

Метилловый эфир 5-бутил-1-метил-7-метилтио-1,3,4,5-тетрагидро-1,3,5,6,8-пентазааце-
нафтилен-2-карбоновой кислоты (III). В раствор соединения II (0,14 г, 0,43 ммоль) в метаноле
(10 мл) добавляют 32% формалин (0,081 г, 0,86 ммоль). Реакционную смесь кипятят 6 ч, через
каждые 2 ч добавляя по 0,081 г формалина (2 раза). После охлаждения реакционной смеси до
комнатной температуры осадок отфильтровывают, перекристаллизовывают и получают 0,07 г
(48%) соединения III. $T_{пл}$ 149...150 °С (из метанола). Спектр ЯМР 1H (ДМСО- D_6): 0,9 (3H, т,
CH $_3$); 1,41 (2H, м, CH $_2$); 1,73 (2H, м, CH $_2$); 2,5 (3H, с, SCH $_3$); 3,76 (2H, т, NCH $_2$); 3,83 (3H, с,
NCH $_3$); 3,86 (3H, с, OCH $_3$); 4,85 (2H, д, CH $_2$); 6,97 м. д. (1H, ш. т, NH). ИК спектр: 3389 (NH),
1696 cm^{-1} (CO). Найдено, %: С 53,74; Н 6,36; N 20,48. $C_{15}H_{21}N_5O_2S$. Вычислено, %: С 53,7;
Н 6,31; N 20,08.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Tumkevičius S. // Lieb. Ann. Chem. — 1995. — N 9. — S. 1703.
2. Тумкявичюс С. // ХГС. — 1996. — № 1. — С. 103.
3. Tumkevičius S., Pupeikyte R. // J. Chem. Res. (S). — 1995. — P. 286.

С. Тумкявичюс, В. Масявичюс

Вильнюсский университет,
Вильнюс 2006, Литва
e-mail: sigitas.tumkevičius@chf.vu.lt

Поступило в редакцию 28.09.99

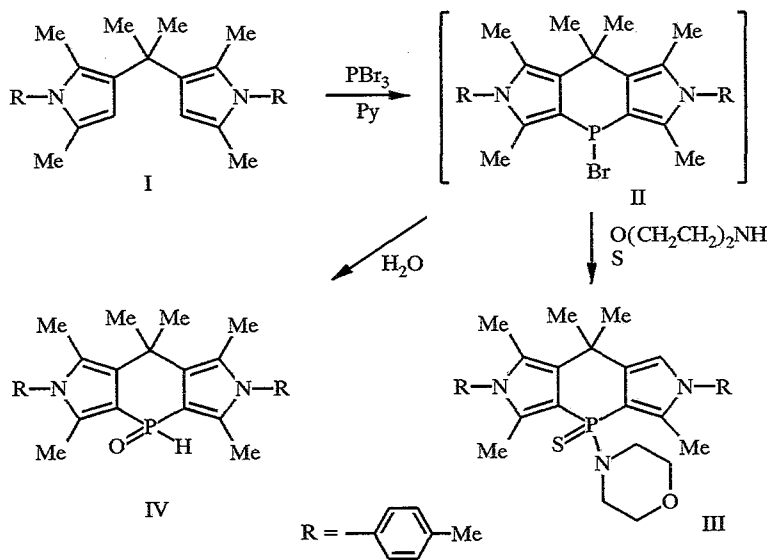
ХГС. — 1999. — № 11. — С. 1577

ДИГИДРОДИПИРРОЛО[b,e]ФОСФОРИНЫ

Малоизученные дигидробензофосфорины интересны в качестве
объектов конформационного анализа [1—5], однако их бисгетероцикли-
ческие аналоги к настоящему времени не описаны.

Нами найдено, что взаимодействие биспирролилпропана I с
трехбромистым фосфором приводит к образованию бромфосфина II,
который оказался термически нестабильным соединением и был
охарактеризован после превращения в соответствующие тиоамид III и
фосфит IV.

Взаимодействие соединения I с избытком трехбромистого фосфора (1 :
3), судя по спектрам ЯМР ^{31}P , также приводит к образованию
бромфосфина II, а не открытоцепного продукта бисфосфорилирования.



4-Тионо-1,3,5,7,8,8-гексаметил-2,6-бис(*n*-толил)-4-морфолинодигидродипирроло[3,4-*b*:3,4-*e*]-фосфорин (III). К раствору 0,01 моль дипирролилпропана I в 20 мл пиридина добавляют по каплям при перемешивании 0,01 моль трехбромистого фосфора. Спустя 3 ч к реакционной смеси добавляют 0,01 моль серы, затем при перемешивании и охлаждении раствор 0,01 моль морфолина и 0,03 моль триэтиламина в 20 мл бензола. Реакционную смесь нагревают при 70 °С 3 ч, растворитель упаривают в вакууме. Остаток кипятят с 20 мл воды и перекристаллизовывают из этилового спирта. Выход 68%. $T_{пл}$ 248 °С. Спектр ЯМР ^{31}P (C_6H_6): 34,0 м. д. Спектр ПМР (ДМСО, ТМС): 1,68 (6H, с, $СMe_2$); 2,11 (6H, с, $ArMe$); 2,22 (6H, с, 1- и 7-Me); 2,25 (6H, с, 3- и 5-Me); 2,9...3,1 (4H, м, N—CH₂); 3,4...3,6 (4H, м, O—CH₂); 7,17 (4H, д, $J_{HH} = 8,1$ Гц, *m*-Наром); 7,38 (4H, д, $J_{HH} = 8,1$ Гц, *o*-Наром). Найдено, %: N 7,51; P 5,58. $C_{33}H_{40}N_3OPS$. Вычислено, %: N 7,53; P 5,55.

4-Оксо-1,3,5,7,8,8-гексаметил-2,6-бис(*n*-толил)дигидродипирроло[3,4-*b*:3,4-*e*]фосфорин (IV). К раствору 0,01 моль дипирролилпропана I в 20 мл пиридина добавляют по каплям при перемешивании 0,01 моль трехбромистого фосфора. Спустя 3 ч пиридин упаривают в вакууме. Остаток промывают гексаном 3 × 20 мл и растворяют в 100 мл хлористого метилена. К полученной суспензии добавляют 100 мл воды и перемешивают 3 ч. Органический слой отделяют, сушат сульфатом натрия и упаривают в вакууме. Остаток обрабатывают диэтиловым эфиром (2 × 50 мл) и отфильтровывают. Белый порошок. Выход 53%. $T_{пл}$ 210 °С. Спектр ЯМР ^{31}P (CH_2Cl_2): -15 м. д. $J_{HH} = 480$ Гц. Спектр ПМР ($CDCl_3$, ТМС): 1,72 (6H, с, $СMe_2$); 2,13 (6H, с, $ArMe$); 2,30 (6H, с, 1- и 7-Me); 2,44 (6H, с, 3- и 5-Me); 7,11 (8H, т, $J_{HH} = 8,1$ Гц, Ar); 8,26 (1H, д, $J_{HP} = 480$ Гц). Найдено, %: N 6,12; P 6,75. $C_{29}H_{33}N_2OP$. Вычислено, %: N 6,14; P 6,78.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chen K. C., Ealick S. E., VdHelm D., Baryski J., Berlin K. D. // J. Org. Chem. — 1977. — Vol. 42. — P. 1170.
2. Ealick S. E., Backer J. R., VdHelm D., Berlin K. D. // Acta crystallogr. — 1979. — Vol. B35, Pt. 5. — P. 1170.
3. Бычков Н. Н., Чернега А. Н., Костицын А. Б., Антипин М. Ю., Стручков Ю. Т., Степанов Б. И. // ЖОХ. — 1986. — Т. 56, № 8. — С. 1737.
4. Бычков Н. Н., Негребецкий В. В., Костицын А. Б., Степанов Б. И. // ЖОХ. — 1984. — Т. 54. — С. 1995.
5. Иванов П. Ю., Негребецкий В. В., Бычков Н. Н., Степанов Б. И. // ЖОХ. — 1981. — Т. 51, № 7. — С. 1533.

С. П. Ивонин

Днепропетровский государственный
университет, Днепропетровск 320005,
Украина
e-mail: cf@ff.dsu.dp.ua

Поступило в редакцию 16.04.99