 3-аминопиридинов хлорокарбонатами [2, 5], из 3-аминокарбонилпиридинов в реакции Курциуса [3, 6] или Гофмана [2, 7, 8] и окислением 3-формамидопиридинов тетраацетатом свинца [9].

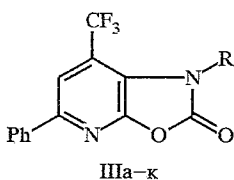
Продолжая исследования [10, 11], мы разработали препаративный метод синтеза алкил-N-(2-оксо-3-пиридил)карбаматов IIa—и (табл. 1), IVa—к (табл. 2) из 2-оксооксазолпиридинов I, IIIa—к. При кипячении оксооксазола I [10] в смеси ДМФА и соответствующего спирта происходит расщепление оксазолонового цикла с образованием карбаматов IIa—и. Более высококипящие спирты (бутиловые, *изо*-амиловый) образуют карбаматы IIв—д без добавления ДМФА. Наглядно влияние температуры отражается в реакции оксооксазола I с этиленгликолем. При температуре 95...100 °C образуется гидроксиэтилпроизводное IIи, однако при кипячении выделен 3-амино-2(1H)-пиридон (V) [11].

Подобно другим оксооксазолам [12] соединение I при длительном кипячении (12 ч) с водой также дает аминопиридон V. Несколько быстрее (9 ч) эта реакция протекает в присутствии серной кислоты.



Если рассматривать 2-оксооксазолпиридин I как циклический карбамат, то его взаимодействие со спиртами можно отнести к реакциям переэтерификации. Это подтвердили эксперименты, ибо подобная реакция протекает при нагревании, например, карбамата II (R = Et) [11] с *изо*-амиловым спиртом в присутствии NEt₃ с образованием соединения IIд. Таким образом, реакцию переэтерификации претерпевают как оксооксазол I, так и алкил-N-(3-пиридил)карбамат II (R = Et).

Оксазолоновый цикл в 1-замещенных производных IIIa—к, полученных нами ранее [11], более стабилен в реакциях со спиртами. Карбаматы IVa—к удалось получить лишь кипячением оксооксазолов IIIa—к со спиртами в присутствии оснований.



С целью объективного установления структуры соединений IVa был проведен полный рентгеноструктурный анализ его кристаллов. Пространственная модель молекулы IVa с обозначениями атомов представлена на рис. 1. В табл. 3 приведены величины длин связей и валентных углов в структуре соединения IVa. Плоское шестичленное гетероциклическое кольцо имеет характерную для 2(1H)-пиридонов геометрию [13, 14]. Выходы атомов O(1), N(2), C(16) и C(7) из плоскости гетероцикла 0,051(3), -0,080(3), 0,132(6) и -0,163(4) Å соответственно. Двугранный угол между плоскостями гетероцикла и фенильного заместителя составляет 32,5(2)°, тогда как двугранный угол между гетероциклом и плоскостью уретановой группировки C(13), N(2), C(14), O(2), O(3), C(15) достигает 81,3(1)°. Высокое значение данного угла обусловлено наличием в положениях 2 и 4 гетероцикла оксо- и трифторметильной групп. В связи с этим длина связи C(3)—N(2) (1,424(5) Å) существенно выше стандартного значения 1,355 Å (для связей типа C(sp²)—N(sp²)) [15], что указывает на отсутствие сопряжения между гетероциклом и уретановой группировкой. Длины связей C—F в структуре занижены (стандартное значение длины связи C—F составляет 1,336 Å [15]) из-за значительных либрационных тепловых колебаний атомов фтора [16] (значения эквивалентного изотропного температурного фактора B_{экв}^{изо} для атомов F(1), F(2), F(3) равны 10,8(3), 9,1(2), 8,4(2) Å² соответственно). Значения остальных длин связей близки к стандартным величинам.



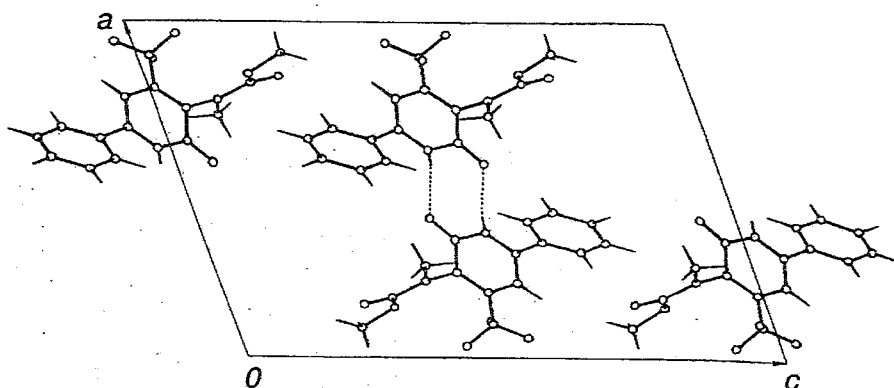
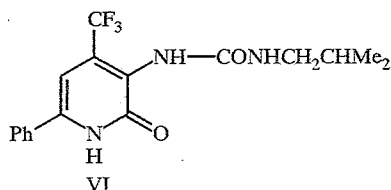


Рис. 2. Проекция ac кристаллической структуры соединения IVa. Пунктирными линиями показаны межмолекулярные водородные связи $N-H\cdots O$

На рис. 2 дана проекция элементарной ячейки кристалла на плоскость zx . В кристаллической структуре IVa обнаружена межмолекулярная водородная связь $N(1)-H(1)\cdots O(1)$, характерная для 2(1H)-пиридонов. Длина водородной связи равна 2,825(6) Å ($H(1)\cdots O(1) = 2,15(4)$ Å, угол $N(1)-H(1)\cdots O(1) = 169(4)^\circ$), что несколько ниже среднестатистического значения 2,89 Å [17] для Н-связей $NH\cdots O$ типа. Посредством этих водородных связей молекулы в кристаллической решетке объединяются в centrosymmetric димеры. Остальные межмолекулярные контакты осуществляются на расстояниях, не меньших сумм ван-дер-ваальсовых радиусов контактирующих атомов [18].

Алкил-N-(2-оксо-3-пиридил)карбаматы, а также оксооксазол I реагируют с аминами и дают соответствующие мочевины. При кипячении соединения II ($R = Et$) с изобутиламином получена мочевина VI.



О других соединениях этого ряда последует отдельное сообщение.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры сняты на приборе Specord 71A в парафиновом масле (область 1800...1500 cm^{-1}) и гексахлорбутadiене (область 3600...2000 cm^{-1}). Спектры ПМР в $DMCO-D_6$ записаны на спектрометре Bruker WH-90/DS (90 МГц), внутренний стандарт ТМС. Индивидуальность соединений проверяли ТСХ на пластинках Silufol UV-254.

Выходы, $T_{пл}$, данные элементного анализа, ПМР, ИК спектров соединений Па—и IVa—к представлены в табл. 1 и 2.

Алкил-N-(2-оксо-4-трифторметил-6-фенил-3-пиридил)карбаматы (3-алкоксикарбонил-амино-4-трифторметил-6-фенил-2(1H)-пиридоны) (Па—е).

Метод А. Кипятят 0,2 г оксооксазола I, 3 мл соответствующего спирта и 3 мл ДМФА 2 ч. Охлаждают и разбавляют водой. Осадок перекристаллизовывают из смеси этанол—вода, 4 : 1.

Метод Б. Кипятят 0,1 г соединения I и 25 мл метилового (7 ч), изопропилового (3 ч) и 10 мл изоамилового (2 ч) спиртов. Получают соединения Па,б,д соответственно.

Соединения Пж,з,и получают при нагревании 0,2 г I и 5 мл соответствующего спирта при 95...100 °С 3,5 (Пж,и) и 5 ч (Пз) соответственно.

Характеристика соединений Па—и

Соединение	R	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %			T _{пл} , °C	Спектр ПМР, δ , м. д., ДМСО	ИК спектр, см ⁻¹	Выход, %, метод
			C	H	N				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Па	CH ₃	C ₁₄ H ₁₁ F ₃ N ₂ O ₃	<u>53,78</u> 53,85	<u>3,51</u> 3,55	<u>8,89</u> 8,97	218...219 (разл.)	3,61 (3H, с, CH ₃); 6,81 (1H, с, 6-H); 7,50 (3H, м, Ph); 7,83 (2H, м, Ph); 8,75 (1H, с, NH); 12,50 (1H, NH)	3230, 3102...2800, 1716, 1670, 1632, 1580	90,9 А, 81,8 Б
Пб	C ₃ H ₇ -i	C ₁₆ H ₁₅ F ₃ N ₂ O ₃	<u>56,29</u> 56,47	<u>4,46</u> 4,44	<u>8,17</u> 8,23	214...215 (разл.)	1,19 (6H, д, 2CH ₃); 4,81 (1H, м, CH); 6,81 (1H, с, 6-H); 7,50 (3H, м, Ph); 7,83 (2H, м, Ph); 8,58 (1H, с, NH); 12,44 (1H, NH)	3258, 3100...2800, 1710, 1654, 1630, 1582	83,3 А, 83,3 Б
Пв	C ₄ H ₉	C ₁₇ H ₁₇ F ₃ N ₂ O ₃	<u>57,58</u> 57,63	<u>4,75</u> 4,84	<u>7,88</u> 7,91	177...179 (разл.)	0,80 (3H, т, CH ₃); 1,03...1,83 (4H, м, (CH ₂) ₂); 4,03 (2H, т, CH ₂); 6,81 (1H, с, 6-H); 7,50 (3H, м, Ph); 7,83 (2H, м, Ph); 8,67 (1H, с, NH); 12,46 (1H, NH)	3254, 3085...2870, 1710, 1670, 1632, 1580	84,0 А
Пг	C ₄ H ₉ -i	C ₁₇ H ₁₇ F ₃ N ₂ O ₃	<u>57,44</u> 57,63	<u>4,64</u> 4,84	<u>8,21</u> 7,91	189...190 (разл.)	0,89 (6H, д, 2CH ₃); 1,87 (1H, м, CH); 3,78 (2H, д, CH ₂); 6,78 (1H, с, 6-H); 7,47 (3H, м, Ph); 7,78 (2H, м, Ph); 8,62 (1H, с, NH); 12,38 (1H, NH)	3226, 3186...2860, 1718, 1648, 1620, 1566	76,0 А
Пд	C ₅ H ₁₁ -i	C ₁₈ H ₁₉ F ₃ N ₂ O ₃	<u>58,39</u> 58,70	<u>5,21</u> 5,19	<u>7,54</u> 7,61	174...175 (разл.)	0,89 (6H, д, 2CH ₃); 1,07...1,93 (3H, м, CH ₂ , CH); 3,73...4,18 (2H, м, CH ₂); 6,78 (1H, с, 6-H); 7,49 (3H, м, Ph); 7,78 (2H, м, Ph); 8,62 (1H, с, NH); 12,56 (1H, NH)	3270, 3184...2802, 1716, 1654, 1632, 1582	84,6 А, 96,2 Б, 77,3 В

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Пе	$\text{CH}(\text{CH}_2)_4\text{CH}_2$	$\text{C}_{19}\text{H}_{19}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3$	<u>59.76</u> 59,99	<u>5.03</u> 4,78	<u>7.24</u> 7,38	203...205 (разл.)	0,92...2,03 (10H, м, $(\text{CH}_2)_4\text{CH}_2$); 4,56 (1H, CH); 6,78 (1H, с, 6-H); 7,50 (3H, м, Ph); 7,81 (2H, м, Ph); 8,57 (1H, с, NH); 12,39 (1H, NH)	3270, 3100...2800, 1712, 1666, 1630, 1582	69,3 А
Пж	$\text{CH}_2\text{C} \equiv \text{CH}$	$\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3$	<u>56.92</u> 57,15	<u>3.32</u> 3,30	<u>8.07</u> 8,33	211...212 (разл.)	2,62 (1H, т, $J = 2,5$ Гц, CH); 4,72 (2H, д, $J = 2,5$ Гц, CH_2); 6,56 (1H, с, 6-H); 7,47 (3H, м, Ph); 7,69 (2H, м, Ph); 8,11 (1H, с, NH); 12,42 (1H, NH)	3310, 3226, 3102...2800, 2138, 1716, 1658, 1632, 1582	79,2 Б
Пз	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$	$\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_4$	<u>53.84</u> 53,94	<u>4.25</u> 4,24	<u>7.76</u> 7,86	189...191 (разл.)	3,35 (3H, с, CH_3); 3,61 (2H, м, CH_2); 4,25 (2H, м, CH_2); 6,56 (1H, с, 6-H); 7,47 (3H, м, Ph); 7,69 (2H, м, Ph); 8,11 (1H, с, NH); 12,47 (1H, NH)	3262, 3100...2800, 1714, 1670, 1630, 1580	88,0 Б
Пи	$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	$\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_4$	<u>52.38</u> 52,64	<u>3.87</u> 3,83	<u>7.98</u> 8,18	210...211 (разл.)	3,60 (2H, м, CH_2); 4,06 (2H, т, CH_2); 4,72 (1H, OH); 6,79 (1H, с, 6-H); 7,50 (3H, м, Ph); 7,83 (2H, м, Ph); 8,78 (1H, с, NH); 12,51 (1H, NH)	3370, 3226, 3182...2890, 1714, 1642, 1616, 1578	79,2 Б

Характеристика соединений IVa—к

Соединение	R	R'	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %			Т _{пл} , °C	ИК спектр, см ⁻¹	Выход, %
				C	H	N			
IVa	CH ₃	CH ₃	C ₁₅ H ₁₃ F ₃ N ₂ O ₃	<u>55,12</u> 55,22	<u>4,02</u> 4,02	<u>8,56</u> 8,58	213...214	3182...2882, 1718, 1648, 1622, 1580	96,0
IVб	CH ₃	C ₂ H ₅	C ₁₆ H ₁₅ F ₃ N ₂ O ₃	<u>56,33</u> 56,47	<u>4,44</u> 4,44	<u>8,15</u> 8,23	177...178	3182...2864, 1714, 1648, 1622, 1580	76,2
IVв	CH ₃	C ₃ H ₇ - <i>i</i>	C ₁₇ H ₁₇ F ₃ N ₂ O ₃	<u>57,59</u> 57,63	<u>4,89</u> 4,84	<u>7,81</u> 7,91	160...161	3212...2602, 1710, 1654, 1622, 1562	75,0
IVг	CH ₃	C ₅ H ₁₁ - <i>i</i>	C ₁₉ H ₂₁ F ₃ N ₂ O ₃	<u>59,34</u> 59,68	<u>5,48</u> 5,54	<u>7,25</u> 7,33	170...171	3196...2702, 1712, 1652, 1618, 1578	84,6
IVд	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₁₇ H ₁₇ F ₃ N ₂ O ₃	<u>57,71</u> 57,63	<u>4,77</u> 4,84	<u>7,64</u> 7,91	124...126	3202...2840, 1714, 1646, 1618, 1580	77,8
IVе	C ₃ H ₇	C ₂ H ₅	C ₁₈ H ₁₉ F ₃ N ₂ O ₃	<u>58,51</u> 58,69	<u>5,13</u> 5,18	<u>7,60</u> 7,61	142...144	3202...2945, 1710, 1646, 1618, 1578	69,5
IVж	C ₄ H ₉	C ₂ H ₅	C ₁₉ H ₂₁ F ₃ N ₂ O ₃	<u>59,48</u> 59,68	<u>5,49</u> 5,54	<u>7,35</u> 7,33	120...122	3028...2846, 1718, 1646, 1620, 1580	78,3
IVз	C ₅ H ₁₁ - <i>n</i>	C ₂ H ₅	C ₂₀ H ₂₃ F ₃ N ₂ O ₃	<u>60,68</u> 60,60	<u>5,85</u> 5,85	<u>7,27</u> 7,07	124...125	3100...2802, 1722, 1650, 1622, 1578	76,6
IVи	CH ₂ CH=CH ₂	C ₂ H ₅	C ₁₈ H ₁₇ F ₃ N ₂ O ₃	<u>58,95</u> 59,02	<u>4,60</u> 4,68	<u>7,75</u> 7,65	113...115	3198...2862, 1714, 1646, 1632, 1620, 1578	69,6
IVк	CH ₂ Ph	C ₂ H ₅	C ₂₂ H ₁₉ F ₃ N ₂ O ₃	<u>63,23</u> 63,46	<u>4,58</u> 4,59	<u>6,77</u> 6,73	188...190	3200...2890, 1720, 1644, 1620, 1565, 1538	89,2

Длина связей (δ) и валентные углы (ω)
в структуре IVa

Связь	δ , Å	Угол	ω , град.
C(2)—N(1)	1,372(5)	N(1)—C(2)—C(3)	115,5(4)
C(6)—N(1)	1,351(7)	N(1)—C(2)—O(1)	120,9(4)
C(3)—C(2)	1,439(6)	C(2)—N(1)—C(6)	126,2(4)
O(1)—C(2)	1,244(6)	N(1)—C(6)—C(5)	117,8(4)
C(4)—C(3)	1,365(7)	N(1)—C(6)—C(7)	118,4(4)
N(2)—C(3)	1,424(5)	C(2)—C(3)—C(4)	119,1(4)
C(5)—C(4)	1,413(7)	C(2)—C(3)—N(2)	117,1(4)
C(16)—C(4)	1,497(7)	C(3)—C(2)—O(1)	123,6(4)
C(6)—C(5)	1,365(6)	C(3)—C(4)—C(5)	121,4(4)
C(7)—C(6)	1,472(6)	C(3)—C(4)—C(16)	120,9(4)
C(8)—C(7)	1,380(7)	C(4)—C(3)—N(2)	123,8(4)
C(12)—C(7)	1,398(6)	C(3)—N(2)—C(13)	118,7(4)
C(9)—C(8)	1,390(7)	C(3)—N(2)—C(14)	122,8(4)
C(10)—C(9)	1,361(8)	C(4)—C(5)—C(6)	119,6(5)
C(11)—C(10)	1,378(9)	C(5)—C(4)—C(16)	117,7(5)
C(12)—C(11)	1,390(7)	C(4)—C(16)—F(1)	112,4(5)
C(13)—N(2)	1,457(7)	C(4)—C(16)—F(2)	113,2(5)
C(14)—N(2)	1,357(5)	C(4)—C(16)—F(3)	114,0(5)
O(2)—C(14)	1,341(6)	C(5)—C(6)—C(7)	123,7(4)
O(3)—C(14)	1,207(6)	C(6)—C(7)—C(8)	121,1(4)
C(15)—O(2)	1,453(7)	C(6)—C(7)—C(12)	120,6(4)
F(1)—C(16)	1,308(7)	C(7)—C(8)—C(9)	120,4(5)
F(2)—C(16)	1,308(8)	C(8)—C(7)—C(12)	118,2(4)
F(3)—C(16)	1,296(7)	C(7)—C(12)—C(11)	120,8(5)
		C(8)—C(9)—C(10)	120,9(6)
		C(9)—C(10)—C(11)	120,0(5)
		C(10)—C(11)—C(12)	119,7(5)
		C(13)—N(2)—C(14)	117,4(4)
		N(2)—C(14)—O(2)	111,3(4)
		N(2)—C(14)—O(3)	124,3(4)
		C(14)—O(2)—C(15)	116,1(4)
		O(2)—C(14)—O(3)	124,3(4)
		F(1)—C(16)—F(2)	106,0(6)
		F(1)—C(16)—F(3)	105,4(5)
		F(2)—C(16)—F(3)	105,0(5)

Метод В. Кипятят 0,1 г 4-трифторметил-6-фенил-3-этоксикарбониламино-2(1H)-пиридона (II, R = Et), полученного ранее [11], и 10 мл изоамилового спирта 2 ч в присутствии NEt₃. Получают соединение Пд, которое не дает депрессии температуры плавления с образцом, полученным по методу А и Б.

Алкил-N-замещенные-N-(2-оксо-4-трифторметил-6-фенил-3-пиридил)карбаматы (IVa—к). Кипятят 0,1 г 1-алкил-7-трифторметил-5-фенил-2-оксо-1(H)-оксазол [5,4-b] пиридинов Ша—к, 5 мл соответствующего спирта и 0,04 г КОН 2 ч. Охлаждают, разбавляют водой и добавляют соляную кислоту до pH 6...7. Осадок перекристаллизовывают из смеси этанола с водой (4:1).

Рентгеноструктурное исследование молекулы IVa. Монокристаллы соединения IVa, выращенные из метанола, принадлежат моноклинной сингонии. Параметры кристаллической решетки: $a = 14,140(3)$, $b = 6,089(1)$, $c = 18,053(3)$ Å, $\beta = 107,50(1)^\circ$; $V = 1482,5(5)$ Å³, $F(000) = 672$, $\mu = 0,13$ мм⁻¹, $d_{\text{выч}} = 1,462(1)$ г см⁻³, $Z = 4$, пр.гр. P2₁/c.

Интенсивности 1962 независимых ненулевых отражений измерены на автоматическом четырехкружном дифрактометре Syntex P2₁ (молибденовое излучение с $\lambda = 0,71073$ Å, графитовый монокроматор) методом $\theta/2\theta$ -сканирования до $2\theta_{\text{max}} = 45^\circ$. В процессе расчетов использовалось 1232 рефлекса с $[F] > 4\sigma_F$. Структура расшифрована по методике [19]. Уточнение проведено МНК в полноматричном анизотропном приближении по комплексу программ [20]. Все атомы водорода локализованы разностным синтезом и уточнены изотропно. Окончательное значение фактора расходимости $R = 0,0609$. Координаты атомов приведены в табл. 4.

3-Амино-4-трифторметил-6-фенил-2(1H)-пиридон (V). Кипятят 0,1 г оксооксазола I в 20 мл воды или в 20 мл разбавленной H₂SO₄ (pH 2...3) 12 и 9 ч соответственно. Охлаждают и

Т а б л и ц а 4

Координаты атомов со стандартными отклонениями в молекуле соединения IVa

Атом	x	y	z
N(1)	0,6210(3)	0,5341(6)	0,4751(2)
C(2)	0,6428(3)	0,3867(7)	0,5354(2)
C(3)	0,7403(3)	0,2909(7)	0,5551(2)
C(4)	0,8003(3)	0,3392(7)	0,5105(3)
C(5)	0,7722(3)	0,4957(8)	0,4501(3)
C(6)	0,6820(3)	0,5963(7)	0,4339(2)
C(7)	0,6496(3)	0,7747(7)	0,3769(2)
C(8)	0,6803(4)	0,7836(9)	0,3113(3)
C(9)	0,6516(4)	0,9568(9)	0,2592(3)
C(10)	0,5932(4)	1,1214(9)	0,2720(3)
C(11)	0,5618(4)	1,1174(8)	0,3372(3)
C(12)	0,5890(3)	0,9436(7)	0,3892(3)
O(1)	0,5808(2)	0,3411(5)	0,5694(2)
N(2)	0,7666(3)	0,1425(5)	0,6190(2)
C(13)	0,7209(6)	-0,0742(9)	0,6094(4)
C(14)	0,8181(3)	0,2054(8)	0,6921(3)
O(2)	0,8464(2)	0,4160(5)	0,6941(2)
O(3)	0,8379(3)	0,0856(6)	0,7480(2)
C(15)	0,9092(6)	0,4961(13)	0,7684(4)
C(16)	0,8977(4)	0,2254(10)	0,5235(4)
F(1)	0,8899(3)	0,0117(7)	0,5265(4)
F(2)	0,9389(3)	0,2649(7)	0,4689(2)
F(3)	0,9641(3)	0,2799(9)	0,5877(2)
H(1)	0,574(3)	0,570(6)	0,470(2)
H(5)	0,812(3)	0,521(7)	0,421(3)
H(8)	0,720(4)	0,686(8)	0,301(3)
H(9)	0,670(4)	0,960(8)	0,215(3)
H(10)	0,568(3)	1,227(8)	0,235(3)
H(11)	0,521(4)	1,250(8)	0,351(2)
H(12)	0,567(3)	0,936(6)	0,434(2)
H(131)	0,757(4)	-0,168(10)	0,642(3)
H(132)	0,662(8)	-0,064(17)	0,586(6)
H(133)	0,726(5)	-0,125(11)	0,559(4)
H(151)	0,970(6)	0,454(12)	0,771(4)
H(152)	0,869(5)	0,467(12)	0,810(5)
H(153)	0,907(6)	0,658(14)	0,775(4)

осадок перекристаллизовывают из смеси этанола с водой (4 : 1). Выход 94,4 и 96,0 % соответственно.

Соединение V с 59,3% выходом получено кипячением 0,3 г оксооксазола I с 5 мл этиленгликоля 2 ч. Полученные соединения не дают депрессии температуры плавления с ранее синтезированным 3-аминопиридоном V [11].

Изобутил-N-(2-оксо-4-трифторметил-6-фенил-3-пиридил)мочевина (VI, $C_{16}H_{16}F_3N_3O_2$). Кипятят 0,15 г карбамата II, R = Et, и 10 мл изобутиламина 3 ч. Охлаждают и разбавляют водой. Осадок перекристаллизовывают из этанола. Получают 0,13 г (83,3%), $T_{пл}$ 254...255 °C. ИК спектр: 3310, 2966, 1660, 1634, 1578 cm^{-1} . Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 0,89 (6H, д, 2CH₃); 1,69 (1H, м, CH); 2,92 (2H, т, CH₂); 6,67 (1H, с, 6-H); 6,75 (1H, т, NH); 7,50 (3H, м, Ph); 7,75 (2H, м, Ph; 1H, NH); 12,39 (1H, NH).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pat. 3364225 USA // C. A. — 1968. — Vol. 68. — 59444.
2. Shriner R. L., Child R. G. // J. Amer. Chem. Soc. — 1952. — Vol. 74. — P. 549.
3. Damewood J. R., Edwards P. D., Feeney Sc., Gomes B. C., Steelman G. B., Tuthill P. A., Williams J. C., Warner P., Woolson Sh. A., Wolanin D. J., Veale Ch. A. // J. Med. Chem. — 1994. — Vol. 37. — P. 3303.
4. Bernstein P. R., Andisik D., Brandley P. K., Bryant Ch. B., Ceccarelli Ch., Damewood J. R., Earley R., Edwards P. D., Feeney Sc., Gomes B. C., Kosmider B. J., Steelman G. B., Thomas R. M., Vacek E. P., Veale Ch. A., Williams J. C., Wolanin D. J., Woolson Sh. A. // J. Med. Chem. — 1994. — Vol. 37. — P. 3313.
5. Damschroeder R. E., Shriner R. L. // J. Amer. Chem. Soc. — 1936. — Vol. 58. — P. 1610.
6. Smith P. A. // Org. React. — 1946. — Vol. 3. — P. 337.
7. Pat. 58192860 Japan // C. A. — 1984. — Vol. 100. — 15651n.
8. Sang-sup Jew, Hyeung Geun Park, Hee-Joo Park, Min-soo Park, Youn-sang Cho // Tetrah. Lett. — 1990. — Vol. 31. — P. 1559.
9. Leardini R., Zanardi G. // Synthesis. — 1982. — N 3. — P. 225.
10. Гудринице Э., Юре М., Пасторс П., Карклиня А., Палитис Э. // ХГС. — 1995. — № 2. — С. 271.
11. Юре М. В., Шантаре Д. В., Гудринице Э. Ю. // ХГС. — 1996. — № 4. — С. 542.
12. Flouzat Ch., Blanchet M., Guillaumet G. // Tetrah. Lett. — 1992. — Vol. 33. — P. 4571.
13. Мишнев А. Ф., Беляков С. В., Блейделис Я. Я., Апинитис С. К., Гудринице Э. Ю. // Кристаллография. — 1986. — Т. 31. — С. 297.
14. Беляков С. В., Мишнев А. Ф., Блейделис Я. Я., Плуксе И. Я., Гудринице Э. Ю. // Ж. структурн. химии. — 1988. — № 5. — С. 169.
15. Allen F. H., Kennard O., Watson D. G., Brammer L., Orpen A. G., Taylor R. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. II. — 1987. — N 12. — P. S1.
16. Busing W. P., Levy H. A. // Acta crystallogr. — 1964. — Vol. 17. — P. 142.
17. Kuleshova L. N., Zorkii P. M. // Acta crystallogr. — 1981. — Vol. B37. — P. 1363.
18. Зефилов Ю. В., Зоркий П. М. // Ж. структурн. химии. — 1976. — № 6. — С. 994.
19. Мишнев А. Ф., Беляков С. В. // Кристаллография. — 1988. — Т. 33. — С. 835.
20. Sheldrick G. M. // Crystallographic Computing 6 / Eds. H. D. Flack, L. Parkanyi, K. Simon. — IUCr and Oxford University Press, 1993. — P. 110.

Рижский технический университет,
Riga LV-1048

Поступило в редакцию 15.10.96

Латвийский институт органического синтеза,
Riga LV-1006