

Л. А. Баева\*, Л. Ф. Бикташева, Т. С. Никитина,  
А. А. Фатыхов, Н. К. Ляпина

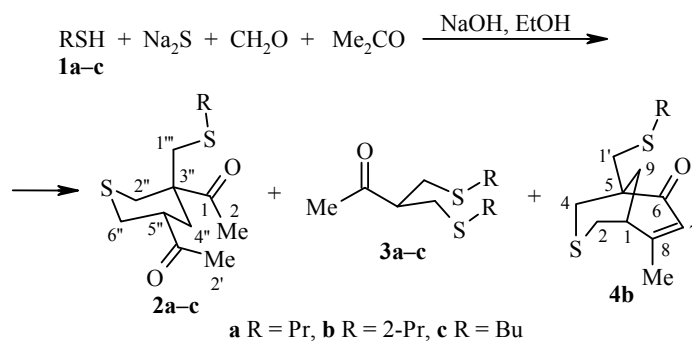
СИНТЕЗ  
1,1'-{3-[(АЛКИЛСУЛЬФАНИЛ)МЕТИЛ]ТЕТРАГИДРО-  
2*H*-ТИОПИРАН-3,5-ДИИЛ}ДИЭТАНОНОВ  
НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДА НАТРИЯ И ТИОЛОВ

Взаимодействием сульфида натрия и тиолов с формальдегидом и ацетоном в растворе гидроксида натрия или в этаноле получены 1,1'-{3-[(алкилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтаноны.

**Ключевые слова:** 1,1'-{3-[(алкилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтаноны, сульфид натрия, тиолы, многокомпонентная конденсация.

Ранее [1] нами разработан однореакторный метод синтеза 1,1'-{3-[(метилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтанона, основанный на четырёхкомпонентной конденсации ацетона и формальдегида с сульфидом и метантиолатом натрия, присутствующими в не утилизируемых сульфидно-щелочных растворах газоперерабатывающих предприятий. Найдено, что дисульфоксид [2], полученный из 8-метил-5-[(метилсульфанил)метил]-3-тиабицикло[3.3.1]нон-7-ен-6-она [1, 3, 4] – продукта внутримолекулярной кротоновой конденсации 1,1'-{3-[(метилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтанона, проявляет противовоспалительное и антиаритмическое [5] действие, а эпоксидисульфид из этого же соединения – противовирусную активность в отношении вируса гриппа В [2].

В настоящей работе с целью расширения границ метода изучена возможность синтеза 1,1'-{3-[(алкилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтанонов взаимодействием ацетона с формальдегидом, сульфидом натрия и алифатическими тиолами. Показано, что конденсация сульфида натрия (1.2–5.7% водный раствор) и 1-пропан-, 2-пропан- или 1-бутантиола (**1a–c**) с четырёхкратным избытком формальдегида и ацетона в этаноле при 20 °С в течение 1–2 ч приводит к соответствующим 1,1'-{3-[(алкилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтанонам **2a–c** с выходами 54, 31 и 47% (в расчёте на сульфид натрия) соответственно.



Тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диилдиэтаноны **2a–c** синтезировали следующим образом: в 10% растворе NaOH тиолы **1a–c** превращаются в тиолаты натрия, далее полученные *in situ* тиолаты вступают во взаимодействие с сульфидом натрия, формальдегидом и ацетоном. Этот метод позволяет получать целевой продукт с более высоким выходом, чем в случае проведения реакции без гидроксида натрия (таблица, опыты 4, 5). Однако в растворе NaOH взаимодействие сопровождается осмолением смеси. Наилучшие выходы соединений **2a–c** достигаются при конденсации кетона, формальдегида и сульфида натрия непосредственно с тиолами в этаноле, в котором не наблюдается смолообразования (опыты 6, 8, 10). Выходы тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диилдиэтанонов **2a–c** снижаются с уменьшением концентрации сульфида натрия (опыты 3 и 4) и расхода исходных компонентов (опыты 1, 2 и 4). Реакционная способность тиолов возрастает при переходе от 2-пропан- к 1-бутан- и 1-пропантиолам.

В ходе реакции наряду с образованием тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диилдиэтанонов **2a–c** протекает конкурирующее алкилтиометилирование ацетона формальдегидом и тиолами **1a–c**, приводящее к 1,1-бис(алкилсульфанилметил)пропан-2-онам **3a–c**. В условиях реакции, когда выходы целевых продуктов незначительны (таблица, опыты 1, 7, 9), выходы бис(алкилсульфанилметил)замещённых пропан-2-онов **3a–c** достигают 75, 74, 53% (в расчёте на тиол) соответственно. На примере соединения **2b** установлено, что при увеличении продолжительности реакции наблюдается его внутримолекулярная циклизация в 8-метил-5-[(2-пропилсульфанил)метил]-3-тиабицикло[3.3.1]нон-7-ен-6-он (**4b**), выход которого за 3 ч составляет 10%.

Состав и строение соединений **2a–c**, **3a–c** и **4b** подтверждены данными элементного анализа и спектральных исследований. ИК спектры тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диилдиэтанонов **2a–c** и тиабицикло[3.3.1]нон-7-ен-6-она **4b** содержат две (1701, 1705–1708 см<sup>-1</sup>) и одну (1662 см<sup>-1</sup>) полосы поглощения

Условия конденсации сульфида натрия и тиолов с формальдегидом и ацетоном (5.7% раствор Na<sub>2</sub>S, 20 °С, 1–2 ч) и выходы соединений **2a–c**

№ опыта	Тиол	Мольное соотношение Na <sub>2</sub> S:тиол:NaOH:CH <sub>2</sub> O:кетон	Степень превращения***, %		Продукт	Содержание соединения <b>2</b> в смеси, %	Выход соединения <b>2</b> (в расчёте на Na <sub>2</sub> S), %
			Na <sub>2</sub> S	Тиол			
1	PrSH	1:1:1:2.5:2.5	78	89	<b>2a</b>	15	13
2	PrSH	1:1:1:4:2.5	82	90	<b>2a</b>	42	37
3*	PrSH	1:1:1:4:4	85	92	<b>2a</b>	33	32
4	PrSH	1:1:1:4:4	100	98	<b>2a</b>	50	46
5	PrSH	1:1:0:4:4	99	93	<b>2a</b>	28	25
6**	PrSH	1:1:0:4:4	99	98	<b>2a</b>	60	54
7	2-PrSH	1:1:1:4:4	97	96	<b>2b</b>	8	9
8**	2-PrSH	1:1:0:4:4	99	98	<b>2b</b>	38	31
9	BuSH	1:1:1:4:4	92	94	<b>2c</b>	14	11
10**	BuSH	1:1:0:4:4	99	99	<b>2c</b>	54	47

\* 1.2% раствор Na<sub>2</sub>S.

\*\* В EtOH.

\*\*\* Согласно потенциметрическому определению [6] содержания сульфидной и меркаптидной серы в реакционной смеси.

карбонильных групп соответственно. В спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  всех соединений **2a–c**, наряду с сигналами семи неэквивалентных протонов трёх метиленовых и метиновой групп цикла, наблюдаются характерные синглеты протонов двух ацетильных групп (2.14–2.21 и 2.23–2.30 м. д.), а также триплет (0.90 м. д., соединения **2a,c**) или дублет (1.17 м. д., соединение **2b**) метильных и сигналы метиленовых групп алкилтиометильного заместителя. По сравнению с тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диилдиэтаном **2b**, в спектре ЯМР  $^1\text{H}$  тиабцикло-[3.3.1]нон-7-ен-6-она **4b** отсутствуют синглетные сигналы протонов двух ацетильных групп, но наблюдаются синглеты метильной группы при двойной связи (1.88 м. д.) и олефинового протона при 6.14 м. д. В спектре ЯМР  $^{13}\text{C}$  соединения **4b** присутствует сигнал углерода (199.6 м. д.) кетогруппы, сопряженной с двойной связью, углеродные атомы которой резонируют при 131.3 и 160.2 м. д.

Поскольку внутримолекулярная кротоновая конденсация соединения **2b** может вести к двум изомерным 1- и 5-[(2-пропилсульфанил)метил]-8-метил-3-тиабцикло[3.3.1]нон-7-ен-6-онам, структура единственного образующегося изомера **4b** была уточнена с помощью двумерного ЯМР  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  спектра, зарегистрированного в режиме НМВС. В ЯМР  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  спектре соединения **4b** наблюдаются кросс-пики между протонами метильной группы при двойной связи (1.88 м. д.) и атомами С-7 (131.3), С-8 (160.2), С-1 (36.7 м. д.), но отсутствует кросс-пик с атомом С-5 (44.1 м. д.).

Аналогично 1,1'-{3-[(метилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтанону [1] в молекуле соединения **2a** ацетильная группа при атоме С-5" занимает преимущественно экваториальное положение, о чём свидетельствуют высокие значения вицинальных КССВ между протонами Н-5" и Н-4",6" ( $J_{6"a,5"a} = J_{5"a,4"a} = 11.9$  Гц) в спектрах ЯМР  $^1\text{H}$ . Диэкваториальное расположение ацетильных групп объясняет относительную устойчивость соединений **2a–c** к внутримолекулярной циклизации в изученных условиях синтеза.

Таким образом, реакция в четырёхкомпонентной системе сульфид натрия – тиол (тиолат натрия) – формальдегид – ацетон позволяет получать в одну стадию 1,1'-{3-[(алкилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтаноны и расширяет синтетические возможности ранее описанного метода.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записаны на приборе Spесord М-80 в тонком слое. Спектры ЯМР  $^{13}\text{C}$  и  $^1\text{H}$  зарегистрированы на спектрометре Bruker AM-300 (75 и 300 МГц соответственно), двумерные ЯМР  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$ ,  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  эксперименты COSY, NOESY и HSQC, НМВС – на спектрометре Bruker Avance III (500 МГц). Все спектры ЯМР зарегистрированы в  $\text{CDCl}_3$  относительно ТМС. Масс-спектры получены на приборе Thermo Finnigan MAT 95 XP с прямым вводом вещества при энергии ионизации 70 эВ. ГЖХ анализ проводился на хроматографе Хром-5, колонка 2.4 м × 3 мм, неподвижная фаза SE-30 (5%) на хроматоне N-AW-DMCS (0.16–0.20 мм), рабочая температура 50–300 °С, пламенно-ионизационный детектор, газ-носитель – гелий. Контроль за ходом реакции осуществлялся путём определения содержания сульфидной и меркаптидной серы потенциометрическим титрованием аммиаком азотнокислого серебра [6]. В качестве сорбента применялся силикагель фирмы Acros, 0.060–0.200 мм, 60 А.

**Синтез 1,1'-{3-[(алкилсульфанил)метил]тетрагидро-2*H*-тиопиран-3,5-диил}диэтанонов 2a–c** (общая методика). А. К 6.6 мл (18.3 ммоль) 10% водного раствора

NaOH при перемешивании добавляют 18.3 ммоль соответствующего тиола. Через 30 мин последовательно прибавляют 25 г (18.3 ммоль) 5.7% водного раствора Na<sub>2</sub>S, 6.1 мл (73.2 ммоль) 33% раствора формальдегида, 5.4 мл (73.2 ммоль) ацетона и перемешивают при комнатной температуре 1–2 ч. Затем отделяют органический слой, а водно-щелочной слой разбавляют водой (1:2) и экстрагируют CHCl<sub>3</sub> (3 × 20 мл). Экстракт, объединённый с ранее выделенным органическим слоем, промывают 10% раствором HCl, водой (1:1 по объёму) и сушат MgSO<sub>4</sub>. Растворитель отгоняют, получают из 1-пропан-, 2-пропан- и 1-бутантиолов соответственно 4.61, 5.51, 4.27 г смеси веществ, которые хроматографируют (в количестве 1 г) на колонке с силикагелем (элюент EtOAc–гексан, 1:2).

Б. К раствору 18.3 ммоль тиола в 25 мл EtOH последовательно прибавляют 25 г (18.3 ммоль) 5.7% водного раствора Na<sub>2</sub>S, 6.1 мл (73.2 ммоль) 33% раствора формальдегида, 5.4 мл (73.2 ммоль) ацетона и перемешивают при комнатной температуре 1 ч. Далее обрабатывают аналогично методу А. Получают 4.56, 4.10 и 5.66 г смеси веществ из 1-пропан-, 2-пропан- и 1-бутантиола соответственно.

**1,1'-{3-[Пропилсульфанил]метил}тетрагидро-2H-тиопиран-3,5-диил}диэтанон (2a).** Светло-жёлтое маслообразное вещество, выход 0.50 г (46%, метод А), 0.60 г (54%, метод Б). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 1701, 1707 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (*J*, Гц): 0.90 (3H, т,  $J_{5^m,4^m} = 7.3$ , CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 1.10 (1H, т,  $J_{4^a,5^a} = 11.9$ , 4"-CHa); 1.50 (2H, секстет,  $J_{3^m,4^m} = J_{5^m,4^m} = 7.3$ , CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 2.14 (3H, с, 2'-CH<sub>3</sub>); 2.24 (3H, с, 2-CH<sub>3</sub>); 2.40 (2H, т,  $J_{3^m,4^m} = 7.3$ , CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 2.47–2.55 (3H, м, 6"-CH<sub>2</sub>, 4"-CHe); 2.56 (2H, с, 1"-CH<sub>2</sub>); 2.65 (1H, д,  $^2J = 14.2$ , 2"-CHa); 2.78 (1H, т. т,  $J_{6^a,5^a} = J_{5^a,4^a} = 11.9$ ,  $J_{5^a,6^e} = J_{5^a,4^e} = 2.9$ , 5"-CH); 2.88 (1H, д. т,  $^2J = 14.2$ ,  $J_{2^e,4^e} = J_{2^e,6^e} = 2.4$ , 2"-CHe). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 13.3 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 22.8 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 26.4 (C-2); 28.3 (C-2'); 29.1 (C-6"); 34.4 (C-4"); 34.6 (C-2"); 36.5 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 42.8 (C-1"); 48.4 (C-5"); 53.0 (C-3"); 209.2 (C-1); 209.6 (C-1'). Найдено, *m/z*: 274.1061 [M]<sup>+</sup>. Вычислено, *m/z*: 274.1056. Найдено, %: C 56.97; H 7.83; S 24.09. C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>. Вычислено, %: C 56.89; H 8.08; S 23.37.

**1,1'-{3-[2-Пропилсульфанил]метил}тетрагидро-2H-тиопиран-3,5-диил}диэтанон (2b).** Светло-жёлтое маслообразное вещество, выход 0.11 г (9%, метод А), 0.38 г (31%, метод Б). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 1701, 1705 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (*J*, Гц): 1.10 (1H, м, 4"-CHa); 1.17 (6H, д,  $^3J = 6.5$ , CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 2.14 (3H, с, 2'-CH<sub>3</sub>); 2.23 (3H, с, 2-CH<sub>3</sub>); 2.49–2.55 (3H, м, 6"-CH<sub>2</sub>, 4"-CHe); 2.56 (2H, с, 1"-CH<sub>2</sub>); 2.66 (1H, д,  $^2J = 14.1$ , 2"-CHa); 2.72–2.76 (1H, м, CHMe<sub>2</sub>); 2.77 (1H, м, 5"-CHa); 2.88 (1H, д. т,  $^2J = 14.1$ ,  $J_{2^e,4^e} = J_{2^e,6^e} = 2.0$ , 2"-CHe). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 23.2 (CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 26.3 (C-2); 28.3 (C-2'); 29.1 (C-6"); 34.4 (C-4"); 34.6 (C-2"); 36.8 (CHMe<sub>2</sub>); 40.7 (C-1"); 48.4 (C-5"); 52.6 (C-3"); 209.2 (C-1); 209.5 (C-1'). Найдено, *m/z*: 274.1061 [M]<sup>+</sup>. Вычислено, *m/z*: 274.1056. Найдено, %: C 56.70; H 7.94; S 23.59. C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>. Вычислено, %: C 56.89; H 8.08; S 23.37.

**1,1'-{3-[Бутилсульфанил]метил}тетрагидро-2H-тиопиран-3,5-диил}диэтанон (2c).** Жёлтое масло, выход 0.10 г (11%, метод А), 0.44 г (47%, метод Б). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 1701, 1708 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (*J*, Гц): 0.90 (3H, т,  $J_{6^m,5^m} = 7.2$ , CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 1.12–1.16 (1H, м, 4"-CHa); 1.38 (2H, м, CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 1.56 (2H, м, CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 2.21 (3H, с, 2'-CH<sub>3</sub>); 2.30 (3H, с, 2-CH<sub>3</sub>); 2.48 (2H, т,  $J_{3^m,4^m} = 7.5$ , CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 2.56–2.61 (2H, м, 6"-CH<sub>2</sub>, 4"-CHe); 2.62 (2H, с, 1"-CH<sub>2</sub>); 2.71 (1H, д,  $^2J = 14.0$ , 2"-CHa); 2.85 (1H, м, 5"-CHa); 2.94 (1H, д. т,  $^2J = 14.1$ ,  $J_{2^e,4^e} = J_{2^e,6^e} = 2.4$ , 2"-CHe). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C,  $\delta$ , м. д.: 13.6 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 21.8 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 26.3 (C-2); 28.3 (C-2'); 29.1 (C-6"); 29.7 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 34.2 (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 34.4 (C-4"); 34.6 (C-2"); 42.8 (C-1"); 48.4 (C-5"); 53.0 (C-3"); 209.2 (C-1); 209.6 (C-1'). Найдено, *m/z*: 288.1221 [M]<sup>+</sup>. Вычислено, *m/z*: 288.1212. Найдено, %: C 58.89; H 8.21; S 22.36. C<sub>14</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>. Вычислено, %: C 58.29; H 8.39; S 22.23.

**1,1-бис(Пропилсульфанилметил)пропан-2-он (3a).** Выход 0.08 г (18%, метод А). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 1712 (C=O). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H,  $\delta$ , м. д. (*J*, Гц): 0.95 (6H, т,  $^3J = 7.1$ , 2CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 1.57 (4H, секстет,  $^3J = 7.1$ , 2CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 2.24 (3H, с, CH<sub>3</sub>CO); 2.46

(4H, т,  $^3J = 7.1$ ,  $2SCH_2CH_2$ ); 2.63–2.78 (4H, м,  $2CH_2SPr$ ); 2.74–2.82 (1H, кв,  $^3J = 6.6$ , COCH). Спектр ЯМР  $^{13}C$ ,  $\delta$ , м. д.: 13.5 ( $CH_2CH_2CH_3$ ); 22.9 ( $CH_2CH_2CH_3$ ); 31.0 ( $CH_3CO$ ); 38.1 ( $SCH_2CH_2$ ); 38.9 ( $CH(CH_2SPr)_2$ ); 52.5 (COCH); 216.7 (CO). Найдено, %: C 56.24; H 9.42; S 27.48.  $C_{11}H_{22}OS_2$ . Вычислено, %: C 56.36; H 9.46; S 27.36.

Соединения **3b,c** выделяют с помощью вакуумной фракционной перегонки смеси, полученной по методу А.

**1,1-бис(2-Пропилсульфанилметил)пропан-2-он (3b)**. Выход 1.59 г (74%), т. кип. 135–136 °С (1 мм рт. ст.),  $n_D^{20}$  1.4956,  $d_4^{20}$  0.994. ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : 1714 (C=O). Спектр ЯМР  $^1H$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.24 (12H, д,  $^3J = 7.1$ ,  $2CH(CH_3)_2$ ); 2.25 (3H, с,  $CH_3CO$ ); 2.67–2.97 (7H, м, COCH,  $2CH(CH_3)_2$ ,  $2CH_2S$ ). Спектр ЯМР  $^{13}C$ ,  $\delta$ , м. д.: 22.9, 23.0 ( $CH(CH_3)_2$ ); 30.5 ( $CH_3CO$ ); 31.0 ( $CH_2S$ ); 35.3 ( $CH(CH_3)_2$ ); 52.1 (COCH); 209.2 (CO). Найдено, %: C 56.43; H 9.44; S 27.27.  $C_{11}H_{22}OS_2$ . Вычислено, %: C 56.36; H 9.46; S 27.36.

**1,1-бис(Бутилсульфанилметил)пропан-2-он (3c)**. Выход 1.27 г (53%), т. кип. 164–165 °С (1 мм рт. ст.),  $n_D^{20}$  1.4978. ИК и ЯМР  $^1H$  спектры соединения **3c** идентичны опубликованным в работе [7].

**8-Метил-5-[(2-пропилсульфанил)метил]-3-тиабицикло[3.3.1]нон-7-ен-6-он (4b)**. Светло-жёлтое маслообразное вещество, выход 0.11 г (10%, метод Б, за 3 ч). ИК спектр,  $\nu$ ,  $cm^{-1}$ : 1662 (C=O), 1628 (C=C). Спектр ЯМР  $^1H$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 1.15 (6H, д,  $^3J = 6.5$ ,  $CH(CH_3)_2$ ); 1.61 (1H, д,  $^2J = 12.9$ , 4-CHa); 1.88 (3H, с, 8-CH<sub>3</sub>); 2.15 (1H, д,  $^2J = 12.7$ , 9-CHa); 2.25 (1H, д,  $^2J = 13.4$ , 2-CHa); 2.30 (1H, д,  $^2J = 12.9$ , 4-CHe); 2.40 (1H, д,  $^2J = 12.9$ , 1'-CH); 2.63 (1H, м, 9-CHe); 2.66 (1H, м,  $CHMe_2$ ); 2.69 (1H, м, 1-CH); 2.82 (1H, д,  $^2J = 12.9$ , 1'-CH); 2.95 (1H, д,  $^2J = 13.4$ , 2-CHe); 6.14 (1H, с, 7-CH). Спектр ЯМР  $^{13}C$ ,  $\delta$ , м. д.: 22.7 (8-CH<sub>3</sub>); 23.2, 23.4 ( $CH(CH_3)_2$ ); 28.0 (C-2); 33.7 (C-9); 36.4 (2C, C-4,  $CH(CH_3)_2$ ); 36.7 (C-1); 38.4 (C-1'); 44.1 (C-5); 131.3 (C-7); 160.2 (C-8); 199.6 (C-6). Найдено,  $m/z$ : 256.0938 [M]<sup>+</sup>. Вычислено,  $m/z$ : 256.0950. Найдено, %: C 60.97; H 7.83; S 24.49.  $C_{13}H_{20}OS_2$ . Вычислено, %: C 60.89; H 7.86; S 25.01.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Л. А. Баева, А. Д. Улендеева, О. В. Шитикова, Н. К. Ляпина, *XTC*, 1494 (2009). [*Chem. Heterocycl. Compd.*, **45**, 1197 (2009).]
2. А. Д. Улендеева, Л. А. Баева, Т. С. Никитина, Л. В. Спирихин, Е. В. Васильева, Н. К. Ляпина, *Нефтехимия*, **44**, 388 (2004).
3. А. Д. Улендеева, Л. А. Баева, Е. Г. Галкин, Е. В. Васильева, Н. К. Ляпина, *Нефтехимия*, **38**, 214 (1998).
4. А. Д. Улендеева, Л. А. Баева, Н. К. Ляпина, В. Н. Нестеров, Е. В. Васильева, *Нефтехимия*, **40**, 311 (2000).
5. А. Д. Улендеева, Т. С. Никитина, Л. А. Баева, Л. В. Спирихин, Л. Т. Карачурина, Р. Ю. Хисамутдинова, Н. С. Макара, Ф. С. Зарудий, Н. К. Ляпина, *Хим.-фарм. журн.*, **38**, № 12, 15 (2004).
6. И. А. Рубинштейн, З. А. Клейменова, Е. П. Соболев, в кн. *Методы анализа органических соединений нефти, их смесей и производных*, Москва, 1960, с. 74.
7. В. И. Дронов, Р. Ф. Нигматуллина, Л. В. Спирихин, Ю. Е. Никитин, *Журн. орган. химии*, **14**, 2357 (1978).

Институт органической химии  
Уфимского научного центра РАН,  
пр. Октября, 71, Уфа 450075, Россия  
e-mail: sulfur@anrb.ru

Поступило 8.12.2011