

Е. Б. Рахимова^{1*}, Р. А. Исмагилов², Р. А. Зайнуллин²,
А. Г. Ибрагимов¹, У. М. Джемилев¹

НОВЫЕ МЕТОДЫ СИНТЕЗА
 α,ω -БИС-1,5,3-ДИТИАЗЕПАНОВ НА ОСНОВЕ
АЛИФАТИЧЕСКИХ α,ω -ДИАМИНОВ

Разработаны эффективные методы синтеза α,ω -бис-1,5,3-дитазепанов, основанные на гетероциклизации α,ω -диаминов с N^1,N^1,N^6,N^6 -тетраметил-2,5-дитагексан-1,6-диамином и на межмолекулярной циклизации 1,2-этандитиола с тетракис(метоксиметил)диаминами с участием $\text{SmCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в качестве катализатора.

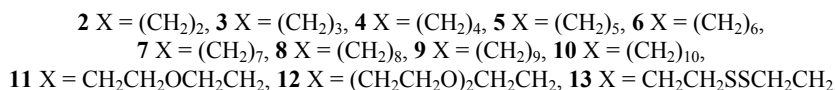
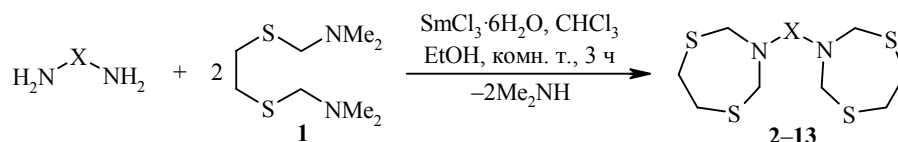
Ключевые слова: α,ω -бис-1,5,3-дитазепаны, α,ω -диамины, гетероциклизация, катализ.

Среди большого разнообразия гетероциклических соединений особый интерес и практическую ценность представляют насыщенные S,N-гетероциклы 1,3,5-дитазианового, 1,3,5-тиадиазинанового и 1,5,3-дитазепанового рядов, которые обладают комплексом полезных свойств и зарекомендовали себя в качестве эффективных сорбентов драгоценных металлов [1, 2], селективных комплексообразователей [3–5], а также антиоксидантных [6], фунгицидных [7–10], противомикробных [11–14] и противовоспалительных [15] агентов.

Недавно мы установили [16], что каталитическим переаминированием *N*-трет-бутил-1,5,3-дитазепана и рециклизацией 1-окса-3,6-дитаациклогептана с помощью алифатических карбоцепных α,ω -диаминов могут быть получены насыщенные *N*-замещённые α,ω -бис(1,5,3-дитазепан-3-ил)алканы.

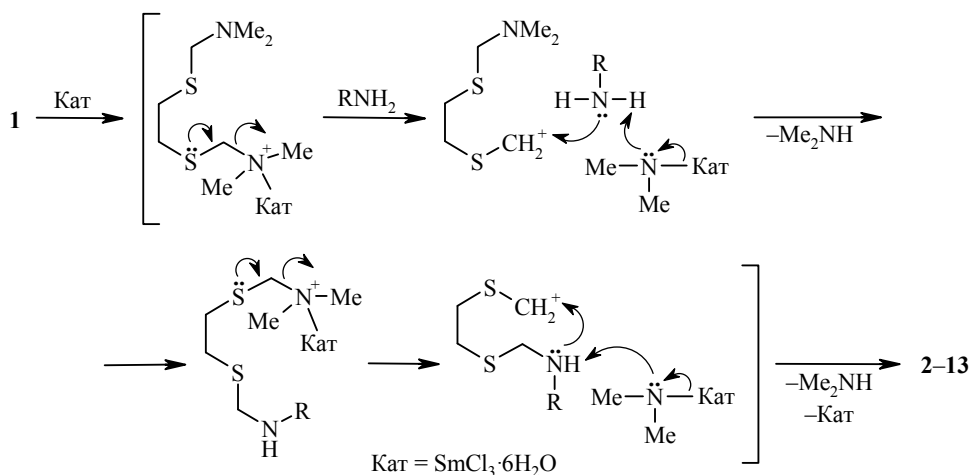
В продолжение проводимых исследований в области синтеза насыщенных S,N-гетероциклов, а также с целью разработки нового препаративного метода получения *N*-замещённых бис-1,5,3-дитазепанов мы изучили реакцию гетероциклизации карбо- и гетероцепных α,ω -диаминов с помощью N^1,N^1,N^6,N^6 -тетраметил-2,5-дитагексан-1,6-диамина (**1**) (дитагександиамина) [17]. Выбор дитагександиамина в качестве циклотиметилирующего реагента обусловлен недавно установленной нами возможностью гетероциклизации гидразидов карбоновых кислот с помощью (тетраметилдита)алкандиаминов [18]. На примере взаимодействия 1,2-этандиамина с дитагександиамином обнаружено, что в катализируемой реакции гетероциклизации из числа испытанных катализаторов [16] наиболее высокую активность проявляет $\text{SmCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Мы установили, что алифатические карбоцепные α,ω -диамины в найденных условиях (5 моль. % $\text{SmCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 20 °С, 3 ч, $\text{EtOH}-\text{CHCl}_3$) взаимодействуют с дитагександиамином **1** с образованием бис(1,5,3-дитазепан-3-ил)алканов **2–10** с выходами 72–95%. Выходы целевых гетероциклов **2–10** незначительно уменьшаются с увеличением длины алифатической цепи исходных диаминов. В отсутствие катализатора выход гетероциклов **2–10** не превышает 20%.



Введение гетероатомов O и S в алифатическую цепь диамина приводит к снижению выхода бис-1,5,3-дитиазепанов. Так, при взаимодействии алифатических гетероцепных α,ω-диаминов, содержащих атомы O и S, с дитиагександиамином **1** под действием 5 моль. % SmCl₃·6H₂O в указанных выше условиях с выходами 54–68% получены 3,3'-[окса(тия)алкан-α,ω-диил]бис-1,5,3-дитиазепаны **11–13**.

Можно предположить [19–21], что в условиях катализируемой хлоридом самария гетероциклизации первичных аминов с дитиагександиамином **1** первоначально происходит координация третичного атома азота диамина **1** с ионом самария. Последующее нуклеофильное присоединение алкиламина к карбкатиону, образовавшемуся в результате расщепления этого комплекса, приводит к формированию связи C–N, а затем к образованию молекулы 1,5,3-дитиазепана.

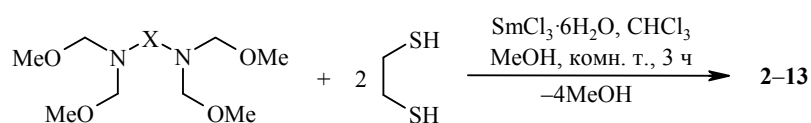


В спектрах ЯМР ¹H соединений **2–13** характеристическими являются уширенные сигналы равной интенсивности в области 3.03–3.08 и 4.15–4.23 м. д., относящиеся к метиленовым протонам 1,5,3-дитиазепанового цикла. Для спектров ЯМР ¹³C соединений **2–13** характерно наличие сигналов при 35.8–36.0 и 59.5–60.0 м. д., которые соответствуют углеродным атомам, расположенным между двумя атомами S и атомами S и N соответственно.

Структура бис(1,5,3-дитиазепан-3-ил)алканов **2–10** и 3,3'-[окса(тия)алкан-α,ω-диил]бис-1,5,3-дитиазепанов **11–13** установлена на основании данных спектроскопии ЯМР ¹H и ¹³C с использованием 2D экспериментов (COSY, NOESY, HSQC, HMBC), а также масс-спектрометрии MALDI TOF/TOF.

В своих последующих экспериментах мы изучили возможность селективного синтеза α,ω-бис-1,5,3-дитиазепанов реакцией циклоаминометилирования 1,2-этандитиола с помощью метоксилированных α,ω-диаминов [22–25]. В

предварительных экспериментах мы установили, что некаталитическое взаимодействие тетраakis(метоксиметил)этандиамина, полученного *in situ* [23], с 1,2-этандитиолом (50 °С, 3 ч) приводит к образованию 3,3'-этан-1,2-диилбис(1,5,3-дитиазепана) (**2**) с выходом ~10%. С целью повышения выхода целевого гетероцикла **2** реакцию тетраakis(метоксиметил)этандиамина с 1,2-этандитиолом провели под действием катализаторов на основе солей и комплексов Cu, Co, Mn, Ti, Hf, V, Fe, Sm, используемых в каталитических реакциях гетероциклизации [26–28]. Из числа испытанных катализаторов наиболее высокую активность в данной реакции показал SmCl₃·6H₂O. Под действием 5 моль. % SmCl₃·6H₂O гетероциклизация 1,2-этандитиола с тетраakis(метоксиметил)алкандиаминами в разработанных условиях (MeOH–CHCl₃, 20 °С, 3 ч) проходит с образованием α,ω-бис-1,5,3-дитиазепанов **2–13** с выходами 45–71%. Проведение реакции в присутствии 10 моль. % катализатора SmCl₃·6H₂O не приводит к существенному увеличению выхода целевых гетероциклов **2–13**.



Вероятный маршрут каталитического взаимодействия тетраakis(метоксиметил)алкандиамина с 1,2-этандитиолом включает стадию координации атома кислорода к иону центрального атома катализатора, нуклеофильное присоединение дитиола к карбокатиону и межмолекулярную циклизацию с формированием целевых гетероциклов.

Таким образом, гетероциклизация α,ω-диаминов с N¹,N¹,N⁶,N⁶-тетраметил-2,5-дитиагексан-1,6-диамином и межмолекулярная циклизация 1,2-этандитиола с тетраakis(метоксиметил)диаминами являются эффективными методами синтеза α,ω-бис-1,5,3-дитиазепанов и могут найти применение в синтезе насыщенных S,N-гетероциклов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ¹H и ¹³C зарегистрированы на спектрометре Bruker Avance 400 (400 и 100 МГц соответственно) в CDCl₃, внутренний стандарт TMS. Двумерные гомоядерные (COSY, NOESY) и гетероядерные (HSQC, HMBC) эксперименты проводили по стандартным методикам фирмы Bruker при тех же рабочих частотах. Время смешивания для экспериментов NOESY – 0.3 с. Масс-спектры записаны на приборе Autoflex III MALDI TOF/TOF фирмы Bruker. Элементный анализ проведён на анализаторе фирмы Carlo Erba 1106. Температуры плавления определены на приборе РНМК 80/2617. Показатель преломления (*n*_D²⁰) определён на рефрактометре ИРФ-22. Контроль за ходом реакций осуществляли методом ТСХ на пластинах Sorbfil (ПТСХ-АФ-В), элюент гексан–EtOAc, 4:3 (соединения **2–10**) или 1:2 (соединения **11–13**), проявление парами I₂. Для колоночной хроматографии использовали силикагель КСК (100–200 мкм). Дитиагександиамин **1** получен по методике, приведённой в работе [17].

Циклотиметилирование α,ω-диаминов с дитиагександиамином 1 (общая методика А). Смесь 0.40 г (2.00 ммоль) N¹,N¹,N⁶,N⁶-тетраметил-2,5-дитиагексан-1,6-диамина (**1**) в 10 мл CHCl₃ и 18 мг (0.05 ммоль) SmCl₃·6H₂O перемешивают в атмосфере аргона при комнатной температуре в течение 30 мин, затем добавляют по каплям 1 ммоль соответствующего α,ω-диамина в 5 мл EtOH. Реакционную смесь

перемешивают при температуре $\sim 20^\circ\text{C}$ в течение 3 ч, затем упаривают, остаток хроматографируют на колонке с SiO_2 , выделяя чистые гетероциклы **2–13**.

Гетероциклизация 1,2-этандитиола с тетраakis(метоксиметил)алкандиаминами (общая методика Б). Смесь 1.00 ммоль соответствующего тетраakis(метоксиметил)-алкандиамина, полученного *in situ* по методике [23], в 10 мл MeOH и 18 мг (0.05 ммоль) $\text{SmCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ перемешивают в атмосфере аргона при комнатной температуре в течение 30 мин, затем добавляют 0.17 мл (2.00 ммоль) 1,2-этандитиола в 10 мл CHCl_3 . Реакционную смесь перемешивают при температуре $\sim 20^\circ\text{C}$ в течение 3 ч и упаривают, остаток хроматографируют на колонке с SiO_2 , выделяя чистые гетероциклы **2–13**. Соединения **5**, **13** представляют собой бесцветные масла, остальные соединения имеют вид бесцветных кристаллов (перекристаллизованы из CHCl_3).

3,3'-Этан-1,2-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (2). Выход 0.26 г (88%, метод А), 0.21 г (71%, метод Б), т. пл. 144–145 $^\circ\text{C}$, R_f 0.50. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 2.86 (4H, уш. с, $\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}$); 3.06 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''- CH_2); 4.20 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''- CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 35.8 (C-6',6'',7',7''); 47.7 ($\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}$); 59.7 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 297.333 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, m/z : 297.543. Найдено, %: C 40.45; H 6.73; N 9.42; S 43.30. $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: C 40.50; H 6.80; N 9.45; S 43.25.

3,3'-Пропан-1,3-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (3). Выход 0.26 г (83%, метод А), 0.20 г (66%, метод Б), т. пл. 73–74 $^\circ\text{C}$, R_f 0.50. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 1.56–1.77 (2H, м, 2- CH_2); 2.63–2.83 (4H, м, 1,3- CH_2); 3.04 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''- CH_2); 4.15 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''- CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 24.4 (C-2); 35.8 (C-6',6'',7',7''); 48.6 (C-1,3); 59.5 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 311.052 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, m/z : 311.569. Найдено, %: C 42.50; H 7.09; N 9.03; S 41.35. $\text{C}_{11}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: C 42.54; H 7.14; N 9.02; S 41.30.

3,3'-Бутан-1,4-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (4). Выход 0.29 г (90%, метод А), 0.18 г (57%, метод Б), т. пл. 122–123 $^\circ\text{C}$, R_f 0.50. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д.: 1.48 (4H, уш. с, 2,3- CH_2); 2.68 (4H, уш. с, 1,4- CH_2); 3.03 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''- CH_2); 4.15 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''- CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 24.6 (C-2,3); 35.9 (C-6',6'',7',7''); 50.6 (C-1,4); 59.5 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 325.051 $[\text{M}+\text{H}]^+$. $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, m/z : 325.596. Найдено, %: C 44.42; H 7.46; N 8.60; S 39.47. $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: C 44.41; H 7.45; N 8.63; S 39.51.

3,3'-Пентан-1,5-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (5). Выход 0.26 г (76%, метод А), 0.21 г (61%, метод Б), R_f 0.50. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.30–1.40 (2H, м, 3- CH_2); 1.44–1.54 (4H, м, 2,4- CH_2); 2.67 (4H, т, $J = 7.2$, 1,5- CH_2); 3.04 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''- CH_2); 4.16 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''- CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 25.0 (C-3); 26.7 (C-2,4); 35.9 (C-6',6'',7',7''); 50.8 (C-1,5); 59.5 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 377.011 $[\text{M}+\text{K}]^+$. $\text{C}_{13}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{S}_4\text{K}$. Вычислено, m/z : 377.623. Найдено, %: C 46.05; H 7.70; N 8.29; S 37.90. $\text{C}_{13}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: C 46.11; H 7.74; N 8.27; S 37.88.

3,3'-Гексан-1,6-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (6). Выход 0.26 г (74%, метод А), 0.24 г (67%, метод Б), т. пл. 84–86 $^\circ\text{C}$, R_f 0.45. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.35 (4H, уш. с, 3,4- CH_2); 1.46 (4H, уш. с, 2,5- CH_2); 2.62–2.69 (4H, м, 1,6- CH_2); 3.05 (8H, д, $J = 10.4$, 6',6'',7',7''- CH_2); 4.17 (8H, д, $J = 10.4$, 2',2'',4',4''- CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 26.9 (C-3,4); 27.1 (C-2,5); 35.9 (C-6',6'',7',7''); 50.9 (C-1,6); 59.5 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 375.241 $[\text{M}+\text{Na}]^+$. $\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{S}_4\text{Na}$. Вычислено, m/z : 375.649. Найдено, %: C 47.63; H 7.97; N 7.90; S 36.40. $\text{C}_{14}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: C 47.68; H 8.00; N 7.94; S 36.38.

3,3'-Гептан-1,7-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (7). Выход 0.29 г (81%, метод А), 0.19 г (52%, метод Б), т. пл. 69–70 $^\circ\text{C}$, R_f 0.45. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.33 (8H, уш. с, 2,3,5,6- CH_2); 1.45 (2H, уш. с, 4- CH_2); 2.66 (4H, т, $J = 8.8$, 1,7- CH_2); 3.05 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''- CH_2); 4.17 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''- CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 26.9 (C-3,5); 27.2 (C-2,6); 29.3 (C-4); 35.9 (C-6',6'',7',7''); 50.9 (C-1,7); 59.5 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 389.271 $[\text{M}+\text{Na}]^+$. $\text{C}_{15}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{S}_4\text{Na}$. Вычислено, m/z : 389.676. Найдено, %: C 49.10; H 8.21; N 7.60; S 35.00. $\text{C}_{15}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{S}_4$. Вычислено, %: C 49.13; H 8.25; N 7.64; S 34.98.

3,3'-Октан-1,8-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (8). Выход 0.28 г (75%, метод А), 0.17 г (45%, метод Б), т. пл. 70–71 $^\circ\text{C}$, R_f 0.45. Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.32

(8H, уш. с, 3,4,5,6-CH₂); 1.58 (4H, уш. с, 2,7-CH₂); 2.67 (4H, т, $J = 7.2$, 1,8-CH₂); 3.06 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''-CH₂); 4.18 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''-CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 27.0 (C-3,6); 27.2 (C-2,7); 29.4 (C-4,5); 35.9 (C-6',6'',7',7''); 51.0 (C-1,8); 59.5 (C-2',2'', C-4',4''). Найдено, m/z : 381.319 [M+H]⁺. C₁₆H₃₃N₂S₄. Вычислено, m/z : 381.702. Найдено, %: C 50.43; H 8.42; N 7.34; S 33.71. C₁₆H₃₂N₂S₄. Вычислено, %: C 50.48; H 8.47; N 7.36; S 33.69.

3,3'-Нонан-1,9-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (9). Выход 0.37 г (95%, метод А), 0.20 г (50%, метод Б), т. пл. 60–62 °С, R_f 0.45. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J , Гц): 1.31 (8H, уш. с, 2,3,7,8-CH₂); 1.40–1.50 (4H, м, 4,6-CH₂); 1.58 (2H, уш. с, 5-CH₂); 2.67 (4H, т, $J = 7.2$, 1,9-CH₂); 3.06 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''-CH₂); 4.18 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''-CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 27.0 (C-3,7); 27.3 (C-2,8); 29.4 (C-4,6); 29.5 (C-5); 35.9 (C-6',6'',7',7''); 51.0 (C-1,9); 59.5 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 395.075 [M+H]⁺. C₁₇H₃₅N₂S₄. Вычислено, m/z : 395.729. Найдено, %: C 51.69; H 8.62; N 7.05; S 32.52. C₁₇H₃₄N₂S₄. Вычислено, %: C 51.73; H 8.68; N 7.10; S 32.49.

3,3'-Декан-1,10-диилбис(1,5,3-дитиазепан) (10). Выход 0.29 г (72%, метод А), 0.27 г (66%, метод Б), т. пл. 77–78 °С, R_f 0.45. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J , Гц): 1.29 (12H, уш. с, 3,4,5,6,7,8-CH₂); 1.46 (4H, т, $J = 7.2$, 2,9-CH₂); 2.67 (4H, т, $J = 7.4$, 1,10-CH₂); 3.08 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''-CH₂); 4.19 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''-CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 26.9 (C-2,9); 27.3 (C-3,8); 29.4 (C-4,5,6,7); 36.0 (C-6',6'',7',7''); 51.1 (C-1,10); 59.4 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 409.346 [M+H]⁺. C₁₈H₃₇N₂S₄. Вычислено, m/z : 409.755. Найдено, %: C 52.85; H 8.82; N 6.83; S 31.42. C₁₈H₃₆N₂S₄. Вычислено, %: C 52.89; H 8.88; N 6.85; S 31.38.

3,3'-(Оксиэтан-2,1-диил)бис(1,5,3-дитиазепан) (11). Выход 0.18 г (54%, метод А), 0.15 г (45%, метод Б), т. пл. 53–55 °С, R_f 0.7. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J , Гц): 2.88–2.97 (4H, м, 2NCH₂CH₂O); 3.06 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''-CH₂); 3.59 (4H, т, $J = 5.4$, CH₂OCH₂); 4.22 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''-CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 35.8 (C-6',6'',7',7''); 50.3 (2NCH₂CH₂O); 60.0 (C-2',2'',4',4''); 68.6 (CH₂OCH₂). Найдено, m/z : 341.216 [M+H]⁺. C₁₂H₂₅N₂O₄S₄. Вычислено, m/z : 341.595. Найдено, %: C 42.27; H 7.02; N 8.16; S 37.72. C₁₂H₂₄N₂O₄S₄. Вычислено, %: C 42.32; H 7.10; N 8.22; S 37.66.

3,3'-(Этан-1,2-диил)бис(оксиэтан-2,1-диил)бис(1,5,3-дитиазепан) (12). Выход 0.26 г (60%, метод А), 0.23 г (60%, метод Б), т. пл. 74–75 °С, R_f 0.8. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J , Гц): 2.93 (4H, т, $J = 5.4$, 2NCH₂CH₂O); 3.06 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''-CH₂); 3.59–3.64 (8H, м, CH₂OCH₂CH₂OCH₂); 4.23 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''-CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 35.8 (C-6',6'',7',7''); 50.4 (2NCH₂CH₂O); 59.9 (C-2',2'',4',4''); 68.8 (2NCH₂CH₂O); 70.4 (OCH₂CH₂O). Найдено, m/z : 385.321 [M+H]⁺. C₁₄H₂₉N₂O₂S₄. Вычислено, m/z : 385.648. Найдено, %: C 43.65; H 7.30; N 7.25; S 33.42. C₁₄H₂₈N₂O₂S₄. Вычислено, %: C 43.72; H 7.34; N 7.28; S 33.34.

3,3'-(Дисульфандиэтан-2,1-диил)бис(1,5,3-дитиазепан) (13). Выход 0.21 г (55%, метод А), 0.18 г (47%, метод Б), R_f 0.75. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (J , Гц): 2.81–2.91 (4H, м, CH₂SSCH₂); 2.90 (4H, т, $J = 5.2$, 2NCH₂CH₂S); 3.06 (8H, уш. с, 6',6'',7',7''-CH₂); 4.18 (8H, уш. с, 2',2'',4',4''-CH₂). Спектр ЯМР ¹³C, δ, м. д.: 35.8 (C-6',6'',7',7''); 36.7 (CH₂SSCH₂); 50.0 (2NCH₂CH₂S); 59.4 (C-2',2'',4',4''). Найдено, m/z : 387.173 [M+H]⁺. C₁₂H₂₃N₂S₆. Вычислено, m/z : 387.728. Найдено, %: C 37.00; H 6.15; N 7.20; S 49.55. C₁₂H₂₄N₂S₆. Вычислено, %: C 37.08; H 6.22; N 7.21; S 49.49.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты 11-03-00101-а, 11-03-97011-р_Поволжье_а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ю. И. Муринов, В. Н. Майстренко, Н. Г. Афзалетдинова, *Экстракция металлов S,N-органическими соединениями*, Наука, Москва, 1993, 192 с.
2. Г. Р. Анпилогова, Н. С. Ахмадиев, Г. Р. Хабибуллина, В. Р. Ахметова, *Журн. прикл. химии*, **84**, 756 (2011).

3. J. C. Galveя-Ruiz, H. Noth, A. Flores-Parra, *Inorg. Chem.*, **42**, 7569 (2003).
4. J. C. Gálvez-Ruiz, E. Solano-Ruiz, S. A. Sánchez-Ruiz, R. Contreras, A. Flores-Parra, *ARKIVOC*, v, 81 (2008).
5. V. R. Akhmetova, E. B. Rakhimova, R. A. Vagapov, A. B. Minnebaev, E. V. Kopylova, T. M. Buslaeva, R. V. Kunakova, *Trends Heterocycl. Chem.*, **15**, 33 (2011).
6. A. С. Березин, Е. А. Ломкова, Ю. А. Скорик, *Изв. АН, Сер. хим.*, 778 (2012).
7. V. Ambrogì, G. Grandolini, L. Perioli, M. Ricci, C. Rossi, L. Tuttobello, *Eur. J. Med. Chem.*, **25**, 403 (1990).
8. S. Saraç, M. Ertan, A. Balkan, N. Yulug, *Arch. Pharm.*, **324**, 449 (1990).
9. В. Р. Ахметова, Е. Б. Рахимова, А. Б. Миннебаев, Р. В. Кунакова, Н. Ф. Галимзянова, *Журн. орган. химии*, **48**, 214 (2012).
10. *Bioactive Heterocycles: Synthesis and Biological Evaluation*, K. L. Ameta, R. P. Pawar, A. J. Domb (Eds.), Nova Science Publishers, Inc., 2013, p. 97.
11. S. A. El Bialy, A. M. Abdelal, A. N. El-Shorbagi, S. M. Kheira Samy, *Arch. Pharm.*, **338**, 38 (2005).
12. A. B. Ozcelik, S. Ersan, A. U. Ural, S. Ozkan, M. Ertan, *Arzneim. Forsch.*, **57**, 554 (2007).
13. M. A. Hussein, M. Hashem, *Arch. Pharm.*, **6**, 370 (2008).
14. H. Rodriguez, M. Suarez, F. Albericio, *Molecules*, **17**, 7612 (2012).
15. В. Р. Ахметова, Р. Р. Хайруллина, Т. И. Парфенова, Р. Ш. Суфиярова, С. А. Башкатов, Р. В. Кунакова, *Хим.-фарм. журн.*, **44**, № 10, 13 (2010).
16. E. B. Rakhimova, E. A. Efremova, I. S. Bushmarinov, A. S. Goloveshkin, L. M. Khalilov, A. G. Ibragimov, U. M. Dzhemilev, *Tetrahedron Lett.*, **53**, 4225 (2012).
17. Р. Р. Хайруллина, Б. Ф. Акманов, Т. В. Тюмкина, Р. В. Кунакова, А. Г. Ибрагимов, *Журн. орган. химии*, **48**, 189 (2012).
18. Р. Р. Хайруллина, Б. Ф. Акманов, Р. В. Кунакова, А. Г. Ибрагимов, У. М. Джемилев, *Изв. АН, Сер. хим.*, 98 (2013).
19. Ю. Н. Кукушкин, *Реакционная способность координационных соединений*, Химия, Ленинград, 1987, 288 с.
20. Г. В. Мокров, А. М. Лихошерстов, В. П. Лезина, Т. А. Гудашева, И. С. Бушмаринов, М. Ю. Антипин, *Изв. АН, Сер. хим.*, 1228 (2010).
21. K. Krohn, S. Cludius-Brandt, *Synthesis*, 1344 (2010).
22. N. L. Weinberg, E. A. Brown, *J. Org. Chem.*, **31**, 4058 (1966).
23. R. F. Borch, A. I. Hassid, *J. Org. Chem.*, **37**, 1673 (1972).
24. D. M. Barnes, J. Barkalow, D. J. Plata, *Org. Lett.*, **11**, 273 (2009).
25. J. Barluenga, A. M. Bayon, P. Campos, G. Asensio, E. Gonzalez-Nunez, Y. Molina, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 1631 (1988).
26. Z. T. Niatshina, N. N. Murzakova, I. V. Vasilieva, E. B. Rakhimova, V. R. Akhmetova, A. G. Ibragimov, *ARKIVOC*, viii, 141 (2011).
27. N. N. Murzakova, E. B. Rakhimova, I. V. Vasilieva, K. I. Prokofyev, A. G. Ibragimov, U. M. Dzhemilev, *Tetrahedron Lett.*, **52**, 4090 (2011).
28. Е. Б. Рахимова, И. В. Васильева, Л. М. Халилов, А. Г. Ибрагимов, У. М. Джемилев, *ХТС*, 1132 (2012). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **48**, 1050 (2012).]

¹ Институт нефтехимии и катализа РАН,
пр. Октября, 141, Уфа 450075, Россия
e-mail: ink@anrb.ru

Поступило 11.04.2013

² Уфимский государственный университет
экономики и сервиса,
ул. Чернышевского, 145, Уфа 450077, Россия
e-mail: nis_utis@bashnet.ru