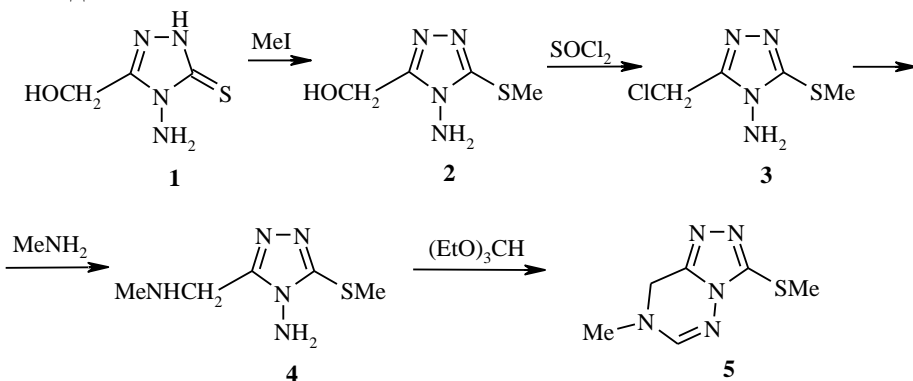


## СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ: 7-МЕТИЛ-3-МЕТИЛТИО-7,8-ДИГИДРО[1,2,4]ТРИАЗОЛО[3,4-*f*][1,2,4]- ТРИАЗИНА

**Ключевые слова:** 7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[3,4-*f*][1,2,4]триазин, 4-амино-3-хлорметил-5-метилтио-4Н-1,2,4-триазол, 4-амино-3-метиламинометил-5-метилтио-4Н-1,2,4-триазол, конденсация.

В ходе исследования триазолов и родственных им конденсированных гетероциклов [1] синтезирован 7-метил-3-метилтио-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[3,4-*f*][1,2,4]триазин (5), представляющий собой ранее неизвестную гетероциклическую систему. Полученный метилированием тиона 1 аминоспирт 2 превращен в хлорпроизводное 3, а затем в метиламинопроизводное 4. Конденсацией последнего с этилортоформиатом получено соединение 5. В его ИК спектре отсутствовали полосы колебания аминогрупп, а в спектре ЯМР <sup>1</sup>H наблюдался сигнал метинового протона при 7.11 м. д.



ИК спектры получены на спектрофотометре FT-IR Spectrum BX II (Perkin-Elmer) в нуйоле, а спектры ЯМР – на приборе Tesla BS-587A (80 МГц) в ДМСО-*d*<sub>6</sub>, внутренний стандарт ТМС.

**4-Амино-5-метилтио-4Н-1,2,4-триазол-3-илметанол (2).** В 50 мл метанола растворяют 0.5 г (22 ммоль) натрия, затем 3 г (21 ммоль) тиона 1 [1] и 1.3 мл (22 ммоль) иод-метана, кипятят 1.5 ч, нейтрализуют уксусной кислотой, упаривают досуха, остаток растирают с 20 мл горячего толуола, толуол сливают, охлаждают, осадок перекристаллизовывают из 2-пропанола и получают 1.2 г (37%) соединения 2, т. пл. 135–138 °С. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3378, 3290 (NH<sub>2</sub>), 3083 (OH). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д.: 2.58 (3H, с, SCH<sub>3</sub>); 4.56 (2H, с, CH<sub>2</sub>); 5.42 (1H, с, OH); 5.86 (2H, с, NH<sub>2</sub>). Найдено, %: С 30.28; Н 4.91; N 34.88. С<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N<sub>4</sub>OS. Вычислено, %: С 29.99; Н 5.03; N 34.97.

**4-Амино-5-метилтио-3-хлорметил-4Н-1,2,4-триазол (3).** Раствор 0.15 г (0.94 ммоль) соединения 2 в 10 мл хлористого тионила выдерживают 30 мин при 20 °С, упаривают в вакууме без нагревания, сухой остаток перекристаллизовывают из 2-пропанола и получают 0.1 г (60%) соединения 3, т. пл. 130–133 °С. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3303, 3126 (NH<sub>2</sub>). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д.: 2.68 (3H, с, SCH<sub>3</sub>); 4.82 (2H, с, CH<sub>2</sub>); 7.88 (2H, ш. с, NH<sub>2</sub>). Найдено, %: С 26.48; Н 4.21; N 31.58. С<sub>4</sub>H<sub>7</sub>ClN<sub>4</sub>S. Вычислено, %: С 26.89; Н 3.95; N 31.36.

**4-Амино-3-метиламинометил-5-метилтио-4Н-1,2,4-триазол-4-амин (4).** Раствор 0.8 г (4.5 ммоль) 5-метилтио-3-хлорметил-4Н-1,2,4-триазол-4-амин 2 и 0.42 г (13.5 ммоль) метиламина в 30 мл метанола кипятят 1.5 ч, растворитель упаривают в вакууме и получают сырой маслообразный продукт 4. Хлороформный раствор соединения 4 промывают водой. ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 3365, 3318, 3220 (NH, NH<sub>2</sub>). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д.: 2.70 (3H, с, SCH<sub>3</sub>); 3.98 (2H, с, CH<sub>2</sub>); 4.22 (2H, с, NH<sub>2</sub>).

**7-Метил-3-метилтио-7,8-дигидро[1,2,4]триазоло[3,4-*f*][1,2,4]триазин (5).** Неочищенное соединение 4 из предыдущей реакции и 5 мл этилортоформиата нагревают 1 ч при температуре 130 °С, охлаждают, отфильтровывают, перекристаллизовывают из 2-пропанола и получают 0.75 г (75% от соединения 3) соединения 5, т. пл. 234–235 °С. Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д.: 2.67 (3H, с, SCH<sub>3</sub>); 3.08 (3H, с, NCH<sub>3</sub>); 4.66 (2H, с, CH<sub>2</sub>); 7.11 (1H, с, CH). Найдено, %: С 39.28; Н 5.26; N 38.35. С<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>5</sub>S. Вычислено, %: С 39.33; Н 4.95; N 38.22.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Л. Лабанаускас, В. Бучинскайте, А. Брукштус, Г. Урбалис, *XTC*, 948 (2003)
2. W. L. Albrecht, D. W. Jones, Пат. США 4230715; *Chem. Abstr.*, **94**, 121552f (1981).

Л. Лабанаускас, В. Бучинскайте, Д. Бучите, А. Брукштус

*Вильнюсский университет,  
Кафедра органической химии,  
Вильнюс 2006, Литва  
e-mail: linas.labanauskas@chf.vu.lt*

*Поступило в редакцию 13.10.2003*

ХГС. – 2004. – № 1. – С. 130

---