

хроматографией на колонке с Al_2O_3 . При элюировании гексаном выделяют 0.460 г (56%) смеси *N*- и *S*-(1-бензоил-2-фенилэтенил)пирролов, спектральные характеристики которых совпадают с приведенными в работе [1]. Затем элюированием эфиром выделяют 0.160 г (24%) 2-бензоил-1-фенацил-1,3-дифенил-1,4,5,6,7,8-гексагидроциклопента[*b*]индола (**4**), желтые кристаллы, т. пл. 154–155 °С. Спектр ЯМР ^1H (250 МГц, CDCl_3), δ , м. д. (*J*, Гц): 7.76 (2H, м, *o*-H Ph-II); 7.67 (1H, уш. с, NH); 7.45 (3H, м, *o*-H Ph-I, *p*-H Ph-II); 7.33 (4H, м, *m*-H Ph-I, Ph-II); 7.16 (3H, м, *p*-H Ph-I, *o*-H Ph-IV); 6.99 (6H, м, Ph-III, *p*-H Ph-IV); 6.86 (2H, м, *m*-H Ph-IV); 4.77, 4.21 (2H, д. д, *J* = 13.23, 2CH₂); 2.55 (2H, м, 10-CH₂); 2.41 (2H, м, 13-CH₂); 1.70 (2H, м, 11-CH₂); 1.59 (2H, м, 12-CH₂). Спектр ЯМР ^{13}C (62 МГц, CDCl_3), δ , м. д.: 198.90 (C₍₁₎), 192.39 (C₍₁₄₎), 146.87 (C₍₅₎), 141.74 (*i*-C Ph-II), 141.26 (C₍₄₎), 140.97 (C₍₇₎), 140.86 (*i*-C Ph-IV), 139.00 (*i*-C Ph-I), 136.51 (C₍₉₎), 135.93 (C₍₆₎), 134.04 (*i*-C Ph-III), 129.86 (*p*-C Ph-IV), 128.93 (*o*-C Ph-IV), 128.23 (*p*-C Ph-III), 127.97 (*m*-C Ph-III), 128.83 (*o*-C Ph-III), 128.23 (*m*-C Ph-I), 132.03 (*p*-C Ph-II), 128.06 (*m*-C Ph-II), 127.81 (*o*-C Ph-II), 127.04 (*m*-C Ph-IV), 126.36 (*p*-C Ph-I), 126.06 (*o*-C Ph-I), 115.65 (C₍₈₎), 55.86 (C₍₃₎), 42.91 (C₍₂₎), 23.88 (C₍₁₀₎), 23.13 (C₍₁₂₎), 22.69 (C₍₁₁₎), 22.02 (C₍₁₃₎). Найдено, %: С 85.15; Н 6.05; N 2.44. $\text{C}_{38}\text{H}_{31}\text{NO}_2$. Вычислено, % С 85.52; Н 5.86; N 2.62.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта № 02-03-33017а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Л. Н. Собенина, А. И. Михалева, И. А. Ушаков, В. Н. Елохина, Б. А. Трофимов, *ЖОрХ*, 2003, в печати.

**Л. Н. Собенина, А. И. Михалева, И. А. Ушаков,
В. Н. Елохина, Б. А. Трофимов**

*Иркутский институт химии
им. А. Е. Фаворского СО РАН,
Иркутск 664033
e-mail: sobenina@irioch.irk.ru*

Поступило в редакцию 17.04.2003

ХГС. – 2003. – № 8. – С. 1269

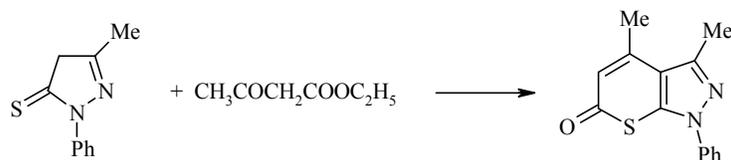
КОНДЕНСАЦИЯ 3-МЕТИЛ-1-ФЕНИЛПИРАЗОЛ-5-ТИОНА С АЦЕТОУКСУСНЫМ ЭФИРОМ

Ключевые слова: ацетоуксусный эфир, 5-пиразолоны, пирано[2,3-*c*]пиразол-6-оны.

5-Пиразолоны в условиях термической конденсации с эфирами β -кето-кислот образуют пирано[2,3-*c*]пиразол-6-оны [1].



Мы осуществили конденсацию 3-метил-1-фенилпиразол-5-тиона с ацетоуксусным эфиром (170 °С, 2 ч) и получили 3,4-диметил-1-(фенил)тиопирано[2,3-с]пиразол-6-он с выходом 50%.



3,4-Диметил-1-(фенил)тиопирано[2,3-с]пиразол-6-он. Смесь 3.8 г (0.02 моль) 3-метил-1-фенилпиразол-5-тиона и 2.9 г (0.02 моль) ацетоуксусного эфира нагревают на металлической бане с отгонкой воды и спирта в течение 2 ч при температуре бани 170 °С. После охлаждения затвердевшую смесь кипятят со смесью 2 мл бензола и 12 мл гексана в течение 1 ч. После охлаждения отфильтровывают кристаллы тиопиранопиразола. Получают 2.6 г (50%) 3,4-диметил-1-(фенил)тиопирано[2,3-с]пиразол-6-она с т. пл. 141–143 °С. R_f 0.81 (бензол–ацетон, 1:1), Silufol, проявление иодом. УФ спектр, λ_{\max} , нм ($\lg \epsilon$): 224 (4.67), 246 (4.31), 281 (4.01), 290 (3.99), 341 (3.45). ИК спектр (КВг), ν , см^{-1} : 1640. Спектр ЯМР ^1H (500 МГц, DMSO-d_6), δ , м. д.: 2.60 (с, 3- CH_3); 2.54 (с, 4- CH_3); 6.16 (с, 5- H); 7.48–7.65 (м, $\text{H}_{\text{фенил}}$ ядра). Найдено, %: С 65.7; Н 4.7; N 11.0. $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{SO}$. Вычислено, %: С 65.6; Н 4.7; N 10.9.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. М. Khan, А. Cosenza. *J. Heterocycl. Chem.*, **19**, 1077 (1982).

Н. Л. Нам, И. И. Грандберг

Московская сельскохозяйственная
академия им. К. А. Тимирязева,
Москва 127550, Россия
e-mail: intelbioscan@mtu-net.ru

Поступило в редакцию 17.03.2003

ХГС. – 2003. – № 8. – С. 1270

ПРОСТОЙ СИНТЕЗ 1,2-ДИГИДРО-5,6-ТРИ(ТЕТРА)- МЕТИЛЕНСПИРО(ЦИКЛОПЕНТАН(ЦИКЛОГЕКСАН)-2-ТИЕНО- [2,3-*d*]ПИРИМИДИН-4(3Н)-ТИОНОВ)

Ключевые слова: 1,2-дигидро-5,6-три(тетра)метиленспиро(циклопентан(циклогексан)-2-тиено-[2,3-*d*]пиримидин-4(3Н)-тионы), цианотиоацетамид, N-(1-циклоалкенил)морфолины, алкилирование, конденсация.

Новая спирозамещенная гетероциклическая система – 1,2-дигидро-5,6-тетраметиленспиро(циклогексан-2-тиено[2,3-*d*]пиримидин-4(3Н)-тион) (**1**) – впервые получена конденсацией циклогексанона с цианотиоацетамидом и серой [1]. Недавно мы обнаружили образование этого соединения при димеризации циклогексилиденцианотиоацетамида [2]. В настоящей работе показан третий удобный путь к потенциально биологически активным спирозамещенным азотсодержащим гетероциклам **1** [3], состоящий в «one-pot» синтезе их из N-(1-циклоалкенил)морфолинов **2** и