

3-Ацетил-6-метил-2-оксо-1,2-дигидрохинолин-4-карбоновая кислота (VIIб). Выход 47%. $T_{пл}$ 280...281 °C (из *n*-пропилового спирта). Найдено, %: С 63,5; Н 4,4; N 5,8. $C_{13}H_{11}NO_4$. Вычислено, %: С 63,7; Н 4,5; N 5,7.

3-Ацетил-1-метил-2-оксо-1,2-дигидрохинолин-4-карбоновая кислота (VIIв). Выход 8%. $T_{пл}$ 245...247 °C (из смеси этилацетат—гексан). Найдено, %: С 63,4; Н 4,6; N 5,6. $C_{13}H_{11}NO_4$. Вычислено, %: С 63,7; Н 4,5; N 5,7.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Радул О. М., Буханюк С. М., Рехтер М. А., Жунгиету Г. И., Иванова И. П. // ХГС. — 1982. — № 10. — С. 1427.
2. Halberkann J. // Ber. — 1921. — Bd 54. — S. 3090.

М. А. Рехтер, О. М. Радул, Г. И. Жунгиету, С. М. Буханюк

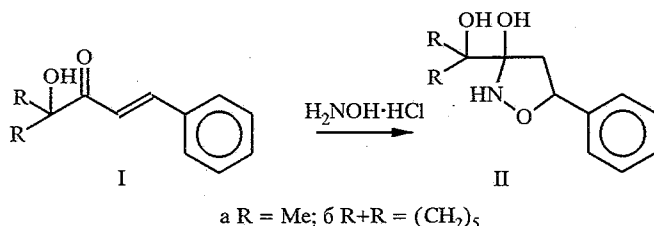
Институт биологической защиты растений
и Институт химии АН Молдовы,
Кишинев 2058

Поступило в редакцию 13.05.98

ХГС. — 1998. — № 10. — С. 1427

ОБРАЗОВАНИЕ 5-ЧЛЕННОГО НАСЫЩЕННОГО ГЕТЕРОЦИКЛА ПРИ ОКСИМИРОВАНИИ АРИЛИДЕНОВЫХ КЕТОНОВ

Взаимодействие α,β -непредельных карбонильных соединений с азотсодержащими нуклеофилами приводит к разным продуктам гетероциклизации [1]. Нами обнаружено, что взаимодействие арилиденкетон (Ia,б) с гидроксиламином в водно-метанольной среде (в присутствии NaOH) неожиданно приводит не к соответствующим изоксазолинам, а к 3-оксиизоксазолидинам IIa,б, структура которых следует из данных элементного анализа, ИК, ПМР и масс-спектрометрии.



В масс-спектре присутствуют пики молекулярного иона M^+ (1...2%) и пики ионов, характеризующие фрагментацию M^+ . В ИК спектре отсутствуют полосы поглощения группы C=N в области 1610...1670 cm^{-1} ; группы OH и NH проявляются в виде широкой полосы при 3100...3400 cm^{-1} . В спектрах ПМР наблюдается удвоенный набор сигналов ABX протонов 5-членного цикла, указывающий на то, что он представляет смесь диастереомеров. По-видимому, образование продуктов II происходит через стадию присоединения H_2NO^- -нуклеофила по двойной связи кетона I и дальнейшего

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. — P. 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.

