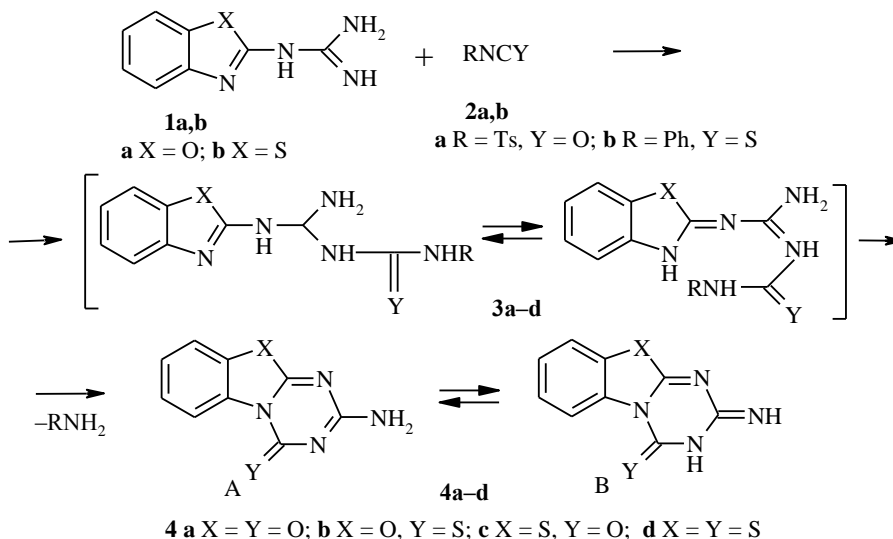


СИНТЕЗ
2-ИМИНО-3,4-ДИГИДРО-2Н-БЕНЗОКСА(ТИА)ЗОЛО[3,2-*a*]-1,3,5-ТРИАЗИН-4-ОН(ТИОН)ОВ
ВЗАИМОДЕЙСТВИЕМ БЕНЗОКСА(ТИА)ЗОЛИЛ-2-ГУАНИДИНОВ
С ТОЗИЛИЗОЦИАНАТОМ И ФЕНИЛИЗОТИОЦИАНАТОМ

Ключевые слова: бензокса(тиа)золил-2-гуанидин, тозилизоцианат, фенилизотиоцианат, циклизация.

При взаимодействии бензокса(тиа)золил-2-гуанидинов **1a,b** с тозилизоцианатом **2a** и фенилизотиоцианатом **2b** вместо ожидаемых продуктов присоединения **3a-d** получены 2-имино-3,4-дигидро-2Н-бензо[1,3]окса- (тиа)золо[3,2-*a*]-1,3,5-триазин-4-он(тион)ы **4a-d**. Очевидно, мочевины **3** образуются в качестве промежуточных соединений на первой стадии реакции и в дальнейшем циклизуются в триазины(тионы) **4a-d** с элиминированием анилина или тозиламида.



Структура соединений **4a-d** подтверждена данными спектров ЯМР ^1H и масс-спектрологии. В спектрах ЯМР ^1H соединений **4a-d** характерным является смещение дублетного сигнала одного из *орто*-протонов бензольного кольца в слабое поле в область 8–9 м. д., вызванное анизотропическим эффектом соседнего атома Y. Соединения **4a-d** существуют в таутомерной иминоформе B, в пользу которой свидетельствует наличие в спектрах ЯМР ^1H двух уширенных синглетов NH-протонов. Азааналог триазинтиона **4b** (X = N, Y = S) синтезирован в работе [1] взаимодействием бензимидазолил-2-гуанидина с сероуглеродом.

2-Имино-3,4-дигидро-2Н-бензокса(тиа)золо[3,2-*a*]-1,3,5-триазин-4-он(тион)ы (4a-d). Смесь 15 ммоль соединения **1** с 15 ммоль соединения **2** нагревают в 20 мл абсолютного диоксана при температуре кипения в течение 4 ч (**4a,c**) или 20 ч (**4b**). В случае тиона **4d** кипятят смесь 15 ммоль гуанидина **1b** и 30 ммоль изотиоцианата **2d** в 20 мл абсолютного пиридина. Выпавшие осадки отфильтровывают и перекристаллизовывают из ДМФА.

4a. Выход 72%. Т. пл. >340 °С. Спектр ЯМР ^1H (ДМСO- d_6): 8.05 (1H, д, $J = 8$ Гц, A_{ortho}); 7.67; 7.64 (2H, 2 уш. с, NH); 7.60–7.41 (3H, м, Ar). Масс-спектр: $m/z = 202$ [M] $^+$. Найдено, %: С 53.28; Н 2.07; N 27.58. $\text{C}_9\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_2$. Вычислено, %: С 53.46; Н 1.98; N 27.72.

4b. Выход 45%. Т. пл. 330 °С. Спектр ЯМР ^1H (ДМСO- d_6): 9.09 (1H, д, $J = 8$ Гц, A_{ortho}); 8.19; 7.81 (2H, 2 уш. с, NH); 7.68–7.41 (3H, м, Ar). Масс-спектр: $m/z = 218$ [M] $^+$. Найдено, %: С 49.71; Н 1.70; N 25.88. $\text{C}_9\text{H}_6\text{N}_4\text{OS}$. Вычислено, %: С 49.54; Н 1.83; N 25.69.

4c. Выход 63%. Т. пл. 335 °С. Спектр ЯМР ^1H (ДМСO- d_6): 8.65 (1H, д, $J = 8$ Гц, A_{ortho}); 7.58; 7.53 (2H, 2 уш. с, NH); 7.91–7.41 (3H, м, Ar). Масс-спектр: $m/z = 218$ [M] $^+$. Найдено, %: С 49.41; Н 1.99; N 25.55. $\text{C}_9\text{H}_6\text{N}_4\text{OS}$. Вычислено, %: С 49.54; Н 1.83; N 25.69.

4d. Выход 65%. Т. пл. 330 °С. Спектр ЯМР ^1H (ДМСO- d_6): 8.65 (1H, д, $J = 8$ Гц, A_{ortho}); 7.52; 7.59 (2H, 2 уш. с, NH); 7.90–7.36 (3H, м, Ar). Масс-спектр: $m/z = 234$ [M] $^+$. Найдено, %: С 46.42; Н 1.59; N 23.81. $\text{C}_9\text{H}_6\text{N}_4\text{S}_2$. Вычислено, %: С 46.15; Н 1.71; N 23.93.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. El-Sayed A. M. Badawey, T. Kappe, *Arch. Pharm.*, **330**, No. 3, 59 (1997).

Д. В. Крыльский, Х. С. Шихалиев, А. С. Соловьев

Воронежский государственный
университет, Воронеж 394693, Россия
e-mail: krdy@online.ru

Поступило в редакцию 01.12.2000

ХГС. – 2001. – № 4. – С. 567