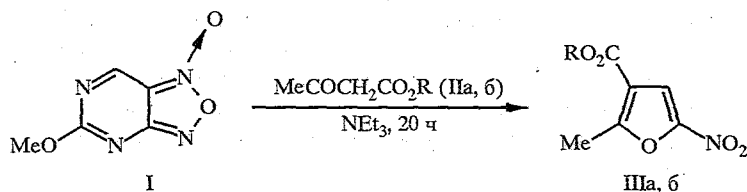


дина (I) с метил-(IIa) или этилацетоацетатом (IIб) в хлористом метиле в присутствии пятикратного избытка триэтиламина образуются эфиры 2-метил-5-нитро-3-фуранкарбоновой кислоты IIIa,б соответственно.



II, III a R = Me, б R = Et

Механизм и границы применения этой реакции требуют дальнейшего изучения.

Спектры ЯМР снимали в CDCl_3 , ИК спектры — в таблетках KBr, УФ спектры — в этаноле.

Метилловый эфир 2-метил-5-нитро-3-фуранкарбоновой кислоты (IIIa). Выход 52%. $T_{\text{пл}}$ 56...57 °C (гексан). ИК спектр (KBr): 1730 (CO сл. эфир), 1510, 1360 cm^{-1} (NO_2). УФ спектр (в этаноле), λ_{max} (lg ϵ): 307 нм (4,01). Спектр ПМР (CDCl_3): 2,74 (3H, с, OCH_3); 3,90 (3H, с, OCH_3); 7,54 м. д. (1H, с, 4-H). Найдено, %: C 45,6; H 3,8; N 7,6. $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_5$. Вычислено, %: C 45,4; H 3,8; N 7,6.

Этиловый эфир 2-метил-5-нитро-3-фуранкарбоновой кислоты (IIIб). Выход 59%. $T_{\text{пл}}$ 52...54 °C (гексан). Лит. $T_{\text{пл}}$ 52,5 °C [3]. ИК спектр (KBr): 1730 (CO сл. эфир), 1535, 1355 cm^{-1} (NO_2). УФ спектр (в этаноле), λ_{max} (lg ϵ): 307 нм (4,01). Спектр ПМР (CDCl_3): 1,39 (3H, т, OCH_2CH_3); 2,73 (3H, с, CH_3); 4,35 (2H, кв, OCH_2); 7,55 м. д. (1H, с, 4-H). Спектр ЯМР ^{13}C : 14,11 (OCH_2CH_3); 14,19 (CH_3); 61,26 (CH_2); 111,83 ($\text{C}_{(4)}$); 116,96 ($\text{C}_{(3)}$); 150,06 ($\text{C}_{(5)}$); 161,28 (C=O); 161,61 ($\text{C}_{(2)}$). Найдено, %: C 48,4; H 4,5; N 7,0. $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_5$. Вычислено, %: C 48,2; H 4,5; N 7,0.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хмельницкий Л. И., Новиков С. С., Годовикова Т. И. // Химия фурансанов (реакции и применение). — М.: Наука, 1983. — С. 312.
2. Binder D., Noe C. R., Prager B. C., Turnovsky F. // *Arzneimitt.-Forsch.* — 1983. — Bd 33. — S. 803.
3. Gilman H., Burtner R. R. // *Iowa St. Coll. J. Sci.* — 1931. — N 5. — P. 189; C. A. — Vol. 26. — 451¹.

Г. Я. Ременников

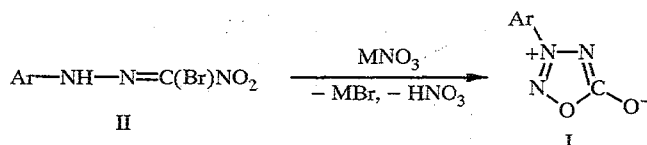
Институт биоорганической химии
и нефтехимии НАН Украины, Киев 253660
ХГС. — 1997. — № 7. — С. 1001

Поступило в редакцию 02.04.97

СИНТЕЗ МЕЗОИОННЫХ 3-АРИЛ- И 3-ГЕТАРИЛ-1,2,3,4-ОКСАТРИАЗОЛОНОВ-5

Мезоионные 3-R-1,2,3,4-оксатриазолон-5-(3-R-1,2,3,4-оксатриазолий-олаты-5, 3-R-азасидноны) представляют значительный интерес благодаря их антигипертензивной активности [1]. Однако существующий набор 3-арилазасиднонов (I) довольно ограничен. Так, до сих пор не известны 3-гетарилазасидноны. Нами найден метод синтеза I, заключающийся во взаимодействии N-арилгидразонов бромнитроформальдегида (II) с нитратами щелочных металлов или аммония в ДМФА или ацетонитриле (при -20 °C в течение нескольких часов). В работе [2] сообщалось, что при

взаимодействии гидразонов II ($\text{Ar} = \text{C}_6\text{H}_5$ и его замещенные) с NaNO_3 в ДМФА образуются продукты замещения атома брома на нитратную группировку, однако нами такие соединения ни в одном случае не были обнаружены. Метод позволяет получать не только описанные в литературе [1, 3] соединения I с разнообразными арильными (C_6H_5 , $n\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4$, $m\text{-CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4$, $n\text{-BrC}_6\text{H}_4$, $n\text{-F}$, p - и $m\text{-NO}_2\text{C}_6\text{H}_4$) заместителями, но и гетарилсидноны. Последнее показано на примерах 3-(4-нитропиразолил-3)азасиднона (Ia) и 3-(1,2,4-триазолил-3)азасиднона (Iб).



Спектральные признаки, позволяющие надежно идентифицировать I: в ИК спектре очень сильная полоса (обычно в виде дублета) $\sim 1800 \text{ см}^{-1}$ ($\text{C}=\text{O}^-$), в спектре ЯМР ^{17}O характерный узкий сигнал с химическими сдвигами (от H_2O) ~ 220 м. д. ($\text{C}=\text{O}^-$), а также уширенный сигнал $\sim 360\text{--}370$ м. д. ($\text{O}_{\text{цикл}}$), в масс-спектре наблюдается сигнал фрагмента $[\text{M}-\text{NO}]^+$.

Ia: $T_{\text{пл}} 176\text{--}178^\circ\text{C}$ (разл.), выход 93%, ИК спектр (прес. КВг, см^{-1}): 1345, 1540 (NO_2), 1790 ($\text{C}=\text{O}^-$), 3300 (NH); ЯМР ^1H (ацетон- D_6): 9,15 м. д. (с, $\text{C}(5')\text{—H}$); ЯМР ^{13}C (ацетон- D_6): 129,19 (с, $\text{C}(4')$); 133,16 (д, 203,3 Гц, $\text{C}(5')$); 136,35 (с, $\text{C}(3')$); 165,93 м. д. (с, $\text{C}=\text{O}^-$); ЯМР ^{14}N (ацетон- D_6 , от CH_3NO_2): -23,03 ($\text{C}(4')\text{—NO}_2$); -83,03 м. д. (N^3); ЯМР ^{17}O (CD_3CN , от H_2O): 225,2 ($\text{C}=\text{O}^-$); 369,6 ($\text{O}_{\text{цикл}}$); 597,9 м. д. (NO_2). Найдено, %: C 24,5; H 1,2; N 42,1. $\text{C}_4\text{H}_2\text{N}_6\text{O}_4$. Вычислено, %: C 24,2; H 1,0; N 42,4. Iб: $T_{\text{пл}} 182^\circ\text{C}$ (разл.), выход 73%. ИК спектр (прес. КВг, см^{-1}): 1815 ($\text{C}=\text{O}^-$); 3300 (NH); ЯМР ^1H (ДМСО- D_6): 9,00 м. д. (с, CH); ЯМР ^{17}O (CD_3CN , от H_2O): 221,0 ($\text{C}=\text{O}^-$); 363,9 м. д. ($\text{O}_{\text{цикл}}$). Найдено, %: C 24,02; H 1,48; N 54,38. $\text{C}_3\text{H}_2\text{N}_6\text{O}_2$. Вычислено, %: C 23,38; H 1,30; N 54,55.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lund M. O., Kier L. B., Glennon R. A., Egle J. L. // J. Med. Chem. — 1982. — Vol. 25. — P. 1503.
2. Дыченко А. И., Пелькис П. С. // Укр. хим. ж. — 1979. — Т. 45, № 5. — С. 451.
3. Мартынова М. Н., Певзнер М. С., Сморого Н. А., Серебрякова Н. М. // ХГС. — 1981. — № 12. — С. 1682.

С. А. Шевелев, И. Л. Далингер,
В. И. Гулевская, Т. И. Черкасова

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

Поступило в редакцию 24.03.97

ХГС. — 1997. — № 7. — С. 1002

СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ 7,8,9,10-ТЕТРАГИДРОБЕНЗТИАЗОЛО[2,3-*i*]ПУРИНА

В развитие работы [1] мы осуществили синтез первого представителя новой тетрациклической системы с общим атомом азота — 7,8,9,10-тетрагидробензтиазоло[2,3-*i*]пурина (II).

Синтез соединения II состоит из двух стадий. Реакцией 6-пуринтиона с 2-бромциклогексанолом получен 6-(2-оксоциклогексил)тиопурин (I) [2], дегидратация которого под действием водоотнимающих средств, например POCl_3 (кипячение в течение 4 ч), приводит к соединению II.