

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Харченко В. Г., Чалая С. Н. Тиопираны, соли тиопирилия и родственные соединения. — Саратов: Изд-во Сарат. ун-та, 1987. — 60 с.
2. Древки Б. И., Фоменко Л. А., Смушкин М. И., Жуков О. И., Древки Е. В., Харченко В. Г. // ХГС. — 1994. — № 4. — С. 569.
3. Общая органическая химия / Под ред. Д. Бартона. — М.: Химия, 1984. — Т. 4. — С. 670.
4. А. с. 1167184 СССР / Харченко В. Г., Древки Б. И. // Б. И. — 1985. — № 26.

Б. И. Древки, М. А. Сучков, В. Г. Харченко

Саратовский государственный университет,
Саратов 410026, Россия

Поступило в редакцию 26.05.98

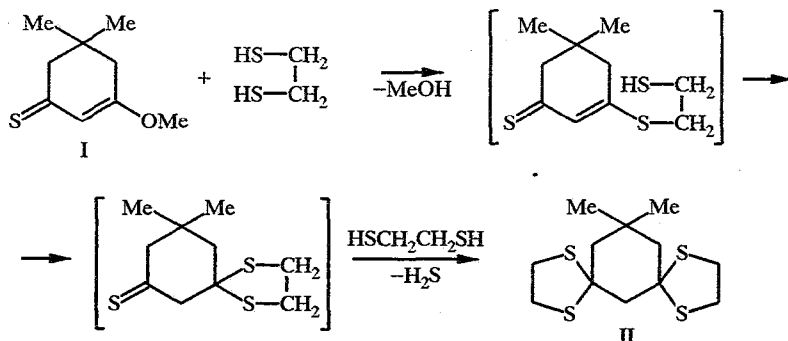
ХГС. — 1998. — №6 — С.842

ОБРАЗОВАНИЕ ДИСПИРО[БИС(1,3-ДИТИОЛАН)]-1,2';3,2'-(5,5-ДИМЕТИЛ- ЦИКЛОГЕКСАНА) ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ 3-МЕТОКСИ-5,5-ДИМЕТИЛ-2-ЦИКЛОГЕКСЕН-1-ТИОНА С 1,2-ЭТАНДИТИОЛОМ

Синтезированные нами 3-гетерозамещенные 2-циклогексен-1-тиона легко реагируют с нуклеофильными партнерами по связи C^3 — гетерозаместитель (AlkO, AlkS, Cl). Так, их аминолиз явился универсальным методом синтеза 3-амино-2-циклогексен-1-тионов [1], а гидротиолиз позволил получить дитиоаналог димедона [2].

В настоящей работе мы сообщаем о взаимодействии 3-метокси-5,5-диметил-2-циклогексен-1-тиона (I) с S,S-бинуклеофилом-1,2-этандитиолом. Оказалось, что в этом случае в молекуле тиокетона I затрагиваются два реакционных центра и образуется ранее не известный диспиро[бис(1,3-дителиолан)]-1,2';3,2'-(5,5-диметилциклогексан) (II). Первой стадией реакции должно быть замещение группы MeO, а уже затем присоединение реагента к связи C=S. В противном случае подвижность метоксигруппы была бы значительно ослаблена вследствие нарушения системы сопряжения.

Диспиро[бис(1,3-дителиолан)]-1,2';3,2'-(5,5-диметилциклогексан) (II). Раствор 1,0 г (0,006 моль) тиокетона I, 1,7 г (0,018 моль) 1,2-этандитиола и 0,05 г *n*-толуолсульфокислоты в 10 мл абсолютного метанола оставляют на 7 дней в атмосфере аргона без доступа света. Образовавшиеся бесцветные кристаллы соединения II отфильтровывают, промывают метанолом. Выход 1,2 г (70%). $T_{пл}$ 162...164 °C (из пропанола-1). Спектр НМР (CDCl₃): 1,08 (6H, с, два Me);



1,90 (4H, с, 4- и 6-CH₂); 2,63 (2H, с, 2-CH₂); 3,25 м. д. (8H, с, 4CH₂-S). Найдено, %: С 48,96; Н 6,90; S 43,59. С₁₂H₂₀S₄. Вычислено, %: С 49,31; Н 6,85; S 43,84.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Тимохина Л. В., Усов В. А., Цетлин Я. С., Цетлина Е. О., Воронков М. Г. // ЖОрХ. — 1979. — Т. 15. — С. 82.
2. Усов В. А., Тимохина Л. В., Лавлинская Л. И., Воронков М. Г. // ЖОрХ. — 1979. — Т. 15. — С. 2598.

Л. В. Тимохина, Г. М. Панова, М. Г. Воронков

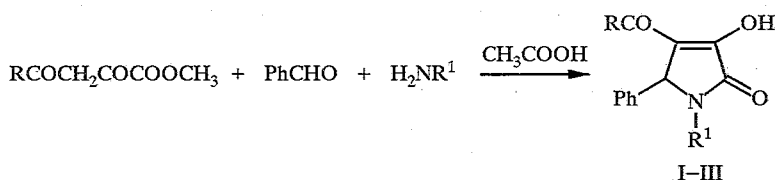
Иркутский институт химии СО РАН,
Иркутск 664033, Россия

Поступило в редакцию 22.04.98

ХГС. — 1998. — № 6. — С. 843

ПРОСТОЙ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫЙ СИНТЕЗ 4-АЦИЛ-5-ФЕНИЛ-1-(2-ГЕТЕРИЛ)-3-ГИДРОКСИ- 3-ПИРРОЛИН-2-ОНОВ

Нами было обнаружено, что при кратковременном нагревании смеси эквимольных количеств метилового эфира ацилпировиноградной кислоты, ароматического альдегида и гетериламина (2-аминопиридина или 2-аминотиазола) в ледяной уксусной кислоте с высоким выходом образуются 4-ацил-5-фенил-1-(2-гетерил)-3-гидрокси-3-пирролин-2-оны (I—III). Таким образом, впервые получены 4,5-дизамещенные 3-гидрокси-3-пирролин-2-оны, содержащие гетероциклический заместитель в положении 1, дающие возможность формировать конденсированные гетероциклические системы, представляющие интерес в плане поиска биологически активных веществ.



I R = Ph; R¹ = 2-pyridyl; II R = Me; R¹ = 2-pyridyl; III R = Ph; R¹ = 2-thiazolyl

Соединения I—III представляют собой бесцветные кристаллические вещества, ограниченно растворимые в уксусной кислоте, диоксане, этаноле, ДМСО, ДМФА. Они дают вишневое окрашивание со спиртовым раствором хлорида железа (III). В их спектрах ПМР присутствует синглет протона в положении 5 гетероцикла при 6,36...6,73 м. д. и мультиплет ароматических протонов в области 7,46...8,2 м. д. В спектре ПМР соединения II присутствует синглет метильной группы ацетильного заместителя при 2,43 м. д.

4-Бензоил-5-фенил-3-гидрокси-1-(2-пиридил)-3-пирролин-2-он (I). К смеси 5 ммоль бензальдегида и 5 ммоль 2-аминопиридина в 2 мл ледяной уксусной кислоты добавляют 5 ммоль метилового эфира бензоилпировиноградной кислоты. Реакционную смесь кипятят 30 мин, охлаждают. Выпавшие кристаллы отфильтровывают. T_{пл} 226,5...227,0 °C (CH₃COOH, разл.). Выход 1,06 г (60%). ИК спектр (вазелиновое масло): 3190 (O—H); 1700 (O=C—N); 1690 (C=O); 1640 см⁻¹ (C=C). Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-D₆, ГМДС): 6,36 (1H, с, C(5)H); 7,28...7,46 м. д. (14H,