

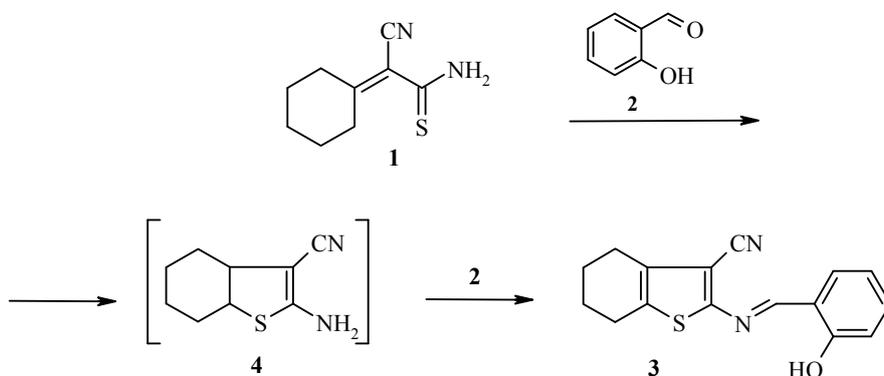
ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

НЕОЖИДАННОЕ ОБРАЗОВАНИЕ
(*E*)-2-(2-ГИДРОКСИБЕНЗИЛИДЕНАМИНО)-4,5,6,7-ТЕТРАГИДРОБЕНЗО-
[*b*]ТИОФЕН-3-КАРБОНИТРИЛА ПРИ ВЗАИМОДЕЙСТВИИ
2-ЦИАНОЦИКЛОГЕКСИЛИДЕНЭТАНТИОАМИДА С САЛИЦИЛОВЫМ
АЛЬДЕГИДОМ

Ключевые слова: 2-амино-4,5,6,7-тетрагидробензо[*b*]тиофен-3-карбонитрил, (*E*)-2-(2-гидроксипбензилиденамино)-4,5,6,7-тетрагидробензо[*b*]тиофен-3-карбонитрил, салициловый альдегид, реакция Гевальда.

Продолжая исследования по синтезу спирозамещенных гетероциклов из 2-цианоциклогексиденэтанттиоамида (**1**) [1–3], мы установили, что его реакция с салициловым альдегидом (**2**) в этаноле при 20 °С в присутствии морфолина неожиданно приводит к образованию (*E*)-2-(2-гидроксипбензилиденамино)-4,5,6,7-тетрагидробензо[*b*]тиофен-3-карбонитрила (**3**). Вероятно, в ходе синтеза реализуется формирование по реакции Гевальда [4] 2-амино-4,5,6,7-тетрагидробензо[*b*]тиофена **4**, конденсирующегося далее с салициловым альдегидом (**2**) с образованием основания Шиффа **3**. Отметим, что 2-цианоциклогексиденэтанттиоамид самоконденсируется в присутствии аминов в этаноле при 20 °С до 2,3-дигидро-5,6-тетраметиленспиро(циклогексан-2-тиено[2,3-*d*]пиридин)-4(1H)-тиона [1].

Строение соединения **3** доказано методом РСА, данные которого совпали с опубликованными ранее [5]. Другие его характеристики, кроме т. пл., неизвестны.



ИК спектр регистрировали на приборе Perkin–Elmer FJR Spectrum One в KBr. Спектр ЯМР ^1H получали на приборе Bruker Avance II 400 (400 МГц) в DMSO-d_6 , внутренний стандарт TMS, масс-спектр – на приборе Crommas GC/MS-Hewlett-Packard 5890/5972, колонка HP-5 MS (70 эВ) в растворе CH_2Cl_2 . Контроль за ходом реакции и чистотой полученного соединения осуществляли методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254 в системе ацетон–гексан, 3 : 5, проявитель – пары иода и УФ облучение. Температуру плавления определяли на блоке Кофлера.

2-Цианоциклогексиденэтанттиоамид получен по методике [6].

(E)-2-(2-Гидроксibenзилденамино)-4,5,6,7-тетрагидробензо[b]тиофен-3-карбонитрил (3). К раствору 1.8 г (10 ммоль) ттиоамида **1** в 20 мл этанола при перемешивании при 20 °С прибавляют 1.07 мл (10 ммоль) салицилового альдегида (**2**) и 0.87 мл (10 ммоль) морфолина, перемешивают 1 ч и оставляют ещё на 2 ч, образовавшийся осадок отфильтровывают, промывают этанолом и гексаном. Выход 2.26 г (84%). Т. пл. 190–193 °С (из спирта) (т. пл. 194–195 °С [7]). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 3457 (ОН), 2219 ($\text{C}\equiv\text{N}$), 1679 ($\text{N}=\text{C}$). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 11.48 (1H, уш. с, ОН); 8.85 (1H, с, $\text{N}=\text{CH}$); 7.80 (1H, д, $J = 8.0$, H аром.); 7.45 (1H, т, $J = 8.0$, H аром.); 6.97–7.01 (2H, м, H аром.); 2.71 (2H, м, CH_2); 2.58 (2H, м, CH_2); 1.79–1.81 (4H, м, 2CH_2). Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 283 [$\text{M}+1$] $^+$ (100). Найдено, %: С 67.93; Н 4.01; N 9.85. $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{OS}$. Вычислено, %: С 68.06; Н 4.10; N 9.92.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. Д. Дяченко, Э. Б. Русанов, В. Д. Дяченко, А. Н. Чернега, С. М. Десенко, *XTC*, 1554 (2003). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **39**, 1369 (2003)].
2. О. Д. Дяченко, В. Д. Дяченко, С. М. Десенко, *Укр. хім. журн.*, 115 (2003)
3. А. Д. Дяченко, С. М. Десенко, В. Д. Дяченко, Э. Б. Русанов, *XTC*, 872 (2003). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **39**, 744 (2003)].
4. K. Gewald, E. Schinke, H. Böttcher, *Chem. Ber.*, **99**, 94 (1966).
5. Y. Elerman, A. Elmani, *Acta Crystallogr.*, **C54**, 529 (1998).
6. G. E. N. Elgemeie, H. A. Regaila, N. Shehata, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, 1267 (1990).
7. J. D. Romanathan, D. G. Mamboothiri, G. F. Shah, V. Radhakrishnan, H. V. Mehta, A. C. Padhya, *J. Indian Chem. Soc.*, **55**, 822 (1978).

В. Д. Дяченко*, Ю. Ю. Пугач, О. В. Шишкин^а

Луганский национальный университет
им. Тараса Шевченко, Луганск 91011,
ул. Оборонная, 2, Украина
e-mail: dvd_lug@online.lg.ua

Поступило 30.11.2010

^аИнститут монокристаллов НАН Украины,
Харьков 61001, ул. Ленина, 60, Украина
e-mail: shishkin@xray.isc.kharkov.com