

CH₂), 7,51...7,61 (5H, м, аром.). Найдено, %: S 34,22, N 5,04. C₁₁H₉NO₂S₃. Вычислено, %: S 33,94, N 4,94.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chou T. S. // Rev. Heteroat. Chem. — 1993. — Vol. 8. — P. 65.
2. Ando K., Takayama H. // Heterocycles. — 1994. — Vol. 37, N 2. — P. 1417.
3. Макаренко А. Г., Пархоменко П. И., Рыбакова М. В., Роженко А. Б., Григорьев А. А. // Укр. хим. ж. — 1994. — Т. 60. — С. 588.

А. Г. Макаренко, П. И. Пархоменко, А. Б. Роженко,
М. В. Рыбакова, А. А. Григорьев

Институт биоорганической химии
и нефтехимии НАН Украины, Киев 253160

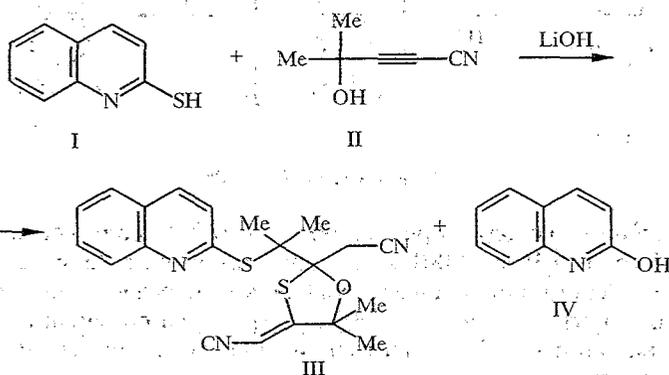
Поступило в редакцию 29.05.95

ХГС. — 1995. — № 12. — С.1693

НЕОЖИДАННАЯ РЕАКЦИЯ 2-МЕРКАПТОХИНОЛИНА С 4-ГИДРОКСИ-4-МЕТИЛ-2-ПЕНТИНЦИАНИДОМ

При взаимодействии 2-меркаптохинолина (I) с 4-гидрокси-4-метил-2-пентиннитрилом (II) вместо ожидаемого циановинильного производного образуется в одну стадию ранее не известный 2-[1-метил-1-(5,5-диметил-4-цианометил-2-цианометил-1,3-оксатиолан-2-ил)]этилтиохинолин (III).

В качестве побочного продукта выделен 2-гидроксихинолин (IV). По-видимому, образование продуктов III и IV происходит через стадию присоединения тиола I по тройной связи спирта II и дальнейшего превращения циановинильного производного в оксатиолановый цикл.



К раствору 0,32 г (2 ммоль) меркаптохинолина I и 0,025 г LiOH (0,1 ммоль) в 10 мл диоксана добавляют 0,22 г (2 ммоль) цианацетиленового спирта II. Перемешивают 30 ч. Отгоняют диоксан, остаток хроматографируют на колонке с Al₂O₃ (элюент хлороформ—бензол—этанол, 20 : 4 : 1). Выход 0,28 г (72%) цианотиола III. T_{пл} 122...124 °C (из смеси гексан—ацетон, 5 : 1); является смесью Z- и E-изомеров в соотношении 1,5 : 1,0 соответственно. ИК спектр: 2210 (CNC=C), 2250 см⁻¹ (CNCH₂). Спектр ПМР (CDCl₃): 1,57, 1,71, 1,68, 1,84, 1,92, 1,96, 2,09, (24H, с, CH₃), 3,21, 3,30, 3,40, 3,47, 3,66 (4H, м, CH₂CN), 5,10, 5,21 (2H, с, C=CHCN); 6,8...8,0 м. д. (6H, м, аром. протоны).

Дополнительно из колонки выделяют 0,03 г (10%) гидроксихинолина IV, $T_{пл}$ 198...200 °C (лит. данные 199...200 °C [1]).

Данные элементного анализа соединения III на C, H, N и S соответствуют вычисленным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Beilsteins. Handbuch der Organischen Chemie.* — Berlin: Springer Verlag, 1931. — Bd 27. — S. 77.

Л. В. Андриянкова, А. Г. Малькина, Б. А. Трофимов

Иркутский институт органической химии
СО РАН, Иркутск 664033

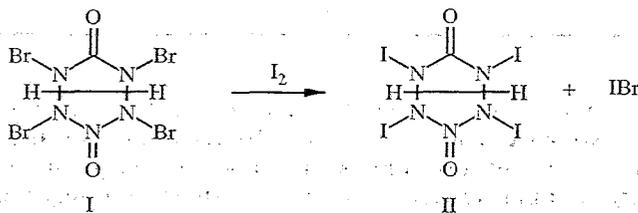
Поступило в редакцию 21.11.95

ХГС. — 1995. — № 12. — С.1694

УСПЕШНЫЙ СИНТЕЗ 2,4,6,8-ТЕТРАЙОД-2,4,6,8-ТЕТРА-АЗАБИЦКЛО[3.3.0]ОКТАН-3,7-ДИОНА

Несмотря на то, что N-йодпроизводные амидов [1] и имидов (N-йодсукцинимид [2]) достаточно хорошо известны, попытки синтеза N-йодпроизводных 2,4,6,8-тетраазабицикло[3.3.0]октан-3,7-диона (гликолурилы) не привели к успеху, хотя N-хлор- и N-бромзамещенные гликолурилы легко образуются при взаимодействии гликолурилы с молекулярным галогеном в водной среде [3].

Мы нашли, что реакция тетра-N-бромгликолурилы (I) с молекулярным йодом в полярном растворителе (1,4-диоксан, уксусная кислота, уксусный ангидрид) при комнатной температуре с высоким выходом приводит к тетра-N-йодгликолурилу (II) и бромиду йода. Аналогичная реакция тетра-N-хлоргликолурилы с йодом не дает каких-либо N-йодзамещенных соединений.



Так, перемешивают 4,58 г (0,01 моль) тетра-N-бромгликолурилы (I) и 10,1 г (0,04 моль) металлического йода в 10 мл уксусного ангидрида в течение 1 ч. Осадок тетрайодида II отфильтровывают, сушат, получают 5,62 г (87%) соединения; содержание активного йода (йодонитрил) в соединении II 156,1% (вычислено 156,8%). Из маточника отгоняют бромид йода с $T_{кип}$ 116 °C; по данным [4], $T_{кип}$ 116 °C. Кроме того, мы качественно показали образование N-йодпроизводных при взаимодействии других N-бромпроизводных (ацетамида, сукцинимиды) с йодом по выделению бромида йода.

Найденный метод синтеза N-йодамидов повышает доступность N-йодпроизводных в органическом синтезе, поскольку методы получения N-бромамидов доступны и просты.