

В. А. Артемов, В. Л. Иванов, А. В. Кошкарлов,  
А. М. Шестопапов, В. П. Литвинов

## СИНТЕЗ НОВОЙ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКОЙ СИСТЕМЫ — ПИРИДО[3',2' : 4,5]ТИЕНО[2,3-*c*]ЦИННОЛИНОВ

Новые гетероциклические соединения — пиридо[3',2' : 4,5]тиено[2,3-*c*]циннолины были получены в три стадии: алкилирование 3-цианопиридин-2(1H)-тионов *o*-нитробензилбромидом с образованием 2-(*o*-нитробензил)тио-3-цианопиридинов, замыкание тиофенового цикла в последних с образованием 3-амино-2-(*o*-нитрофенил)тиено[2,3-*b*]пиридинов и замыкание пиридазинового цикла при конденсации amino- и нитрогрупп в среде триэтилфосфита, приводящее к конечной гетероциклической системе.

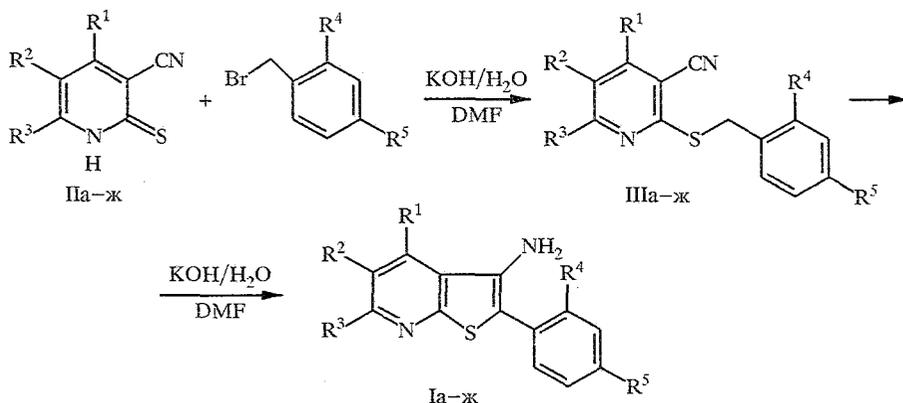
Конденсированные циннолины представляют большой интерес как соединения, обладающие широким спектром практически важных свойств [1]. Основным методом построения таких гетероциклических систем является внутримолекулярная циклизация арилдиазониевых солей [1]. Этот подход был использован для синтеза таких конденсированных гетероциклических систем, как бензо[*c*]циннолины [1, 2] и тиено[2,3-*c*(3,2-*c*)]циннолины [3]. Однако исходные для такого синтеза *o*-арил(тетарил)анилины в большинстве случаев являются труднодоступными соединениями, что ограничивает круг описанных соединений этого класса [1].

В данной работе мы предлагаем новый метод построения циннолинового цикла, состоящий в образовании двойной связи  $-N=N-$  путем взаимодействия групп  $NH_2$  и  $NO_2$  в среде  $P(OEt)_3$ . Межмолекулярные взаимодействия такого рода, приводящие к арилазосоединениям, до настоящего времени не были известны. Для замыкания цикла похожий метод предложен для 2-амино-2'-нитробифенила, который при обработке гидроксидом триметилбензиламмония образует циклическое азоксисоединение — бензо[*c*]циннолиноксид [4, 5].

В качестве исходных соединений для синтеза аннелированных циннолинов нами были выбраны 3-амино-2-(2-нитрофенил)тиено[2,3-*b*]пиридины (Ia—ж, см. схему), до настоящего времени не описанные. Несколько опубликованных работ посвящено синтезу аналогичных соединений ( $R^1, R^2, R^3 = H, Me, R^4 = H, R^5 = NO_2$ ), содержащих 4-нитрофенильный заместитель, циклизацией соответствующих 2-(4-нитробензил)тио-3-цианопиридинов в присутствии этилата натрия в спирте [6—8].

По предложенной нами схеме алкилирование депротонированных 3-циано-1(2H)-пиридинтионов (IIa—ж) 2(или 4)-нитробензилбромидом приводит к бензилтиопиридинам (IIIa—ж). На следующей стадии синтеза происходит депротонирование кислой метиленовой группы соединения III под действием основания (KOH) и последующее замыкание тиофенового цикла по реакции Торпа—Циглера с образованием тиенопиридинов (Ia—ж). Нами показано, что нитрофенильная группа и в данном случае является достаточным акцептором электронов для протекания подобной циклизации. Возможность получения соединений I непосредственно из исходных пиридинтионов II, без выделения промежуточных пиридинов III, не

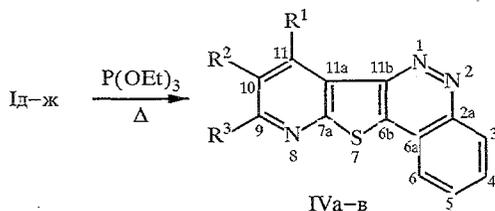
исключается, однако выделение промежуточного продукта желательно для получения целевого тиенопиридина в чистом виде и с хорошим выходом.



I—III a  $\text{R}^1 = \text{R}^2 = \text{R}^4 = \text{H}$ ,  $\text{R}^3 = 2\text{-тиенил (Het)}$ ,  $\text{R}^5 = \text{NO}_2$ ; б  $\text{R}^1 = \text{CF}_3$ ,  $\text{R}^2 = \text{R}^4 = \text{H}$ ,  $\text{R}^3 = \text{Het}$ ,  $\text{R}^5 = \text{NO}_2$ ; в  $\text{R}^1 = \text{R}^4 = \text{H}$ ,  $\text{R}^2 = \text{CN}$ ,  $\text{R}^3 = \text{NH}_2$ ,  $\text{R}^5 = \text{NO}_2$ ; г  $\text{R}^1 = \text{R}^4 = \text{H}$ ,  $\text{R}^2 + \text{R}^3 = (\text{CH}_2)_3$ ,  $\text{R}^5 = \text{NO}_2$ ;  
 д  $\text{R}^1 = \text{R}^2 = \text{CH}_3$ ,  $\text{R}^2 = \text{R}^5 = \text{H}$ ,  $\text{R}^4 = \text{NO}_2$ ; е  $\text{R}^1 = \text{R}^2 = \text{R}^5 = \text{H}$ ,  $\text{R}^3 = \text{Het}$ ,  $\text{R}^4 = \text{NO}_2$ ;  
 ж  $\text{R}^1 = \text{CF}_3$ ,  $\text{R}^2 = \text{R}^5 = \text{H}$ ,  $\text{R}^3 = \text{Het}$ ,  $\text{R}^4 = \text{NO}_2$

Для установления структуры соединений I и III достаточно информативными оказались данные ПМР и ИК спектров. Так, в ИК спектрах пиридинов III имеется полоса поглощения нитрильной группы (3-CN) в области  $2220 \text{ см}^{-1}$ . После замыкания тиофенового цикла и образования соединений I полоса в этой области исчезает и появляется несколько полос поглощения в области  $\sim 3360 \text{ см}^{-1}$ , характерных для группы  $\text{NH}_2$ . Химический сдвиг метиленовой группы в спектрах ПМР пиридинов III также является характерным ( $\sim 4,80$  м. д.). В спектрах соединений I этот сигнал исчезает и появляется сигнал аминогруппы (уширенный синглет в области 4,50...6,00 м. д.).

Синтезированные нами 3-амино-2-(2-нитрофенил)тиено [2,3-*b*]пиридины Id—ж замыкают пиридазиновый цикл при кипячении в триэтилфосфите с образованием пиридо [3',2' : 4,5]тиено [3,2-*c*]циннолинов (IVa—в):



IV a  $\text{R}^1 = \text{R}^3 = \text{Me}$ ,  $\text{R}^2 = \text{H}$ ; б  $\text{R}^1 = \text{R}^2 = \text{H}$ ,  $\text{R}^3 = \text{Het}$ ;  
 в  $\text{R}^1 = \text{CF}_3$ ,  $\text{R}^2 = \text{H}$ ,  $\text{R}^3 = \text{Het}$

По-видимому, механизм внутримолекулярной конденсации amino- и нитрогрупп в данном случае включает последовательные стадии дезоксигенирования нитрогруппы с образованием соответствующего нитрозосоединения и последующую конденсацию amino- и нитрозогрупп, приводящую к конечному конденсированному циннолину. Строение полученных соединений IVa—в подтверждено физико-химическими методами (ПМР, ИК спектроскопии и масс-спектрометрии), данные которых приведены в таблице 3. О замыкании циннолинового цикла свидетельствуют: отсутствие сигнала группы  $\text{NH}_2$  в спектрах ПМР, отсутствие полос поглощения групп  $\text{NH}_2$  и  $\text{NO}_2$  в ИК спектрах, данные масс-спектрометрии, а также характерное для подобных систем смещение сигнала заместителя  $\text{R}^1$  в спектрах ПМР в слабое поле [9].

## Характеристики 2-(нитробензил)тио-3-цианопиридинов III

Соединение	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %			Т <sub>пл.</sub> , °С	ИК спектр, $\nu$ , см <sup>-1</sup>	Спектр ПМР, $\delta$ , м. д., КССВ ( $J$ ), Гц	Выход, %
		С	Н	Н				
IIIа	C <sub>17</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{57,61}{57,78}$	$\frac{3,25}{3,14}$	$\frac{11,93}{11,89}$	191...193	2220 (CN), 1560 (C=N), 1510 (NO <sub>2</sub> )	4,75 (2H, с, CH <sub>2</sub> ); 7,23 (1H, д. д., $J = 4,5$ , 4-H <sub>Het</sub> ); 7,77 (4H, м, 5-H, 3-H <sub>Het</sub> , 2- и -6-H <sub>Ar</sub> ); 7,95 (1H, д., $J = 5$ , 5-H <sub>Het</sub> ); 8,15 (3H, м, 4-H, 3- и 5-H <sub>Ar</sub> )	85
IIIб	C <sub>18</sub> H <sub>10</sub> N <sub>3</sub> F <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{51,22}{51,30}$	$\frac{2,27}{2,39}$	$\frac{10,05}{9,97}$	234...236	2220 (CN), 1590 (C=N), 1524 (NO <sub>2</sub> )	4,79 (2H, с, CH <sub>2</sub> ); 7,26 (1H, д. д., $J = 4,5$ , 4-H <sub>Het</sub> ); 7,77 и 8,14 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 7,91 (1H, д., $J = 4$ , 3-H <sub>Het</sub> ); 8,12 (1H, с, 5-H); 8,23 (1H, д., $J = 5$ , 5-H <sub>Het</sub> )	94
IIIв	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> N <sub>5</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{54,15}{54,01}$	$\frac{2,84}{2,91}$	$\frac{22,63}{22,50}$	245...247	3450, 3350, 3250 (NH <sub>2</sub> ), 2230 (CN), 1650, 1600 (C=N), 1535 (NO <sub>2</sub> )	4,57 (2H, с, CH <sub>2</sub> ); 7,77 и 8,14 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 7,98 (2H, уш. с, NH <sub>2</sub> ); 8,24 (1H, с, 4-H)	70
IIIг	C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{61,66}{61,72}$	$\frac{4,11}{4,21}$	$\frac{13,48}{13,50}$	182...184	2224 (CN), 1600 (C=N), 1523 (NO <sub>2</sub> )	2,09 (2H, кв., $J = 7$ , 6-CH <sub>2</sub> ); 2,88 (2H, т., $J = 7$ , 5-CH <sub>2</sub> ); 3,00 (2H, т., $J = 7$ , 7-CH <sub>2</sub> ); 4,62 (2H, с, SCH <sub>2</sub> ); 7,70 и 8,15 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 7,95 (1H, с, 4-H)	53
IIIд	C <sub>15</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{60,25}{60,19}$	$\frac{4,29}{4,38}$	$\frac{14,08}{14,04}$	150...152	2222 (CN), 1585 (C=N), 1540 (NO <sub>2</sub> )	2,38 (3H, с, 4-CH <sub>3</sub> ); 2,50 (3H, с, 6-CH <sub>3</sub> ); 4,82 (2H, с, CH <sub>2</sub> ); 7,09 (1H, с, 5-H); 7,53 (1H, т., $J = 8$ , 4-H <sub>Ar</sub> ); 7,69 (1H, т., $J = 8$ , 5-H <sub>Ar</sub> ); 7,80 (1H, д., $J = 8$ , 6-H <sub>Ar</sub> ); 8,01 (1H, д., $J = 8$ , 3-H <sub>Ar</sub> )	85
IIIе	C <sub>17</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{57,67}{57,78}$	$\frac{3,07}{3,14}$	$\frac{11,80}{11,89}$	135...137	2227 (CN), 1574 (C=N), 1524 (NO <sub>2</sub> )	4,94 (2H, с, CH <sub>2</sub> ); 7,24 (1H, д. д., $J = 4,5$ , 4-H <sub>Het</sub> ); 7,57 (1H, т., $J = 8$ , 4-H <sub>Ar</sub> ); 7,68 (1H, т., $J = 8$ , 5-H <sub>Ar</sub> ); 7,82 (3H, м, 6-H <sub>Ar</sub> , 3-H <sub>Het</sub> и 5-H); 7,98 (1H, д., $J = 5$ , 5-H <sub>Het</sub> ); 8,08 (1H, д., $J = 8$ , 3-H <sub>Ar</sub> ); 8,18 (1H, д., $J = 9$ , 4-H)	81
IIIж	C <sub>18</sub> H <sub>10</sub> N <sub>3</sub> F <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{51,26}{51,30}$	$\frac{2,46}{2,39}$	$\frac{10,00}{9,97}$	190...193	2224 (CN), 1588 (C=N), 1530 (NO <sub>2</sub> )	4,97 (2H, с, CH <sub>2</sub> ); 7,30 (1H, д. д., $J = 4,5$ , 4-H <sub>Het</sub> ); 7,57 (1H, т., $J = 8$ , 4-H <sub>Ar</sub> ); 7,68 (1H, т., $J = 8$ , 5-H <sub>Ar</sub> ); 7,85 (1H, д., $J = 8$ , 6-H <sub>Ar</sub> ); 7,95 (1H, д., $J = 4$ , 3-H <sub>Het</sub> ); 8,11 (1H, д., $J = 8$ , 3-H <sub>Ar</sub> ); 8,19 (1H, с, 5-H); 8,27 (1H, д., $J = 5$ , 5-H <sub>Het</sub> )	91

Характеристики 3-амино-2-нитрофенилтиено[2,3-*b*]пиридинов I

Соединение	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %			T <sub>пл.</sub> , °C	ИК спектр, $\nu$ , см <sup>-1</sup>	Спектр ПМР, $\delta$ , м. д., КССВ (J), Гц	Выход, %
		C	H	N				
Ia	C <sub>17</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{57,65}{57,78}$	$\frac{3,20}{3,14}$	$\frac{11,98}{11,89}$	>270	3360 (NH <sub>2</sub> ), 1580 (C=N), 1515 (NO <sub>2</sub> )	6,00 (2H, уш. с, NH <sub>2</sub> ); 7,20 (1H, д. д, J = 4,5, 4-H <sub>Het</sub> ); 7,68 (1H, д, J = 4, 3-H <sub>Het</sub> ); 7,85 и 8,25 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 7,88 (1H, д, J = 5, 5-H <sub>Het</sub> ); 7,96 (1H, д, J = 9, 5-H); 8,46 (1H, д, J = 9, 4-H)	78
Iб	C <sub>18</sub> H <sub>10</sub> N <sub>3</sub> F <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{51,20}{51,30}$	$\frac{2,31}{2,39}$	$\frac{10,88}{9,97}$	185...187	3535 (NH <sub>2</sub> ), 1595 (C=N), 1520 (NO <sub>2</sub> )	5,05 (2H, с, NH <sub>2</sub> ); 7,24 (1H, д. д, J = 4,5, 4-H <sub>Het</sub> ); 7,78 (1H, д, J = 4, 3-H <sub>Het</sub> ); 7,94 и 8,33 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 8,11 (1H, д, J = 5, 5-H <sub>Het</sub> ); 8,24 (1H, с, 5-H)	85
Iв	C <sub>14</sub> H <sub>9</sub> N <sub>5</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{54,08}{54,01}$	$\frac{2,81}{2,91}$	$\frac{22,45}{22,50}$	>270	3450, 3385 (NH <sub>2</sub> ), 2225 (CN), 1650, 1590 (C=N), 1525 (NO <sub>2</sub> )	6,13 (2H, с, 3-NH <sub>2</sub> ); 7,06 (2H, с, 6-NH <sub>2</sub> ); 7,73 и 8,19 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 8,58 (1H, с, 4-H)	64
Iг	C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{61,65}{61,72}$	$\frac{4,17}{4,21}$	$\frac{13,57}{13,50}$	>270	3455, 3345, 3230 (NH <sub>2</sub> ), 1595 (C=N), 1510 (NO <sub>2</sub> )	2,14 (2H, кв, J = 7, 6-CH <sub>2</sub> ); 3,00 (4H, т, J = 7, 5- и 7-CH <sub>2</sub> ); 6,00 (2H, с, NH <sub>2</sub> ); 7,83 и 8,22 (2 × 2H, AA'XX', 4H <sub>Ar</sub> ); 8,22 (1H, с, 4-H)	95
Iд	C <sub>15</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{60,11}{60,19}$	$\frac{4,34}{4,38}$	$\frac{13,95}{14,04}$	158...160	3500 (NH <sub>2</sub> ), 1605 (C=N), 1527 (NO <sub>2</sub> )	2,50 (3H, с, 6-CH <sub>3</sub> ); 2,74 (3H, с, 4-CH <sub>3</sub> ); 4,60 (2H, с, NH <sub>2</sub> ); 7,00 (1H, с, 5-H); 7,66 (2H, м, 4-H и 5-H <sub>Ar</sub> ); 7,79 (1H, д, J = 8, 6-H <sub>Ar</sub> ); 8,05 (1H, д, J = 8, 3-H <sub>Ar</sub> )	80
Iе	C <sub>17</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S	$\frac{57,71}{57,78}$	$\frac{3,09}{3,14}$	$\frac{11,81}{11,89}$	168...172	3285 (NH <sub>2</sub> ), 1580 (C=N), 1535 (NO <sub>2</sub> )	5,30 (2H, уш. с, NH <sub>2</sub> ); 7,19 (1H, д. д, J = 4,5, 4-H <sub>Het</sub> ); 7,67 (3H, м, 3-H <sub>Het</sub> , 4- и 5-H <sub>Ar</sub> ); 7,78 (1H, д, J = 8, 6-H <sub>Ar</sub> ); 7,86 (1H, д, J = 5, 5-H <sub>Het</sub> ); 7,92 (1H, д, J = 9, 5-H); 8,08 (1H, д, J = 8, 3-H <sub>Ar</sub> ); 8,34 (1H, д, J = 9, 4-H)	55
Iж	C <sub>18</sub> H <sub>10</sub> N <sub>3</sub> F <sub>3</sub> O <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{51,21}{51,30}$	$\frac{2,43}{2,39}$	$\frac{10,06}{9,97}$	179...182	3580 (NH <sub>2</sub> ), 1595 (C=N), 1540 (NO <sub>2</sub> )	4,50 (2H, с, NH <sub>2</sub> ); 7,24 (1H, д. д, J = 4,5, 4-H <sub>Het</sub> ); 7,27 (3H, м, 4- и 5-H <sub>Ar</sub> , 3-H <sub>Het</sub> ); 7,87 (1H, д, J = 8, 6-H <sub>Ar</sub> ); 8,12 (1H, д, J = 5, 5-H <sub>Het</sub> ); 8,17 (1H, д, J = 8, 3-H <sub>Ar</sub> ); 8,26 (1H, с, 5-H)	70

Характеристики пиридо[3',2' : 4,5]тиено[2,3-с]циннолинов IV

Соединение	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %			$T_{пл}$ , °C	ИК спектр, $\nu$ , см <sup>-1</sup>	Спектр ПМР, $\delta$ , м. д., КССВ ( $J$ ), Гц	Выход, %
		C	H	N				
IVa	C <sub>15</sub> H <sub>11</sub> N <sub>3</sub> S	$\frac{67,97}{67,90}$	$\frac{4,06}{4,18}$	$\frac{15,76}{15,84}$	266...267	2930, 2860 (CH), 1590, 1570, 1445	2,66 (3H, с, 9-CH <sub>3</sub> ); 3,17 (3H, с, 11-CH <sub>3</sub> ); 7,44 (1H, с, 10-H); 8,02 (2H, м, 4- и 5-H); 8,26 (1H, д, $J = 8$ , 3-H); 8,65 (1H, д, $J = 8$ , 6-H)	30
IVб	C <sub>17</sub> H <sub>9</sub> N <sub>3</sub> S	$\frac{64,07}{63,93}$	$\frac{2,74}{2,84}$	$\frac{13,22}{13,16}$	>270	2960 (CH), 1585, 1455	7,26 (1H, д, д, $J = 4,5$ , 4-H <sub>нет</sub> ); 7,78 (1H, д, $J = 4$ , 3-H <sub>нет</sub> ); 8,08 (3H, м, 4- и 5-H, 5-H <sub>нет</sub> ); 8,28 (1H, д, $J = 9$ , 10-H); 8,33 (1H, м, 3-H); 8,70 (1H, м, 6-H); 9,08 (1H, д, $J = 9$ , 11-H)	32
IVв	C <sub>18</sub> H <sub>8</sub> F <sub>3</sub> N <sub>3</sub> S <sub>2</sub>	$\frac{55,73}{55,81}$	$\frac{1,96}{2,08}$	$\frac{10,78}{10,85}$	>270	2940 (CH), 1565, 1450	7,29 (1H, д, д, $J = 4,5$ , 4-H <sub>нет</sub> ); 7,85 (1H, д, $J = 4$ , 3-H <sub>нет</sub> ); 8,10 (2H, м, 4- и 5-H); 8,24 (1H, д, $J = 5$ , 5-H <sub>нет</sub> ); 8,47 (1H, д, $J = 8$ , 3-H); 8,52 (1H, с, 10-H); 8,71 (1H, д, $J = 8$ , 6-H)	40

Таким образом, нами разработан новый метод синтеза конденсированных циннолинов, основанный на замыкании пиридазинового цикла в 3-амино-2-(2-нитрофенил)тиено [2,3-*b*]пиридинах.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Температуры плавления определяли на столике Кофлера; ИК спектры снимали на приборе Spесoгd M-80 в таблетках KBr; спектры  $^1\text{H}$  ЯМР — на приборе Bruker WM-200 (200 МГц) в растворах  $\text{DMCO-D}_6$ ; масс-спектры — на приборе Varian MAT (70 эВ). Элементный анализ на C, H, N проводили на приборе Perkin-Elmer C,H,N-analyser. Характеристики синтезированных соединений I, III и IV приведены в табл. 1—3.

Исходные 3-цианопиридин-2(1H)-тионы получены описанными методами [10].

**2-(Нитробензил)тио-3-цианопиридины (IIIa—ж).** К раствору 3 ммоль пиридинтиона IIIa—ж в 10 мл ДМФА добавляют 3 ммоль КОН в виде 10% водного раствора, а затем 3 ммоль соответствующего бензилбромида. Реакционную смесь выдерживают при комнатной температуре 3...5 мин, затем продукт высаживают водой, отфильтровывают, промывают спиртом, гексаном и сушат на воздухе. Для соединения IIIд масс-спектр ( $m/z$ , интенсивность): 299 ( $\text{M}^+$ , 1%), 281 (4%), 251 (5%), 164 (100%).

**3-Амино-2-нитрофенилтиено[2,3-*b*]пиридины (Ia—ж).** К раствору 1 ммоль соединения IIIa—ж в ДМФА добавляют каталитические количества (2...3 капли) водного 10% раствора КОН и выдерживают смесь при комнатной температуре 2 ч. Затем продукт высаживают водой, отфильтровывают, промывают спиртом, гексаном и сушат на воздухе. Для соединения Id масс-спектр ( $m/z$ ): 299 ( $\text{M}^+$ , 100%), 282 (71%), 254 (63%), 165 (93%).

**Пиридо[3',2':4,5]тиено[3,2-*c*]циннолины (IVa—в).** Раствор 1 ммоль соединения Id—ж в 5 мл триэтилфосфита кипятят с обратным холодильником 6 ч. Растворитель ( $\text{P}(\text{OEt})_3$ ) отгоняют в вакууме, остаток заливают спиртом. Через 30 мин выпавший кристаллический продукт отфильтровывают, промывают спиртом, гексаном и сушат на воздухе. Аналитически чистый образец получают пересаживанием полученного продукта из ДМСО. Для соединения IVa масс-спектр ( $m/z$ ): 265 ( $\text{M}^+$ , 100%), 252 (5%), 236 (14%), 222 (6%).

*Авторы выражают благодарность Российскому фонду фундаментальных исследований (грант № 96-03-32012а) за финансовую поддержку.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Tisler M., Stanovnik B. // Comprehensive Heterocyclic Chemistry / Eds. Katritzky A. R., Rees C. W. — Pergamon Press, 1984. — Vol. 3. — P. 25.
2. Barton J. W. // Adv. Heterocycl. Chem. — 1979. — Vol. 24. — P. 152.
3. Barton J. W., Lapham D. J., Rowe D. J. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. I. — 1985. — N 1. — P. 131.
4. Muth C. W., Abraham N., Linefield M. L., Wotring R. B., Pacofsky E. A. // J. Org. Chem. — 1960. — Vol. 25. — P. 736.
5. Waldau E., Putter R. // Angew. Chem. Int. Ed. Engl. — 1972. — Vol. 11. — P. 826.
6. Pat. 2241717 BRD / Niess R., Eilingsfeld H. // C. A. — 1974. — Vol. 80. — 146133.
7. Gewald K., Hentschel M., Illgen U. // J. prakt. Chem. — 1974. — Vol. 316. — P. 1030.
8. Pat. 2507187 BRD / Hagen H., Hausen G., Niess R. // C. A. — 1976. — Vol. 85. — 194080.
9. Artyomov V. A., Rodinovskaya L. A., Shestopalov A. M., Litvinov V. P. // Tetrahedron. — 1996. — Vol. 52. — P. 1011.
10. Litvinov V. P., Rodinovskaya L. A., Sharanin Yu. A., Shestopalov A. M., Senning A. // Sulfur Reports. — 1992. — Vol. 13. — P. 1.