

В ИК спектрах соединений Va—в имеются полосы поглощения при 708...712 (C—S), 1522...1540 (C=N), 3502...3515 и 3370...3385 cm^{-1} (NH_2). Присутствие широких полос ассоциированной группы OH в области 3240...3258 cm^{-1} позволяет предположить наличие внутримолекулярной водородной связи типа OH...N. Уменьшение концентрации раствора соединения Va в хлороформе $5 \cdot 10^{-4}$ моль/л не приводит к изменению относительной интенсивности полосы OH, что указывает на отсутствие межмолекулярных ассоциаций [5].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записаны на приборе UR-75 в таблетках KBr или в растворе хлороформа, спектры ЯМР ^{13}C — на спектрометре FX-90 Q (22,49 МГц) в CDCl_3 или DMCO-D_6 с TMS в качестве внутреннего стандарта. УФ спектры получены на спектрофотометре Specord M-40 Carl Zeiss (в этаноле). Масс-спектры сняты на масс-спектрометрах MX-1303 с прямым вводом образца в ионный источник (ионизирующее напряжение 30 эВ).

2-Анилино-7-гидрокси-7-метил-5-фенил-6Н-1,3,4-тиадиазепин (Va). К раствору 0,72 г (5 ммоль) 1-фенил-2-ацетилацетилену и 0,84 г (5 ммоль) 4-фенилтиосемикарбазида в 40 мл сухого метанола при интенсивном перемешивании добавляют 2 мл ледяной уксусной кислоты и смесь перемешивают при 20 °С в течение 1 ч. Раствор охлаждают до 0 °С, выпавший осадок отфильтровывают, промывают на фильтре многократно холодной водой, холодным метанолом и сушат в вакууме. Выход 1,12 г (72% в расчете на кетон). Светло-желтые кристаллы с $T_{\text{пл}}$ 107...108 °С, растворимые в DMCO , ДМФА, спирте, ацетоне, хлороформе и не растворимые в воде и эфире. ИК спектр: 3260, 3342, 1605, 1573 cm^{-1} . Спектр ЯМР ^{13}C (DMCO-D_6): 173,31 ($\text{C}_{(5)}$), 152,62 ($\text{C}_{(2)}$), 137,72, 128,43, 126,20, 125,48 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}$), 131,06, 130,53, 128,89, 126,78 (фенил у $\text{C}_{(5)}$), 152,62 ($\text{C}_{(2)}$), 94,87 ($\text{C}_{(7)}$), 48,88 ($\text{C}_{(6)}$), 27,69 м. д. (CH_3). Найдено, %: С 65,70, Н 5,50, N 13,48, S 10,31. $\text{C}_{17}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{OS}$. Вычислено, %: С 65,59, Н 5,46, N 13,50, S 10,29.

2-Анилино-7-гидрокси-5,7-дифенил-6Н-1,3,4-тиадиазепин (Vб). Получают аналогично соединению Va из 1,03 г (5 ммоль) 1-бензоил-2-фенилацетилену и 0,84 г (5 ммоль) 4-фенилтиосемикарбазида. Выход 1,62 г (86%). Белые кристаллы с $T_{\text{пл}}$ 166...167 °С. ИК спектр: 3340, 3240, 1593, 1573 cm^{-1} . Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3): 173,57 ($\text{C}_{(5)}$), 152,30 ($\text{C}_{(2)}$), 137,74, 124,92, 128,70, 126,03 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}$), 131,17, 130,45, 128,96, 128,70 (фенил у $\text{C}_{(5)}$), 144,37, 127,92, 126,88, 124,08 (фенил у $\text{C}_{(7)}$), 96,05 ($\text{C}_{(7)}$), 51,50 м. д. (CH_3). УФ спектр, λ_{max} ($\lg \epsilon$): 322 (4,46), 225 нм (4,35). Масс-спектр, m/z : 373 (M^+), 280, 254, 220, 135, 105, 93, 77. Найдено, %: С 70,74, Н 5,05, N 10,94, S 8,65. $\text{C}_{22}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{OS}$. Вычислено, %: С 70,79, Н 5,09, N 11,26, S 8,58.

2-Анилино-7-гидрокси-7-(тиенил-2)-5-фенил-6Н-1,3,4-тиадиазепин (Vв). Получают аналогично соединению Va из 1,06 г (5 ммоль) 1-фенил-2-тиеноилацетилену (Iв) и 0,84 г (5 ммоль) 4-фенилтиосемикарбазида. Выход 1,54 г (81%). Светло-желтые кристаллы с $T_{\text{пл}}$ 170...171 °С. ИК спектр: 3340, 3245, 1595, 1573 cm^{-1} . УФ спектр, λ_{max} ($\lg \epsilon$): 314 (4,38), 244 (4,14), 225 нм (4,23). Масс-спектр, m/z : 379 (M^+), 286, 254, 226, 135, 111, 93, 83, 77. Найдено, %: С 63,23, Н 4,45, N 11,07, S 16,75. $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{OS}_2$. Вычислено, %: С 63,32, Н 4,48, N 11,08, S 16,88.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hendrickson J. B., Ress R., Templeton J. E. // J. Amer. Chem. Soc. — 1964. — Vol. 86. — P. 107.
2. Lown J. W., Ma J. C. N. // Canad. J. Chem. — 1967. — Vol. 45. — P. 953.
3. Нахманович А. С., Глотова Т. Е., Сигалов М. В., Витковский В. Ю. // ХГС. — 1984. — №5. — С. 703.
4. Глотова Т. Е., Нахманович А. С., Романенко Л. С., Сигалов М. В. // Изв. АН. Сер. хим. — 1992. — № 8. — С. 1843.
5. Глотова Т. Е., Нахманович А. С., Сигалов М. В., Комарова Т. Н. // Изв. АН СССР. Сер. хим. — 1987. — № 1. — С. 216.
6. Foster A. B., Heines A. N., Stucky M. // Tetrahedron. — 1961. — Vol. 16. — P. 177.