

ОБРАЗОВАНИЕ 5-МЕТИЛТИО-1,3,4-ОКСАДИАЗОЛОВ В УСЛОВИЯХ РЕАКЦИИ ХОГГАРТА

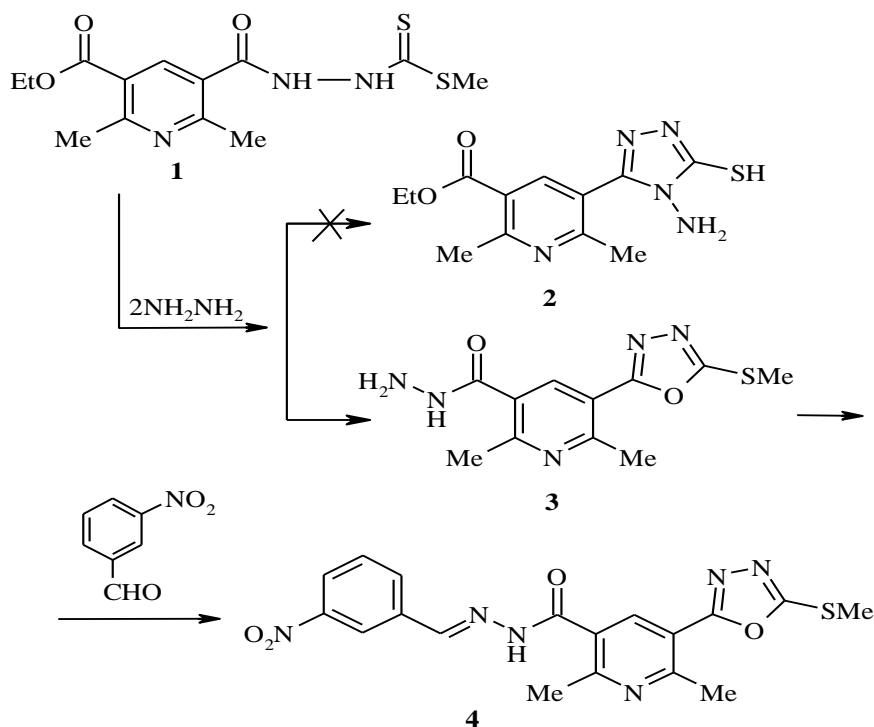
Ключевые слова: гидразид, 1,3,4-оксадиазол, 1,2,4-триазол, реакция Хоггарта.

Тиозфиры ароилдитиокарбазинových кислот реагируют с гидразингидратом с образованием 4-амино-5-меркапто-3-арил-1,2,4-триазолов [1]. Мы установили, что кипячение метилового эфира 2,6-диметил-5-(N-метил-сульфанилтиокарбогидразинокрбонил)никотиновой кислоты (**1**) с двукратным избытком гидразингидрата в 2-пропанолe в течение 6 ч приводит к образованию не ожидаемого N-аминотриазола **2**, а гидразиду 2,6-димерил-5-(5-метилсульфанил[1,3,4]оксадиазол-2-ил)никотиновой кислоты (**3**), структура которого подтверждена образованием гидразона **4** при нагревании со спиртовым раствором *m*-нитробензальдегида.

Можно предположить, что образование 1,3,4-оксадиазольного цикла протекает как циклизация ацилдитиокарбазинового фрагмента в щелочных условиях, а гидразинолизу подвергается сложноэфирная группа.

Спектры ЯМР ^1H зарегистрированы на приборе Varian VXR-300 (300 МГц) в DMSO-d_6 , внутренний стандарт ТМС.

Гидразид 2,6-димерил-5-(5-метилсульфанил[1,3,4]оксадиазол-2-ил)никотиновой кислоты (3). К раствору 0.29 г (1 ммоль) соединения **1** в 10 мл изопропилового спирта добавляют 0.5 мл 64% гидразингидрата и кипятят 6 ч. Выпавший осадок отфильтровывают и кристаллизуют из смеси гексан-этанол, 1 : 1. Выход 0.24 г (85%), т. пл. 221–222 °С (из этанола). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 2.57 (3H, с, SCH_3); 2.78 (3H, с, 2,6- CH_3); 2.80 (3H, с, 2,6- CH_3); 4.58 (2H, с, NH_2); 8.11 (1H, с, Py); 9.68 (1H, с, NH). Найдено, %: С 47.32; Н 4.67; N 25.11. $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_5\text{O}_2\text{S}$. Вычислено, %: С 47.27; Н 4.70; N 25.07.



3-Нитробензальгидразид 2,6-димерил-5-(5-метилсульфанил[1,3,4]оксадиазол-2-ил)никотиновой кислоты (4). К раствору 0.5 г (1.79 ммоль) соединения **3** в 25 мл спирта добавляют 0.27 г (1.79 ммоль) *m*-нитробензальдегида. Реакционную смесь кипятят 30 мин, выпавший осадок отфильтровывают и кристаллизуют из ДМФА. Выход 0.66 г (90%), т. пл. 196–197 °С. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 2.64 (3H, с, SCH_3); 2.85 (6H, с, 2,6- CH_3); 7.50–8.45 (5H, м, $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}$); 8.62 (1H, с, Py); 12.25 (1H, с, NH). Найдено, %: С 52.33; Н 4.43; N 20.29. $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{N}_6\text{O}_4\text{S}$. Вычислено, %: С 52.39; Н 3.92; N 20.38.

1. E. Hoggarth, *J. Chem. Soc.*, 4811 (1952).

*Е. Ю. Нестерова**, *М. В. Воевудский^а*

Поступило 26.03.2009

Днепропетровский национальный университет,
Днепропетровск 49050, Украина
e-mail: len@nesterov.in.dp.ua

^а*Украинский государственный химико-технологический университет, Днепропетровск 49005, Украина*
e-mail: voevudskiy@ukr.net

ХГС. – 2009. – № 6. – С. 934