

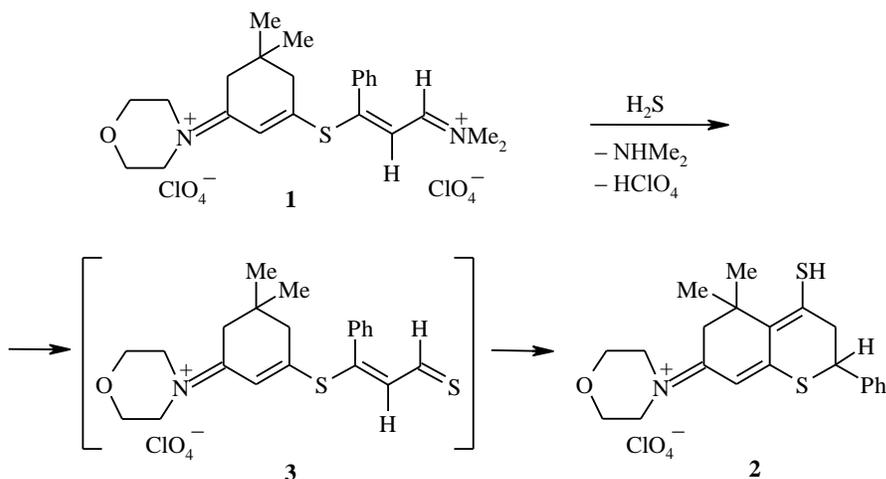
ПЕРХЛОРАТ 4-МЕРКАПТО-5,5-ДИМЕТИЛ-2-ФЕНИЛ- 2,3,5,6-ТЕТРАГИДРО-7Н-ТИОХРОМЕН-7-ИЛИДЕНМОРФОЛИНИЯ

Ключевые слова: диперхлорат (1-N,N-диметилиммоний-3-фенилпроп-2-ен-3-ил) (5,5-диметил-1-морфолиниоциклогекс-2-ен-3-ил)сульфида, перхлорат 4-меркапто-5,5-диметил-2-фенил-2,3,5,6-тетрагидро-7Н-тиохромен-7-илиденморфолиния, гидротиилиз.

Ранее мы показали, что диперхлорат (1-N,N-диметилиммоний-3-фенил-проп-2-ен-3-ил)(5,5-диметил-1-морфолиниоциклогекс-2-ен-3-ил)сульфида (**1**) в среде метанола в присутствии каталитического количества триэтил-амин легко превращается в перхлорат 5,5-диметил-7-морфолинио-2-фе-нил-5,6-дигидро-7Н-тиохромена [1].

При исследовании гидротиилиза диперхлората **1** оказалось, что конечным продуктом его реакции с сероводородом в ДМФА является до сих пор неизвестный перхлорат 4-меркапто-5,5-диметил-2-фенил-2,3,5,6-тетрагидро-7Н-тиохромен-7-илиденморфолиния (**2**). Процесс, вероятно, протекает через промежуточное образование перхлората (1-тиоксо-3-фе-нилпроп-2-ен-3-ил)(5,5-диметил-1-морфолиниоциклогекс-2-ен-3-ил)сульфида (**3**), который далее циклизуется.

Эта реакция является новым примером синтеза труднодоступных про-изводных тioxромена исходя из енаминотиокетонoв и галогензамещен-ных солей иммония [2].



Перхлорат 4-меркапто-5,5-диметил-2-фенил-2,3,5,6-тетрагидро-7Н-тиохромен-7-илиден-морфолиния (2). В раствор 0.24 г (0.4 ммоль) диперхлората (1-N,N-диметилиммоний-3-фе-нилпроп-2-ен-3-ил)(5,5-диметил-1-морфолиниоциклогекс-2-ен-3-ил)сульфида (**1**) [2] в 5 мл ДМФА при 20 °С в течение 30 мин пропускают сухой сероводород (контроль по ТСХ, Silufol, хлороформ–этилацетат, 3:1). Реакционную смесь выливают на 30 г смеси льда и воды. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой и высушивают в вакууме над СаСl₂. Получают 0.15 г (80%) соединения **2** в виде порошка горчичного цвета с т. пл. 123–125 °С. Спектр ЯМР ¹Н (400 МГц, ДМСО-d₆, ГМДС), δ, м. д.: 0.82 и 0.87 (6H, с, 2СН₃); 2.44 (2H, м, 6-СН₂); 2.64 (2H, м, 3-СН₂); 3.55 (1H, с, SH); 3.66 (1H, м, 2-СН); 3.67 и 3.83 (8H, м, СН₂Н⁺СН₂ и СН₂ОСН₂); 6.30 (1H, с, НС=); 7.35–7.57 (5H, м, С₆Н₅). Спектр ЯМР ¹³С (ДМСО-d₆, ГМДС), δ, м. д.: 27.4, 27.6 (СН₃); 34.5 (С₍₅₎); 43.0 (=N⁺(СН₂)₂); 50.3 (С₍₆₎); 50.9 (С₍₃₎); 63.4 (О(СН₂)₂); 66.1 (С₍₂₎); 110.0 (С=N⁺); 122.1 (=С–Н); 127–140 (С_{Ph}, С₍₄₎, С₍₉₎, С₍₁₀₎). ИК спектр (КВr), ν, см⁻¹: 623 и 1096 (СlO₄), 1556, 1576 (С=С), 1651 (С=N⁺), 2484 (SH). Найдено, %: С 54.20; Н 5.45; Cl 6.84; N 2.17; S 13.82. С₂₁Н₂₆СlN₃O₅S₂. Вычислено, %: С 53.45; Н 5.51; Cl 7.53; N 2.97; S 13.57.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 05-03-32036).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Л. В. Тимохина, В. К. Бельский, Д.-С. Д. Торяшинова, Г. М. Панова, О. Б. Козырева, М. П. Яценко, М. Г. Воронков, *ЖОрХ*, **33**, 1566 (1997).
2. Л. В. Тимохина, В. А. Усов, М. Г. Воронков, О. Б. Козырева, Г. М. Панова, М. П. Яценко, *ЖОрХ*, **31**, 1092 (1995).

Л. В. Тимохина, О. В. Сокольникова, Л. В. Каницкая,

Д.-С. Д. Торяшинова, М. Г. Воронков

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

Поступило в редакцию 13.05.2005

ХГС. – 2005. – № 11. – С. 1697
