СИНТЕЗ 3-АМИНО-5-ЦИКЛОГЕКСИЛИМИНОТИОФЕНОВ

Ключевые слова: арилгидразонотиоацетамиды, тиазол, тиофен, хлорацетон, циклогексильная группа.

Взаимодействие тиоамидов с галогенокетонами протекает с участием атомов серы и азота и лежит в основе известного метода синтеза тиазолов по Ганчу [1].

Мы обнаружили, что введение циклогексильной группы к атому азота тиоамидной группы изменяет направление этой реакции и приводит к образованию 3-амино-5-циклогексилиминотиофена. Так, взаимодействие 2-циано-2-арилгидразоно-N-циклогексилтиоамида (1a) с хлорацетоном протекает селективно с участием атома серы и цианогруппы в промежуточном соединении 2a с образованием тиофена 3 с выходом 92%. Аналогичная реакция 2-циано-2-арилгидразоно-N-метилтиоацетамида (1b) приводит к образованию другого циклического соединения — N-метилтиазол-2-илидена (4). По-видимому, циклогексильная группа экранирует атом азота, препятствует его взаимодействию с хлорацетоном и, таким образом, приводит к вовлечению в циклизацию других реакционных центров — циано- и меркаптометиленовой групп.

1-(3-Амино-4-[(4-метоксифенил)гидразоно]-5-циклогексилимино-4,5-дигидротиофен-2-ил)этанон (3). К раствору 0.327 г ($8.79 \cdot 10^{-4}$ моль) 2-(4-метоксифенил)гидразоно-2-циано-N-циклогексилтиоацетамида в 10 мл ДМФА добавляют эквимолярное количество хлорацетона и триэтиламина. Полученную смесь выдерживают при 80 °C, по окончании реакции выливают на лед, осадок отфильтровывают. Масс-спектр, m/z: 372 [M $^+$]. Выход 92%. Т. пл. 120–122 °C (из этанола). Спектр ЯМР 1 Н (ДМСО- 1 d₀, 1 6, 1 8, м. д., 1 7, 1 1, 1 1, 1 1, 1 3.84 (3H, c, OCH₃); 1 3.95 и 1 7.73 (4H, AA'BB', 1 7 = 1 8.9, CH_{Ar}); 1 7.50 (2H, уш. c, NH₂); 1 10.33 (1H, уш.

с, NH–N). Найдено, %: N 15.30; S 8.63. $C_{19}H_{24}N_4O_2S$. Вычислено, %: N 15.04; S 8.61.

3,4-Диметил-4-метоксифенилазо-3H-тиазол-2-илиденацетонитрил (4). Получают аналогично соединению **3**. Масс-спектр, m/z: 286 [M $^+$]. Выход 80%. Т. пл. 170–172 °C (из этанола). Спектр ЯМР 1 Н (ДМСО- 4 G), 6 S, м. д., 6 J, 6 G, 6 G

Работа проведена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 01-03-33173.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В. П. Литвинов, Успехи химии, 68, № 9, 817(1999)

И. В. Парамонов, Н. П. Бельская, В. А. Бакулев

Поступило в редакцию 20.06.2001

Уральский государственный технический унивеститет, Екатеринбург 620002, Россия e-mail: <u>belska@htf.ustu.ru</u>

XΓC. - 2001. - № 10. - C. 1416