

7,7-Диметил-2-метилтио-5-оксо-4-(4-хлорфенил)-3-циано-1,4,5,6,7,8-гексагидрохинолин (VII). Выход 89%. $T_{пл}$ 281...283 °С. ИК спектр: 3265...3381 (NH), 2190 (CN), 1740, 1753 cm^{-1} (CO). Спектр ПМР (ДМСО- D_6): 0,9 и 1,03 (6H, оба с, 2Me); 2,03 и 2,32 (2H, оба д, $^2J = 13,3$ Гц, $C_{(8)}H_2$); 2,45 (2H, с, $C_{(6)}H_2$); 2,52 (3H, с, SMe); 4,50 (1H, с, $C_{(4)}H$); 7,19 и 7,43 (4H, оба д, $^3J = 8,2$ Гц, Ar); 9,66 м. д. (1H, с, NH). Найдено, %: C 63,42; H 5,44; N 7,57; S 8,99. $C_{19}H_{19}ClN_2OS$. Вычислено, %: C 63,59; H 5,34; N 7,81; S 8,93.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 99-03-32965).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шаранин Ю. А., Гончаренко М. П. // ЖОрХ. — 1988. — Т. 24. — С. 460.
2. Шаранин Ю. А., Гончаренко М. П., Шестопалов А. М., Литвинов В. П., Туров А. В. // ЖОрХ. — 1991. — Т. 27. — С. 1996.
3. Гончаренко М. П. Дис...канд. хим. наук. — М., 1993.

С. Г. Кривоколыско, В. Д. Дяченко, В. П. Литвинов

Луганский государственный педагогический университет им. Тараса Шевченко,
Луганск 91011, Украина
e-mail: ksg@lep.lg.ua

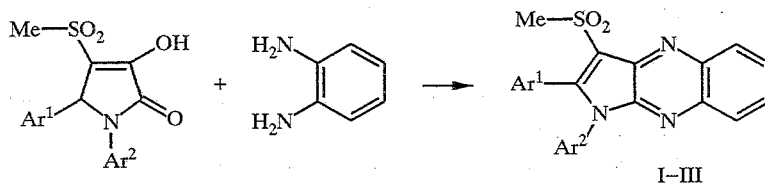
Поступило в редакцию 11.10.99

Институт органической химии
им. Н. Д. Зелинского РАН, Москва 117913
e-mail: vpl@sacr.ioc.ac.ru

ХГС. — 1999. — № 12. — С. 1691.

СИНТЕЗ 2,3-ДИАРИЛ-4-МЕТИЛСУЛЬФОНИЛПИРРОЛО[2,3-*b*]-ХИНОКСАЛИН-2-ОНОВ

Нами обнаружено, что при сплавлении 1,5-диарил-3-гидрокси-4-метилсульфонил-3-пирролин-2-онов с *орто*-фенилендиамином при 190 °С в течение 0,5 ч реакция протекает по карбонильным группам в положении 2 и 3 гетероцикла, сопровождается дегидрированием и приводит к образованию 2,3-диарил-4-метилсульфонилпирроло[2,3-*b*]хиноксалин-2-онов (I—III).



I, III $Ar^1 = C_6H_5$; II $4-MeC_6H_4$; I, II $Ar^2 = C_6H_5$; III $Ar^2 = 4-FC_6H_4$

Соединения I—III представляют собой зеленовато-желтые кристаллические вещества, хорошо растворимые в ДМСО и ДМФА, и в отличие от исходных 1,5-диарил-3-гидрокси-4-метилсульфонил-3-пирролин-2-онов [1] не дают вишневого окрашивания со спиртовым раствором хлорида железа (III).

В спектрах ПМР соединений I—III наблюдается группа линий ароматических протонов в области 7,15...8,30 и синглет трех протонов метильной группы при 3,50...3,53 м. д.

В ИК спектрах соединений I—III присутствуют полосы поглощения сульфонильной группы при 1137...1144 и 1302...1318 см^{-1} и полоса поглощения сопряженных двойных связей и ароматических протонов в области 1539...1636 см^{-1} .

В масс-спектре соединения III присутствует пик молекулярного иона с m/z 417 $\cdot [M^+]$ и фрагментный ион с m/z 338 $\cdot [M^+ - \text{CH}_3\text{SO}_2]^+$.

2,3-Дифенил-4-метилсульфонилпирроло[2,3-*b*]хиноксалин-2-он (I). Смесь 1,64 г (5 ммоль) 1,5-диарил-3-гидрокси-4-метилсульфонил-3-пирролин-2-она и 0,54 г (5 ммоль) орто-фенилендиамина выдерживают при 190 °С на металлической бане 0,5 ч. Затем к реакционной смеси добавляют около 10 мл этанола и выпавший осадок отфильтровывают. Получают 0,97 г (49%) соединения I. $T_{\text{пл}}$ 242...244 °С (из толуола). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- D_6 , ГМДС): 3,53 (3H, с, CH_3SO_2); 7,20...7,80 (14H, м, 2Ph). ИК спектр (вазелиновое масло): 1144, 1318 (SO_2), 1540 (CN), 1636 (C=C). Найдено, %: С 69,25; Н 4,27; N 10,58; S 8,14. $\text{C}_{23}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$. Вычислено, %: С 69,15; Н 4,29; N 10,52; S 8,03.

3-(4-Метилфенил)-2-фенил-4-метилсульфонилпирроло[2,3-*b*]хиноксалин-2-он (II). Получают аналогично, выход 36%. $T_{\text{пл}}$ 257...259 °С (из толуола). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- D_6 , ГМДС): 2,30 (3H, с, CH_3); 3,50 (3H, с, CH_3SO_2); 7,15...8,30 (13H, м, Ar). ИК спектр (вазелиновое масло): 1143, 1311 (SO_2), 1539 (CN), 1608 (C=C). Найдено, %: С 69,62; Н 4,65; N 10,01; S 7,61. $\text{C}_{24}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$. Вычислено, %: С 69,71; Н 4,63; N 10,16; S 7,76.

3-Фенил-2-(4-фторфенил)-4-метилсульфонилпирроло[2,3-*b*]хиноксалин-2-он (III). Получают аналогично, выход 26%. $T_{\text{пл}}$ 259...260 °С (из толуола). Спектр ЯМР ^1H (ДМСО- D_6 , ГМДС): 3,53 (3H, с, CH_3SO_2); 7,51 (13H, м, Ar). ИК спектр (вазелиновое масло): 1137, 1302 (SO_2), 1539 (CN), 1605 (C=C). Масс-спектр: m/z (I, %): 417 (27,63) $[M]^+$, 338 (59,46) $[M^+ - \text{CH}_3\text{SO}_2]^+$. Найдено, %: С 66,12; Н 3,92; N 10,12; S 7,60. $\text{C}_{23}\text{H}_{16}\text{FN}_3\text{O}_2\text{S}$. Вычислено, %: С 66,17; Н 3,86; N 10,07; S 7,68.

Спектры ЯМР ^1H регистрировали на спектрометре Bruker AM-300 в ДМСО- D_6 , внутренний стандарт ГМДС. ИК спектры измерены на приборе UR-20 в вазелиновом масле. Масс-спектры получены на спектрометре МАТ-311А (40 эВ).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Катаева А. В., Гейн В. Л., Гейн Л. Ф., Алиев З. Г. // ЖОХ. — 1999. — Т. 69. — Вып. 4. — С. 697.

В. Л. Гейн, Л. Ф. Гейн, А. В. Катаева

Пермская государственная фармацевтическая академия, Пермь 614000, Россия
e-mail: G10@pharm.perm.ru

Поступило в редакцию 26.10.99