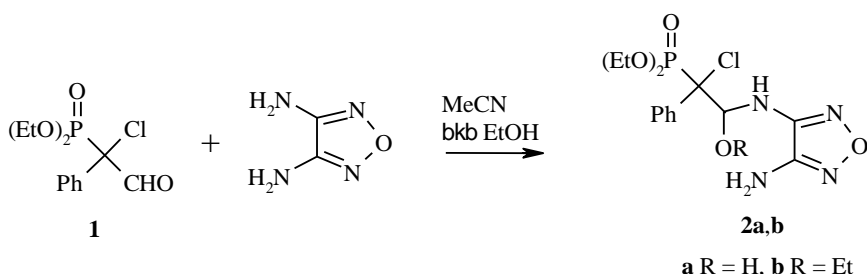


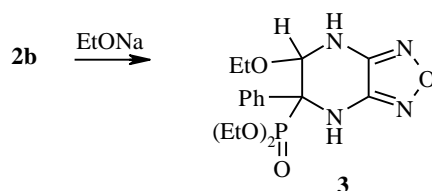
3,4,5,6-ТЕТРАГИДРО-4-ДИЭТОКСИФОСФОРИЛ-4-ФЕНИЛ-5-ЭТОКСИДИАЗИНО[2,3-с]ФУРАЗАН

Ключевые слова: диазино[2,3-с]фуразан, 3,4-диаминофуразан, фосфо-рилфенилхлоруксусный альдегид.

В развитие работ по синтезу С-фосфорилированных гетероциклических соединений [1, 2] на основе реакций фосфорилзамещенных уксусных альдегидов с полифункциональными нуклеофильными реагентами нами изучено взаимодействие хлоральдегида **1** с 3,4-диаминофуразаном. При проведении этой реакции в ацетонитриле образуется гидроксисоединение **2a**, а в этиловом спирте – этоксизамещенное соединение **2b** полуами-нальной природы.



Реакцией продукта **2b** с этилатом натрия в этиловом спирте с высоким выходом получено конденсированное гетероциклическое соединение **3** – первый представитель фосфорилированных диазино[2,3-с]фуразанов [3].



Строение гетероцикла **3** доказано методами ИК, ЯМР ^1H и ^{31}P спектро-скопии. В спектре ЯМР ^{31}P соединения **3** присутствие двух сигналов в области 20.83 и 20.91 м. д. показывает наличие двух диастереомеров.

Диэтиловый эфир 1-фенил-1-хлор-2-гидрокси-2-(4-аминофуразанил-3)аминоэтил-фосфорной кислоты (2a). Смесь 5.81 г (20 ммоль) альдегида **1** и 2 г (20 ммоль) фуразана в 30 мл ацетонитрила кипятят 12 ч. Растворитель упаривают, в остаток добавляют 10 мл смеси эфир–спирт, 1:1. Выпавшие кристаллы соединения **2a** отфильтровывают, перекристаллизовывают из спирта. Выход 6.48 г (83%). Т. пл. 152–153 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1280, 1650, 3100, 3250, 3340. Спектр ЯМР ^{31}P , δ , м. д.: 15.0. Спектр ЯМР ^1H ($(\text{CD}_3)_2\text{CO}$), δ , м. д., J (Гц): 1.10 (6H, д. т, 2CH₃); 3.90 (4H, м, 2OCH₂); 5.50 (1H, д, $^3J_{\text{PH}} = 5$, OCH); 6.00 (2H, уш. с, NH₂); 7.25 (3H, м, Ph); 7.60 (2H, м, Ph); 10.30 (1H, уш. с, OH); 11.50 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Cl 9.18; N 14.47; P 7.98. C₁₄H₂₀ClN₄O₅P. Вычислено, %: Cl 9.09; N 14.34; P 7.94.

Аналогичным образом в этиловом спирте из 5.81 (20 ммоль) альдегида **1** и 2 г (20 ммоль) 3,4-диаминофуразана получают 6.7 г (80%) **диэтилового эфира 1-фенил-1-хлор-2-этокси-2-(4-аминофуразанил-3)аминоэтилфосфорной кислоты (2b)**. Т. пл. 158–159 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1285, 1640, 3100, 3250. Спектр ЯМР ^{31}P , δ , м. д.: 15.15; 15.20. Спектр ЯМР ^1H ($(\text{CD}_3)_2\text{CO}$), δ , м. д., J (Гц): 1.00 (9H, д. т, 3CH₃); 3.75 (4H, м, 2OCH₂); 4.00 (2H, к, OCH₂); 5.75 (1H, д, $^3J_{\text{PH}} = 5$, OCH); 6.10 (2H, уш. с, NH₂); 7.30 (3H, м, Ph); 7.80 (2H, м, Ph); 11.70 (1H, уш. с, NH). Найдено, %: Cl 8.57; N 13.44; P 7.55. C₁₆H₂₄ClN₄O₅P. Вычислено, %: Cl 8.48; N 13.38; P 7.41.

3,4,5,6-Тетрагидро-4-диэтоксифосфорил-4-фенил-5-этоксидиазино[2,3-с]фуразан (3). Растворяют 0.23 г (10 ммоль) металлического натрия в 20 мл этилового спирта и по каплям добавляют раствор 4.19 г (10 ммоль) соединения **2b** в 10 мл спирта при температуре 50 °С. Затем реакционную смесь кипятят 8 ч. Растворитель упаривают, к остатку добавляют 15 мл эфира, осадок (NaCl) отфильтровывают, а фильтрат упаривают в вакууме. Выпавшие кристаллы соединения **3** перекристаллизовывают из ацетона. Выход 2.9 г (76%). Т. пл. 150–151 °С. ИК спектр, ν , см^{-1} : 1280, 1620, 3250. Спектр ЯМР ^{31}P , δ , м. д.: 20.83; 20.91. Спектр ЯМР ^1H ($(\text{CD}_3)_2\text{SO}$), δ , м. д.: 1.15 (9H, д. т, 3CH₃); 3.80 (4H, м, 2OCH₂); 4.10 (2H, к, OCH₂); 5.00 (1H, д. т, OCH); 7.35 (3H, м, Ph); 7.50 (2H, м, Ph); 12.38 (2H, уш. с, 2NH). Найдено, %: N 14.34; P 8.22. C₁₆H₂₃N₄O₅P. Вычислено, %: N 14.66; P 8.12.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ф. И. Гусейнов, Х. А. Асадов, *Тез. IX Всерос. науч. конф. "Карбонильные соединения в синтезе гетероциклов"*, Саратов, 2000, 78.

2. Ф. И. Гусейнов, Х. А. Асадов, Р. Н. Бурангулова, В. В. Москва, *ХГС*, ... (2001).
3. А. Б. Шереметев, *Успехи химии*, **68**, 154 (1999).

Ф. И. Гусейнов, Х. А. Асадов, Р. Н. Бурангулова, В. В. Москва

*Казанский государственный
технологический университет,
Казань 420015, Россия
e-mail: eltos @ Kai. Ru*

Поступило в редакцию 27.02. 2001

ХГС. – 2001. – № 8. – С. 1140