

3-Метил-3-бензиламіносультфолан був ідентифікований у вигляді гідрохлориду, оскільки на повітрі вільна основа темніє. Будова синтезованих сполук підтверджена даними елементного аналізу, ІЧ-, ПМР- і ЯМР  $^{13}\text{C}$ - спектроскопії.

Ізомерного 4-аміно-3-метилсультфолану в реакційній суміші не знайдено. Є дані, що три- заміщені сультфолени-2 не приєднують аміни [26]. Однак нами встановлено, що 3-метилсультфолен-2 приєднує метиламін при 60-65 °С протягом 30 год з утворенням 3-метилсультфоланіл-3-метиламіну з виходом 55 %.

Ідентичність продуктів, одержаних при взаємодії сполук 1.11 і 1.13 з метиламіном, підтверджує, що спочатку протікає реакція ізомеризації подвійного вуглець-вуглецевого зв'язку в кільці сультфолону з наступною реакцією нуклеофільного приєднання аміну до похідного сультфолену-2.

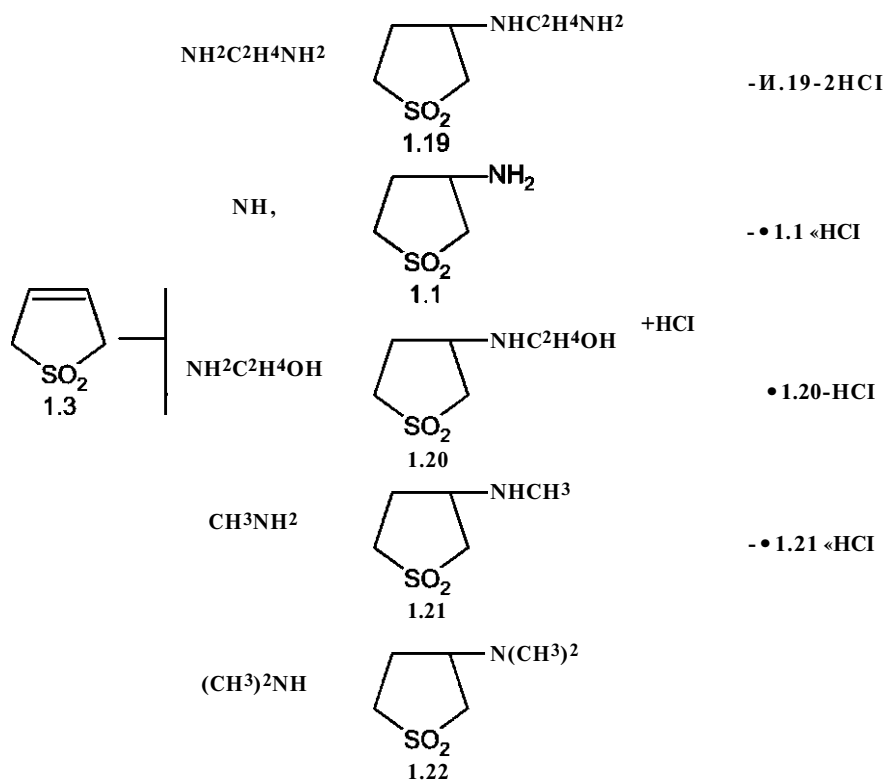
Збільшення швидкості конверсії 3-метилсультфолену-3 в продукти приєднання амінів по  $\text{C}=\text{C}$ -зв'язку в присутності гідроксиду кальцію пояснюється підвищенням швидкості ізомеризації до 3-метилсультфолену-2 за рахунок більшої основності гідроксиду кальцію порівняно з основністю аміаку чи амінів.

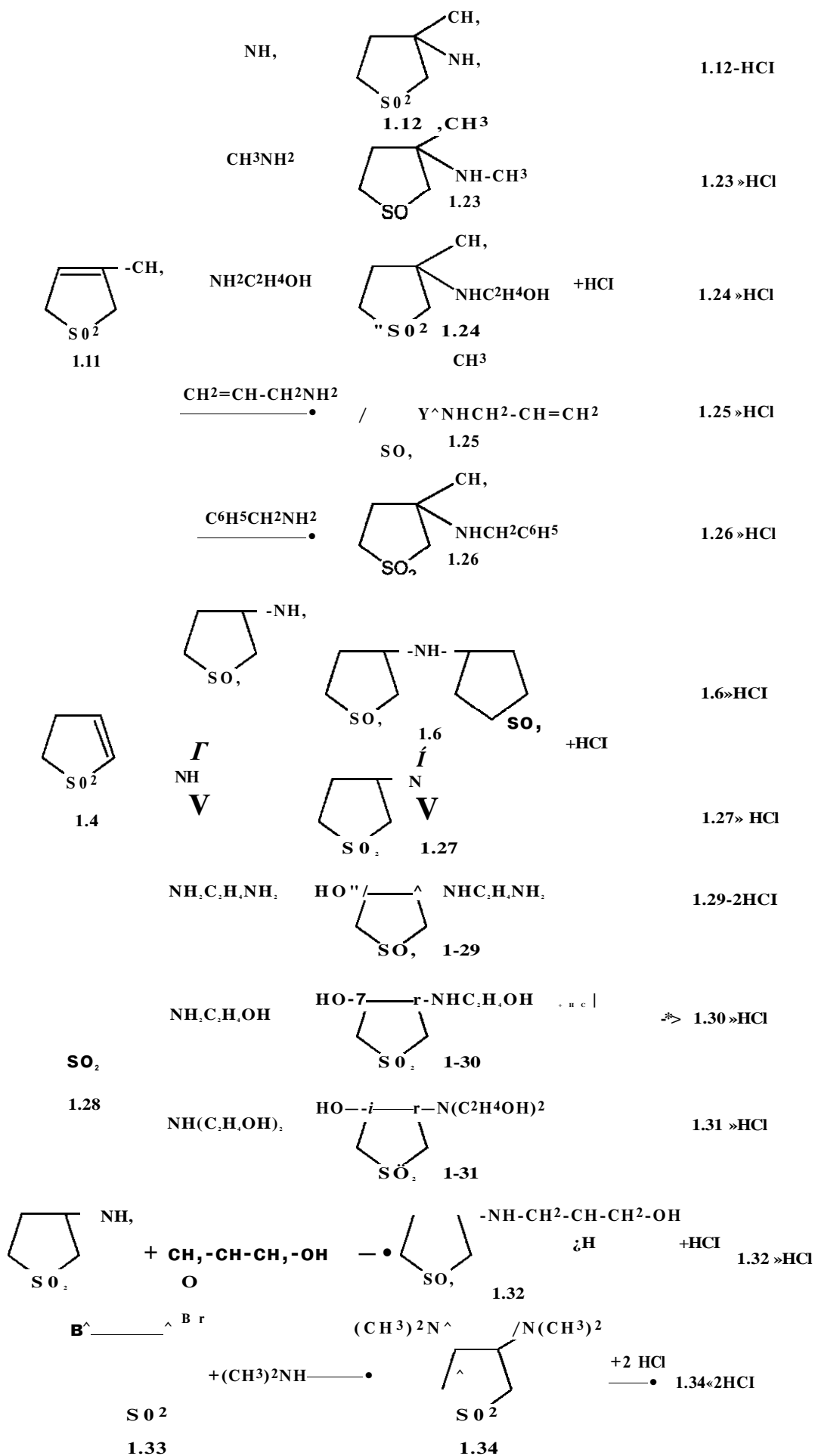
Під час нагрівання 3-аміно-3-метилсультфолану у воді в присутності гідроксиду кальцію було кількісно виділено вихідний амін, а сполуки 1.11 і 1.13 не знайдено, що доводить незворотність реакції.

У третьому положенні сультфоланового кільця метильна група створює значний стеричний вплив на вихід кінцевих продуктів. Так, при взаємодії 3-метилсультфолену-3 з надлишком ізопропіламіну у водному розчині в присутності гідроксиду кальцію протягом 30 год було виділено суміш вихідної речовини та ізомерного 3-метилсультфолену-2. Продукту приєднання аміну не знайдено.

У патентах [9, 10, 16, 20, 39-41] повідомлялося про синтез оксіамінів та поліамінів сультфоланового ряду з метою використання їх як антикорозійних речовин і затверджувачів епоксидних смол з цінними механічними властивостями. Патентні дані не дають чіткого уявлення про умови проведення реакцій та властивості і будову синтезованих речовин.

З метою вивчення властивостей амінів та оксіамінів сультфолану і сультфолену, впливу сультфоланового радикала на реакційну здатність аміногруп нами проведено дослідження реакцій сультфолену-3 з етилендіаміном (1.16), етаноламіном (1.17), метил- і диметиламіном; 3-метилсультфолену-3 з аміаком, метиламіном, моноетаноламіном, аліламіном, бензиламіном; сультфолену-2 з сультфоланіл-3-аміном і піперидином; 3,4-епоксісультфолану з етилендіаміном, моно- та діетаноламіном (1.18); 3-аміносультфолану з гліцидолом; 3,4-дибромсультфолану з диметиламіном. Результати цих дослідів наведено у табл. 1.





Реакцію сульфоленів-3 з аміаком і низькокиплячими алкіламінами проводили в автоклаві при нагріванні (65-95 °С) протягом 20-100 год у водних розчинах. Взаємодію з висококиплячими амінами здійснювали аналогічно або з додаванням сульфоленів-3 до нагрітого розчину (70-95 °С) аміну. Співвідношення реагентів сульфолен : амін = 1 : 3-6 (моль). Вихід амінів високий, у більшості випадків вище 90 %. Аміни являють собою маслянисті або низькоплавкі сполуки. Із реакційної суміші аміни виділяли обробкою останньої активованим вугіллям, випарюванням у вакуумі води і надлишку аміну. За необхідності освітлення вугіллям проводять також після випарювання надлишку аміну. Вміст сульфоланіламінів в одержаних таким чином зразках досить високий і становить, як правило, понад 90 %. Для отримання аналітично чистих препаратів "технічний амін" переводили у гідрохлорид, який промивали розчинниками, розчинювали у воді, переводили в основу за допомогою карбонату або бікарбонату натрію, воду випарювали, залишок екстрагували відповідним розчинником, останній випарювали і у залишку отримували чистий амін у вигляді основи. Гідрохлориди сульфоланіламінів є, як правило, безбарвними, кристалічними речовинами, добре розчинними у воді. Гідрохлорид дисульфоланіл-3-аміну у воді розчиняється дуже слабо. Результати взаємодії сульфоленів та сульфоланів наведено у табл. 1.

Для одержання 3-оксі-4-аміноссульфоланів ми досліджували реакцію 3,4-епоксісульфолану з амінами. Встановлено, що 3,4-епоксісульфолан реагує з етилендіаміном, моно- і діетаноламіном з віділенням тепла та утворенням оксіамінів. Продукти реакції, отримані після випарювання води і надлишку вихідного аміну, є маслянистими або низькоплавкими речовинами з вмістом цільового продукту понад 95 %. Для одержання речовин високого ступеня чистоти очищення проводять, як описано вище. Синтезовані сполуки наведено у табл. 1.

Взаємодією 3-аміноссульфолану з гліцидолом отримано з виходом 94 % сульфоланіл-3-(2,3-діоксіпропіл-1)аміну, деякі властивості якого наведено у табл. 1.

3,4-Діаміноссульфолани - нестійкі сполуки і часто в процесі очищення розкладаються. Нами знайдені умови одержання 3,4-біс(диметиламіно) сульфолану високої чистоти за реакцією 3,4-дибромсульфолану з диметиламіном.

Потенціометричним титруванням за методом [42] було визначено константи дисоціації амінів сульфоланового ряду. Оскільки всі амінопохідні сульфолану та сульфолану легко утворюють солі, а деякі сполуки цього ряду стійкі тільки у вигляді солей, для їх характеристики вигідно користуватися саме величиною рК<sub>a</sub>, яка визначається безпосередньо при титруванні солі або вільного аміну. В табл. 2 наведено значення

рК<sub>a</sub> амінів сульфолану та сульфолану.

Як видно з цієї таблиці, всі аміноссульфолани та сульфолани є більш слабкими основами, ніж аміак [43]. Це вказує на досить сильні електронноакцепторні властивості сульфоланільного радикала. Введення у β-положення до аміногрупи ще одного електронноакцепторного замісника або подвійного зв'язку зменшує основність аміну, а заміщення атома водню біля атома азоту на алкільний радикал - збільшує.

Як свідчать дані табл. 2, що *z/ис*-оксіаміни менш основні, ніж відповідні *транс*-сполуки. Це можна пояснити тим, що *z/ис*-ізомери утворюють міцний внутрішньомолекулярний зв'язок, за рахунок чого зменшується електронна густина на атомі азоту і, відповідно, основність аміну. Отже, за наявності двох ізомерних оксіамінів з невідомою орієнтацією замісників на основі їх значень рК<sub>a</sub> можна встановити взаємну орієнтацію оксі- та аміногруп.

### Експериментальна частина

ІЧ-спектри сполук одержано на спектрометрі Spеcord-80 та UR-20 в таблетках КВг, спектри ПМР - на імпульсному Фур'є-спектрометрі Bruker 100 в розчині ДМСО D<sub>6</sub> відносно ТМС. Кількість сульфоленів визначали за допомогою ГРХ на приладі Хром-42. Довжина колонки 1,2 м, діаметр - 9 мм, газ-носій - гелій, витрата - 43 см<sup>3</sup>/хв, детектор полум'яноіонізаційний.







*1,1-Діоксотіоланіл-3-(2-аміноетилен)амін* (1.19). *Метод А.* Суміш 22,76 г (0,2 моля) 3-тіолен-1,1-діоксиду, 100 г 58%-го водного розчину етилендіаміну (0,95 моля) в 400 мл води нагрівали 20 год при 80 °С. Випарювали воду і етилендіамін у вакуумі. Одержали 33 г маслоподібної речовини. Вихід - 97 %.

*1,1-Діоксотіоланіл-3-(2-аміноетилен)амін* (1.19). *Метод Б.* До суміші 198 г (3,3 моля) етилендіаміну і 35 мл води, нагрітої до 80 °С, додали 78 г (0,66 моля) сульфолану-3, перемішували 10 год. Воду і надлишок етилендіаміну випарювали у вакуумі. Одержали 116 г 1.19 у вигляді масла. Вихід - 98 %.

*1,1-Діоксотіоланіл-3-(2-аміноетилен)амін гідрохлорид* (1.19 • 2HCl). *Метод А.* В 100 мл метанольного розчину 10 г (0,056 моля) сполуки 1.19 борбатували газоподібний хлористий водень. Одержали осад 12,37 г речовини 1.19 • 2HCl. Вихід - 88 %. *tm* - 228-238 °С розкладом. Знайдено, %: С - 28,7; Cl - 27,8; N - 11,15; S - 12,8; C<sub>6</sub>H<sub>16</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S. Обчислено, %: С - 28,7; Cl - 28,2; N - 11,15; S - 12,7.

*1,1-Діоксотіоланіл-3-(2-аміноетилен)амін гідрохлорид* (1.19 • 2HCl). *Метод Б.* До 96 г (0,53 моля) аміну 1.19 додали 70 мл 35%-ї HCl. Надлишок кислоти випарювали у вакуумі, осад промивали ацетоном. Одержали 110 г солі 1.19 • 2HCl. Вихід - 83 %. - 228-230 °С.

Таблиця 2. Значення рК, азотпохідних сульфанолю

Сполука	Номер сполуки	Титрант	рК <sup>a</sup>	Сполука	Номер сполуки	Титрант	
-1CH <sub>2</sub> БО <sup>2</sup>	1.1	НС1	6,80	НО. ЧЫНСН(СН <sub>3</sub> ) <sup>2</sup> 	1.44	НС1	6,60
•ЫН <sup>2</sup> НС1 БО <sup>2</sup>	1.35	№ О Н	6,70	На .1\1НСН(СН <sub>3</sub> ) <sup>2</sup> БО <sup>2</sup>	1.45	НС1	6,35
-ЫН <sup>2</sup> НС1 БО <sup>2</sup>	1.36	№ О Н	5,95	НО-, —г-МН-СН <sup>2</sup> -СН <sup>2</sup> -1\1Н <sup>2</sup> БО <sup>2</sup>	1.29	НС1	9,50
ЫН <sup>2</sup> НС1 Вг БО <sup>2</sup>	1.37	№ О Н	5,45	НО-, —г-МН-СН <sub>2</sub> -СН <sub>2</sub> -МН <sub>2</sub> - НС1 	1.46	НС1	6,25
НС1-Н <sup>2</sup> 1\ ЧЫН <sup>2</sup> -НС1 	1.38	№ О Н	2,70	НО-7—г-1\1Н-СН <sup>2</sup> -СН <sup>2</sup> -ОН БО <sup>2</sup>	1.30	НС1	5,80
НЫ ЧЫН <sup>2</sup> НС1 	1.39	№ О Н	6,20	НО-7—г-Ы(СН <sup>2</sup> СН <sup>2</sup> ОН) <sup>2</sup> БО <sup>2</sup>	1.31	НС1	7,30
НО ЧМН <sup>2</sup> БО <sup>2</sup>	1.40	НС1	6,30	НО-?—гМН-СН <sup>2</sup> -СН-СН <sup>2</sup> ОН   ОН БО <sup>2</sup>	1.32	НС1	6,00
Си ЧЫН <sup>2</sup> -НС1 	1.41	№ О Н	5,10	НО-?—г-ЫНСН <sup>2</sup> СН <sup>2</sup> ОН	1.20	НС1	6,25
.ЫНСН <sup>2</sup> С <sup>6</sup> Н <sup>5</sup> 	1.42	НС1	5,60	БО <sup>2</sup> БО <sup>2</sup>	1.60	НС1	3,25
На ЫНСН <sup>2</sup> С <sup>6</sup> Н <sup>5</sup> БО <sup>2</sup>	1.43	НС1	5,25	СН <sub>3</sub> ^ ЫН <sup>2</sup> БО <sup>2</sup>	1.12	НС1	6,55

Для ]МН<sup>4</sup>ОН титрант НС1 рК<sup>a</sup> = 9,24 [42].

*Сульфоланіл-3-(2-оксіетилен)амін* (1.20). До розчину 182 г (3 моля) моноетаноламіну в 180 мл води, нагрітого до 95 °С, за 45 хв додали 86 г (0,73 моля) сульфолану-3 і витримали 5 год. Воду і надлишок моноетаноламіну випарювали у вакуумі. Одержали 134,3 г маслоподібної речовини, яка при зберіганні кристалізується. Вміст аміну, визначений титруванням 0,1N HCl, становив 98 %. Вихід - 94%.  $t_{пл}$  - 45-48 °С.

*Сульфоланіл-3-(2-оксіетилен)амін гідрохлорид* (1.20 • HCl). До розчину 5,23 г 1.20 у 50 мл води додавали 3 мл 35%-ї HCl. Воду випарювали у вакуумі. Осад промивали ацетоном. Одержали 6,13 г солі. Вихід 98 %. U 114-116 °С. Знайдено, %: С - 33,29; Cl - 16,40; N - 6,52; S - 14,58; C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>QNO<sub>3</sub>S. Обчислено, %: С - 33,40; Cl - 16,43; N - 6,49; S-14,86.

*Сульфоланіл-3-метиламін* (1.21). Суміш 1,8 кг (15,25 моля) 1.3, 2,55 кг (82 моля) метиламіну (7,5 л водного метиламіну, що містить 0,34 г/мл метиламіну) нагрівали в автоклаві при 85 °С 5 год при 5-6 атм. Воду і метиламін випарювали у вакуумі. Одержали 2,2 кг продукту, який містить > 99 % цільового аміну. Вихід - 98 %. За даними ГРХ, сульфолану-3 і сульфолану-2 в продукті реакції не виявлено.

*Сульфоланіл-3-диметиламін* (1.22). Суміш 136 г (1,15 моля) сульфолану-3, 104 г (2,3 моля) (400 мл 26%-го водного розчину) диметиламіну нагрівали в автоклаві 20 год при 85 °С. Воду випарювали у вакуумі. Одержали 181,5 г аміну. Вихід - 96 %.

*Сульфоланіл-3-диметиламін гідрохлорид* (1.22 • HCl). До розчину 87 г (0,53 моля) сульфолану-3-диметиламіну додавали 60 мл 35%-ї HCl, випарювали у вакуумі, залишок промивали ацетоном. Одержали 98 г солі. Вихід -93 %. U - 208-210 °С.

**Загальна методика синтезу.** 3-метил-3-аміносульфолану (1.12), 3-метилсульфоланіл-3-метиламіну (1.23), 3-метилсульфоланіл-3-аліламіну (1.25). Суміш 13,2 г (0,1 моля) сульфолану-3, 100 мл 25%-го водного розчину відповідного аміну або аміаку, 0,2 г (0,0035 моля) оксиду кальцію нагрівали в автоклаві при 65 °С протягом 100 год. Після охолодження обробляли активованим вугіллям і фільтрували, воду і надлишок аміну випарювали у вакуумі водоструменевого насоса при температурі 50-60 °С. Залишок розчиняли у 20 мл води і добавляли розчин HCl до рН 4-4,5. Воду випарювали у вакуумі. Залишок промивали хлороформом або ацетоном і обробляли розчином 28,6 г (0,1 моля) десятиводного карбонату натрію у 150 мл води. Фільтрат екстрагували хлороформом, екстракт висушували над безводним сульфатом натрію. Хлороформ випарювали при пониженому тиску. Отримали маслоподібні продукти, із яких 3-метилсульфоланіл-3-аліламін не кристалізувався, а 3-метилсульфоланіл-3-амін і 3-метилсульфоланіл-3-метиламін при зберіганні поступово кристалізували.

*3-Метилсульфоланіл-3-аліламін гідрохлорид*

(1.25 • HCl). До 4,44 г (0,025 моля) аміну 1.25 в 10 мл води додавали розчин HCl до кислої реакції, воду випарювали у вакуумі, залишок промивали ацетоном. Одержали 3,6 г солі. Вихід - 54 %. - 209 °С (розкл).

*3-Метил-3-(2-оксіетиламіно)сульфолан* (1.24). Суміш 13,2 г (0,1 моля) 3-метилсульфолану-3, 30,5 мл (0,5 моля) етаноламіну, 0,2 г (0,0035 моля) оксиду кальцію у 100 мл води перемішували 100 год при 60-70 °С, охолоджували до 20-25 °С, обробляли активованим вугіллям, у вакуумі (133 Па) випарювали воду і надлишок етаноламіну. Залишок розчиняли у 50 мл води і добавляли HCl до рН 4-4,5. Воду випарювали у вакуумі. Осад промивали ацетоном чи хлороформом і обробляли розчином 28,6 г (0,1 моля) десятиводного карбонату натрію у 150 мл води з активованим вугіллям, фільтрували і воду випарювали у вакуумі. Залишок екстрагували діоксаном, діоксановий розчин сушили над сульфатом натрію, фільтрували, діоксан випарювали у вакуумі. Одержали маслянисту речовину. Вихід - 65 %.

*3-Метилсульфоланіл-3-бензиламін гідрохлорид* (1.26). Суміш 26,4 г (0,2 моля) 3-метилсульфолану-3, 107 г (1 моль) бензиламіну, 0,4 г (0,007 моля) оксиду кальцію у 200 мл води перемішували при 60 °С протягом 100 год. Відділяли органічний шар, обробляли активованим вугіллям і тричі промивали водою по 100 мл при 0-5 °С. Залишок розчиняли в пропанолі-2 і додавали концентровану HCl до рН 4. Осад відокремлювали. Вихід - 13,5 %.

*Ди-(1,1-діоксотіоланіл-3)амін* (1.6). Суміш 118 г (1 моль) 2-тіолен-1,1-діоксиду, 212г (1,5 моля) 3-амінотіолен-1,1-діоксиду в 200 мл води кип'ятили 100 год. Осад 230 г 1.6 відділили. Вихід - 91%.  $t_m$  - 131-132 °С. Знайдено, %: N - 5,38; S - 25,49; C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>. Обчислено, %: N - 5,52; S - 25,31.

*Ди-(1,1-діоксотіоланіл-3)амін гідрохлорид* (1.6 • HCl). До 25,3 г (0,1 моля) дисульфоланіл-3-аміну в 100 мл води додавали HCl до кислої реакції. Воду випарювали у вакуумі. Одержали 25 г речовини 1.6-HCl. Вихід - 86 %.  $t_m$  - 263 °С з розкладом. Знайдено, %: N - 5,00; S - 22,12; C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>. Обчислено, %: N - 4,83; S - 22,12.

*3-Піперидилсульфолан* (1.27). До 20 г (0,17 моля) сульфолану-2 у 90 мл води додавали 16,36 г (0,19 моля) піперидину. Температура суміші спонтанно піднімалася з 20 до 40 °С. Суміш 30 хв. нагрівали при температурі 60 °С. Воду і надлишок піперидину випарювали у вакуумі. Одержали 34,4 г аміну. Вихід - 100%. U - .

*3-Піперидилсульфолан гідрохлорид* (1.27 • HCl). До 34,4 г (0,17 моля) сполуки 1.27 у 100 мл води додавали розчин HCl до кислого середовища. Воду випарювали у вакуумі. Залишок промивали ацетоном. Одержали 35 г солі. Вихід - 86 %.  $t_m$  - 223-224 °С. U - 218-219 °С [ ].

*3-Окси-4-(2-аміноетилен)аміносульфолан* (1.29).

До розчину 60 г (1 моль) етилендіаміну в 30 мл води додавали 27 г (0,2 моля) 3,4-епоксісульфолану. Температура спонтанно підвищувалася з 25 до 40 °С. Перемішували 20 год при 20-25 °С. Надлишок етилендіаміну випарювали у вакуумі. Одержали 37,2 г продукту з вмістом цільового оксидіаміну 97,5 %. Вихід - 93 %.

*3-Оксі-4-(2-аміноетилен)аміноссульфолан дигідрохлорид* (1.29 • 2HCl). До 6,58 г (0,034 моля) 3-оксі-4-(2-аміноетилен)аміноссульфолану в 50 мл води додавали розчин HCl до кислої реакції. Воду випарювали у вакуумі. Залишок промивали ацетоном. Отримали 7,3 г білого осаду солі. Вихід - 80 %. - 190-200 °С (з розкладом).

*3-Оксі-4-(2-гідроксіетилен)аміноссульфолан* (1.30). До розчину 122 г (2 моля) моноетаноламіну в 15 мл води і 35 мл 2-пропанолу, нагрітому до 75 °С, додавали протягом 1 год 90 г (0,67 моля) 3,4-епоксісульфолану. Температура спонтанно підвищувалась до 85 °С. Суміш нагрівали 15 год при 80 °С. Воду і етаноламін випарювали у вакуумі. Одержали 130 г маслянистої рідини з 95 %-м вмістом цільової речовини.

*3-Оксі-4-(2-гідроксіетилен)аміноссульфолан дигідрохлорид* (1.30 • HCl). До 40 г (0,21 моля) аміну 1,30 додавали розчин HCl до кислого середовища, воду випарювали у вакуумі, залишок промивали ацетоном. Одержали 40 г солі. Вихід - 82 %. - 147-150 °С. Знайдено, %: С - 31,27; Cl - 15,23; S - 13,72; C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>CINO<sub>4</sub>S. Обчислено: С - 31,10; Cl - 15,30; S - 13,83.

*3-Оксі-4[ди(2-ідроксіетилен)]аміноссульфолан* (1.31). До розчину 58 г (0,55 моля) діетаноламіну в 150 мл води, нагрітому до 80 °С, додавали 73 г (0,544 моля) 3,4-епоксісульфолана і перемішували при цій температурі 12 год. Воду і діетаноламін випарювали у вакуумі. Одержали 122,6 г маслянистої рідини з вмістом основної речовини 98 %. Вихід - 95 %.

*3-Оксі-4[ди(2-ідроксіетилен)]аміноссульфолан дигідрохлорид* (1.31 • HCl). До 5,5 г (0,023 моля) оксіаміну 1.31 в 25 мл води додавали 3 мл 35 %-го розчину HCl. Воду випарювали у вакуумі. Залишок тричі промивали ацетоном. Одержали 6,18 г маслянистої рідини. Вихід - 97%.

*Сульфоланіл-3-(2,3-діоксіпропіл-1)амін* (1.32). До розчину 90 г (0,66 моля) 3-аміноссульфолану в 150 мл води при 70 °С додавали по краплям за 2 год розчин 49,3 г (0,66 моля) гліцидолу в 100 мл 2-пропанолу. Нагрівали 11 год при 70 °С. У вакуумі випарювали воду. Одержали 130,89 г маслянистої рідини. Вихід - 94%. Знайдено, %: N - 6,51; S - 15,43; C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>4</sub>S. Обчислено, %: N - 6,69; S - 15,32.

*Сульфоланіл-3-(2,3-діоксіпропіл-1)амін дигідрохлорид* (1.32 • HCl). До розчину 4,36 г (0,02 моля) аміну 1.32 в 50 мл води додавали 2 мл 35 %-ї HCl, утворювався осад 4,2 г. W - 143-144 °С. Знайдено: С -

34,15; Cl - 14,30; S - 13,00; C<sub>7</sub>H<sub>16</sub>CINO<sub>4</sub>S. Обчислено: С - 34,21; Cl - 14,42; S - 13,04.

*3,4-Ди(диметиламіно)сульфолан* (1.34). До 59,85 г (1,33 моля), 200 мл 30 %-го водного розчину диметиламіну додавали 27,8 г (0,1 моля) 3,4-дибромсульфолану. Суміш нагрівали 1 год при 50 °С. Екстрагували (4 x 50 мл) хлороформом. Хлороформний екстракт висушували над хлористим кальцієм і випарювали у вакуумі при кімнатній температурі до постійної маси. Одержали 20,2 г 1.34. Вихід - 98 %. U - 62-63,5 °С.

*3-Оксі-4-аміноссульфолан гідрохлорид* (1.40 • HCl). До 3,78 г (0,025 моля) 3-оксі-4-аміноссульфолану в 10 мл води додали 3 мл 35%-ї HCl, воду випарювали у вакуумі при температурі < 50 °С. Осад промивали ацетоном. Одержали 4,2 г солі. Вихід - 90 %. - 249-250 °С. Знайдено, %: Cl - 18,69; S - 17,20; C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>CINO<sub>3</sub>S. Обчислено, %: Cl - 18,89; S - 17,08.

### Література

1. Matthews H., Strangle M., Pat. 236386 German, 1910. *J Am. Chem. Soc.*, 1934, I, 829-835.
2. Matthews H., Strangle M., Pat. 6897 British, 18.03. 1914. *Ibid.*
3. Matthews H., Strangle M. Pat. 5073 British, 1.04. 1915. *Ibid.*
4. Matthews H., Strangle M. Pat. 5074 British, 1.04. 1915. *Ibid.*
5. Matthews H., Strangle M., *Proc. K. Acad. Witsensch. Amsterdam*, 1914, 17, 585, *J. Am. Chem. Soc.*, 1934, I, 829-835.
6. Ostromislenski R., *J. Russ. Phys. Chem. Soc.*, 1915, 47, 1983. Matthews H., Strangle M. *J. Am. Chem. Soc.*, 1934, I, 829-835.
7. Грушкевич-Грохимовский Е., *Журн. Рус. Физ.-хим. О.*, 1916, 48, (4), 880-894.
8. Pat. 506839 Німеччина, кл.120 23/03, Publ. 13.07.1929.
9. Carpmael A. I. G., Pat., 489974, 430043, Великобритания, Publ. 8.08.1938. *Chem. Abstr.*, 1939, 33, 644.
10. Delfs D., Werk I. G., Pat. 2219006 USA, Заявл. в Німеччині 22.01.1937, в США Publ. 22.10.1940. *Ibid.*, 1941, 35, 1902.
11. Delfs D., Werk I. G., Pat. 2291798 USA, Заявл. в Німеччині 22.01.1937, в США 25.09.1940, Publ. 04.08. 1942. *Ibid.* 1943, 37, 778.
12. Delfs D., Pat. 2360860 USA, Publ. 24.10.1944.
13. Monies C., Snider A. V., Pat. 2461341 USA, Publ. 8.02.1949. *Chem. Abstr.*, 1949, 43, 3851a.
14. Morris R. C., Snide A. V., Pat. 2530070 USA, Publ. 14.11. 1950. *Chem. Abstr.*, 1951, 45, 2983b.
15. Mahan J., Fauske S. C., Pat. 2610192 USA, Publ. 09.09.1952.
16. Newey H. A., Pat. 3041352 USA, Publ. 26.06. 1962.
17. Faith H. E., Pat. 3183246 USA, Publ. 11.05.1965.

18. Argyle C. S., Reed R. A., Pat. 3196163 USA, Publ. 20.06.1965.
19. Faith H. E., Pat. 3197482 USA, Publ. 27.07.1965.
20. Fritz H. E., Yunik R. P., Pat. 3306912 USA. Publ. 28.02.1967.
21. Cobb R. L., Pat. 3357996 США, Publ. 12.12.1967.
22. Leffler M. T., Krueger W. D. *J. Am. Chem. Soc.*, 1949, **71**, (1), 370.
23. Безменова Т. Э., Дульнев П. Г., А.с. 340661 СССР. *Бюл. изобретений*, 1972, (18), 73. А.с. 371232 СССР Там же, 1973, (12), 74.
24. Безменова Т. Э., Дульнев П. Г. *Химия гетероцикл. соединений*, 1972, (9), 1193-1195.
25. Безменова Т. Э., Дульнев П. Г., *Доп. АН УРСР*, 1972, 34, (1), 45-47.
26. Безменова Т. Э., *Химия тиолен-1,1-диоксидов*, Киев, Наук. думка, 1981.
27. Argyle C. S., Goadby S. C., *J. Chem. Soc.*, 1967, (10), 2156-2170.
28. Пархоменко П. И., Белокур В. П., Рыбакова М. В., Слущкий В. И. и др., *Журн. прикл. химии*, 1988, **61**, (4), 862-865.
29. Безменова Т. Э., Матяш Л. П., Безменов А. Я., *Химия гетероцикл. (соединений)*, 1972, (10), 1351-1352.
30. Роженко А. Б., Сидоренко В. М., Шкарапута Л. Н., Пархоменко П. И. и др., *Нефтехимия и нефтепереработка*, 1993, (45), 40-43.
31. Пархоменко П. И., Безменова Т. Э., Черепенко Т. И. и др., А.с. 566452 СССР, *Открытия. Изобретения*, 1981, (15), 286.
32. Борейко В. К., Безменова Т. Э., Пархоменко П. И. и др., *Химия в сельск. хоз-ве*, 1984, (8), 27-28.
33. Безменова Т. Э., Бондарева Л. А., Борисенко В. П. и др., А.с.835394 СССР, *Открытия. Изобретения*, 1981, (21), 16.
34. Пархоменко П. И., *Реактивы и особо чистые вещества. Методы получения реактивов и особо чистых веществ*, Москва, НИТЕХим., 1974, Вып.2, (28), 5-7.
35. Fenusa J. G. E., Pera J. D., Pat. 4181806 USA, Publ. 04.01.1980.
36. Loev V., *J. Org. Chem.*, 1961, **26**, (11), 4394-4399.
37. Grice L., Chang M., Smith J., Sullivan S., *J. Phys. Chem.*, 1967, **71**, (9), 2814-2819.
38. Безменова Т. Э., Турянчик И. Г., А.с. 215232 СССР, *Открытия. Изобретения*, 1968, (13), 22.
39. Downes & Robbins, Пат. 880896 Великобрит., Publ. 25.10.1961.
40. J.A.Kemp & CO, Пат. 975285 Великобрит., Publ. 11.11.1964.
41. N. Mitchel. Carbide Corporation., Пат., 4057390 USA, Publ. 08.11.1977.
42. Альберт А., Сержант Е., *Константы ионизации кислот и оснований*, Москва; Ленинград, Химия, 1964.
43. Лурье Ю. Ю. *Справочник по аналитической химии*, Москва, Химия, 1971.

Надшита до редакцї 31 сгчня 2000р.



## Взаимодействие сульфоленов и сульфоланов с аминами

*П. И. Пархоменко*

*Институт биоорганической химии и нефтехимии НАН Украины,  
Украина, 02094, Киев, ул.Мурманская, 1; факс: (044) 573-25-52*

Приведены обобщенные результаты синтеза алкиламинов 1,1-диоксотиоланового ряда. Исследовано взаимодействие 3-тиолен-1,1-диоксида и 3-метил-3-тиолен-1,1-диоксида с аммиаком, этилендиамином, моноэтаноламином, метиламином, диметиламином, аллиламином и бензиламином; 2-тиолен-1,1-диоксида с 3-аминсульфоланом и пиперидином; 3,4-эпоксисульфолана с этилендиамином, этаноламином и диэтаноламином; 3-аминосульфолана с глицидом; 3,4-дибромсульфолана с диметиламином. Синтезированы амины, оксиамины и их гидрохлориды. Методом полунейтрализации определены рКа аминосульфоланов

## Interaction of sulfolenes and sulfolanes with amines

*P. I. Parkhomenko*

*Institute of Bioorganic Chemistry and Petrochemistry of NAS of Ukraine,  
1, Murmanskaya Str., Kiev, 02094, Ukraine; Fax: (044) 573-25-52*

The survey is on the synthesis of alkylamines of 1,1-dioxythiolane. Interaction of 3-sulfolen and 3-methyl-3-sulfolene with ammonia, ethylenediamine, ethanolamine, methylamine, dimethylamine, allylamine and benzilamine; of 2-sulfolene with 3-aminosulfolene and piperidine; 3,4-epoxysulfolene with ethylenediamine, ethanolamine and diethanolamine; 3-aminosulfolane with glycidol; 3,4-dibromsulfolane with dimethylamine have been investigated. A number of new amines, oxyamines and their hydrochlorides have been synthesized. The constants of dissociation of aminosulfolanes have been determined.