

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kuznetsov E. V., Shcherbakova I. V., Balaban A. T. // Adv. Het. Chem. — 1988. — Vol. 50. — P. 158.
2. Щербакоса И. В., Дорофеевко Г. Н., Кузнецов Е. В. // ХГС. — 1981. — № 3. — С. 313.

С. Л. Богза, А. А. Малиенко, М. Ю. Зубрицкий,  
К. И. Кобраков, В. И. Дуленко

Институт физико-органической химии  
и углехимии им. Л. М. Литвиненко НАН  
Украины, Донецк 340114

Поступило в редакцию 22.03.95

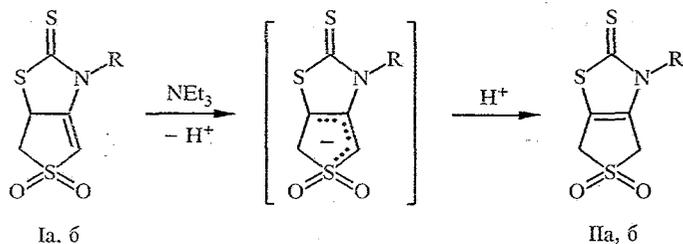
Московская государственная текстильная  
академия им. А. Н. Косыгина, Москва 117983

ХГС. — 1995. — № 12. — С. 1692

СИНТЕЗ 3-АЛКИЛ(АРИЛ)-4,6-ДИГИДРО-3Н-ТИЕНО[3,4-*d*]-  
ТИАЗОЛ-2-ТИОН-5,5-ДИОКСИДОВ

Бициклические конденсированные производные 3-тиолен-1,1-диоксида используют как интермедиаты для получения аналогов *o*-хинодиметанов, которые далее вводят как диены в реакции Дильса—Альдера [1, 2].

Нами предложено использовать для синтеза подобных соединений — 3-алкил(арил)-4,6-дигидро-3Н-тиено[3,4-*d*]тиазол-2-тион-5,5-диоксидов — изомеризацию двойной связи под действием оснований в 1,1-диоксотииоленовом кольце описанных ранее 3-алкил(арил)-6,7-дигидро-3Н-тиено[3,4-*d*]тиазол-2-тион-5,5-диоксидов [3].



I, II а R = CH<sub>2</sub>Ph; б R = Ph

Превращение проводят при 50...60 °С с 0,005 моль соответствующего сульфона (Ia,б) и 0,10 г (0,001 моль) триэтиламина в 25 мл 2-пропанола в течение 1 ч. Реакционную смесь охлаждают, и осадок кристаллизуют из ацетонитрила, нагретого не выше 60 °С. Структура полученных соединений подтверждена данными ИК спектров и спектроскопии ПМР. Так, в ИК спектрах присутствует малоинтенсивная полоса поглощения при 1640 см<sup>-1</sup>, характерная для двойной углерод-углеродной связи в производных 3-тиолен-1,1-диоксида. В спектрах ПМР в области 4...5 м. д. имеются два синглета метиленовых групп диоксотииоленового кольца.

Соединение IIa. Выход 93%. *T*<sub>пл</sub> 158...160 °С. ИК спектр (KBr): 1640 (C=C), 1600 (аром.), 1325, 1150 (SO<sub>2</sub>), 1240 (C=S). Спектр ПМР (DMCO-D<sub>6</sub>/ГМДС): 4,38 (2H, с, CH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>), 4,40 (2H, с, CH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>), 5,40 (2H, с, CH<sub>2</sub>N), 7,24...7,34 (5H, м, аром.). Найдено, %: S 32,19, N 4,83. C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. Вычислено, %: S 32,34, N 4,71.

Соединение IIб. Выход 87%. *T*<sub>пл</sub> 147...149 °С. ИК спектр (KBr): 1640 (C=C), 1605 (аром.), 1320, 1125 (SO<sub>2</sub>), 1260 (C=S). Спектр ПМР (DMCO-D<sub>6</sub>/ГМДС): 4,24 (2H, с, CH<sub>2</sub>), 4,48 (2H, с,

CH<sub>2</sub>), 7,51...7,61 (5H, м, аром.). Найдено, %: S 34,22, N 5,04. C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. 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

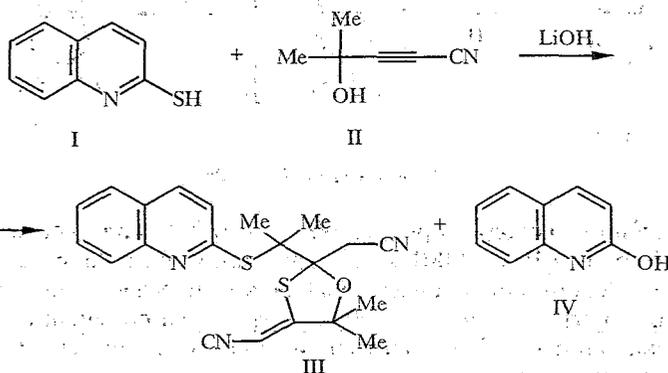
Поступило в редакцию 29.05.95

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)этил]тиохинолин (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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (элюент хлороформ—бензол—этанол, 20 : 4 : 1). Выход 0,28 г (72%) оксатиолана III. T<sub>пл</sub> 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<sup>-1</sup> (CNCH<sub>2</sub>). Спектр ПМР (CDCl<sub>3</sub>): 1,57, 1,71, 1,68, 1,84, 1,92, 1,96, 2,09, (24H, с, CH<sub>3</sub>); 3,21, 3,30, 3,40, 3,47, 3,66 (4H, м, CH<sub>2</sub>CN), 5,10, 5,21 (2H, с, C=CHCN); 6,8...8,0 м. д. (6H, м, аром. протоны).