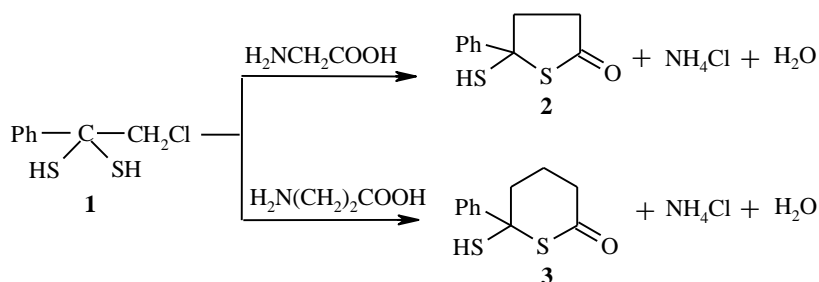


НОВЫЙ ПУТЬ К ТИАЦИКЛАН-2-ОНАМ

Ключевые слова: β-аланин, глицин, 6-меркапто-6-фенил-тетрагидро-тиопиран-2-он, 5-меркапто-5-фенилтиолан-2-он, 2-фенил-1-хлорэтан-2,2-дитиол.

Продолжая изучение химических превращений впервые синтезированных нами α-галоген-*гем*-дитиолов R-C(SH)₂-CH₂X (R = CH₃, (CH₃)₃C, C₆H₅, 4-CH₃C₆H₄, 1-C₁₀H₇, 5-Cl-2-C₄H₂S; X = F, Cl, Br) [1], мы исследовали взаимодействие 2-фенил-1-хлорэтан-2,2-дитиола (**1**) с аминокислотами, надеясь получить новые гетероциклические системы, одновременно содержащие эндоциклические атомы азота и серы.

Однако в результате взаимодействия 0.2 г (1 ммоль) *гем*-дитиола **1** с глицином в мольном отношении 1:1 во влажном эфире в течение 3 сут и последующего разделения смеси на хроматографической колонке (силикагель L 400/100, элюент хлороформ–гексан, 10:1) нами выделен не содержащий азота 5-меркапто-5-фенилтиолан-2-он (**2**). В аналогичных условиях из *гем*-дитиола **1** с β-аланином получен 6-меркапто-6-фенил-тетрагидро-тиопиран-2-он (**3**).



Строение продуктов **2** и **3** подтверждено методами ЯМР ¹H и ИК спектроскопии. В ИК спектрах соединений **2** и **3** в хлороформе присутствуют полосы, характеризующие типичные значения карбонильного поглощения в 1,2-тиолактонах (1690–1710 см⁻¹) [2, 3]. Поглощение 1410–1420 см⁻¹ соответствует ножничному колебанию фрагмента CH₂, соседнего с карбонильной группой [4]. Валентные колебания C–S проявляются при 710–720 см⁻¹, что также согласуется с наблюдаемыми частотами для эндоциклических связей C–S (в спектрах линейных сульфидов эти колебания отмечены при 690 см⁻¹) [1, 5]. Серия полос при 1280, 1180, 1000, 890 см⁻¹ обусловлена скелетными колебаниями насыщенных гетероциклов в молекулах **2** и **3** [1]. При этом их интенсивность, а также интенсивность ν^s(CH₂) 2860–2840 см⁻¹ и ν^{as}(CH₂) 2920–2940 см⁻¹ значительно увеличены вследствие большего числа метиленовых фрагментов в шестичленном гетероцикле. Полосы связей (C—C) ароматического кольца расположены в области 1600, 1580, 1490 см⁻¹, а слабое поглощение при 2520 см⁻¹ отвечает валентным колебаниям связи S–H меркаптогруппы.

Исследование новой реакции и механизма образования соединений **2** и **3** в настоящее время продолжается.

5-Меркапто-5-фенилтиолан-2-он (2). Выход 0.16 г (78%), густое масло. R_f 0.87 (Silufol

UV-254, хлороформ–гексан, 10:1). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц, CDCl_3), δ , м. д.: 3.45 (1H, с, SH); 4.22 (2H, м, CH_2); 4.67 (2H, м, CH_2); 7.46–7.93 (5H, м, C_6H_5). Найдено, %: С 56.95; Н 4.22; S 29.87, $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{OS}_2$. Вычислено, %: С 57.11; Н 4.79; S 30.49.

6-Меркапто-6-фенилтетрагидропиран-2-он (3). Выход 0.15 г (68%), т. пл. 112–113 °С (из хлороформа). R_f 0.76 (Silufol UV-254, хлороформ–гексан, 10 : 1). Спектр ЯМР ^1H (400 МГц, CDCl_3), δ , м. д.: 3.45 (1H, с, SH); 4.07 (2H, м, CH_2); 4.48 (2H, м, CH_2); 4.68 (2H, м, CH_2); 7.50–7.93 (5H, м, C_6H_5). Найдено, %: С 58.78; Н 5.15; S 28.85, $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{OS}_2$. Вычислено, %: С 58.89; Н 5.39; S 28.58.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Л. Г. Шагун, И. А. Дорофеев, Л. П. Ермолюк, Г. И. Сарапулова, М. Г. Воронков, *ЖОРХ*, в печати.
2. *Физические методы в химии гетероциклических соединений*, под ред. А. Р. Катрицкого, пер. с англ., Химия, М.–Л., 1966.
3. S. F. Birch, R. A. Dear, N. J. Hanter, E. V. Whitehead, *J. Am. Chem. Soc.*, **81**, 3430 (1959).
4. R. N. Jones, B. S. Gallagher, *J. Am. Chem. Soc.*, **81**, 5242 (1959).
5. N. J. Leonard, D. Choudnary, *J. Am. Chem. Soc.*, **79**, 156 (1957).

**Л. Г. Шагун, Г. И. Сарапулова,
Л. П. Ермолюк, М. Г. Воронков**

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

Поступило в редакцию 03.08.2001

ХГС. – 2001. – № 10. – С. 1418