

Синтез і деякі властивості 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату

П.І. Пархоменко, О.Г. Макаренко, О.А. Мусієнко, С.М. Курильчик,
Л.М. Кріль, В.І. Пархоменко, О.А. Павловський, В.П. Пархоменко, Д.В. Острік

Інститут біоорганічної хімії та нафтохімії НАН України,
Україна, 02094 Київ, вул. Мурманська, 1; факс: (044) 573-25-52

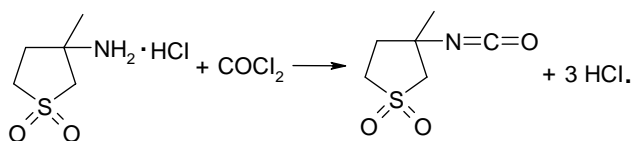
Вперше фосгенуванням гідрохлориду 3-метил-3-амінотіолан-1,1-діоксиду отримано 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанат. Взаємодією його з алифатичними, ароматичними амінами, диметилгідрaziном, 3-аміно-1,2,4-триазол-5-карбоною кислотою та бутанолом синтезовано відповідні похідні сечовини та уретан. Вивчено вплив синтезованих речовин на ростові процеси одно- і дводольних рослин. Встановлено, що рістрегулювальна активність речовин залежить від їхньої хімічної структури та виду рослини. Наведено дані скринінгу деяких синтезованих сполук на рістрегулювальну активність. Виявлено рістстимулювальний ефект досліджуваних сечовин на тест-об'єктах.

Інтерес до вивчення п'ятичленних циклічних сульфонів зумовлений високою реакційною здатністю цього класу сполук, легкістю їх отримання з доступної нафтохімічної сировини і синтезом на їх основі широкого спектру речовин з корисними властивостями. Більшість з них малотоксична для людини і тварин, що робить перспективним пошук серед цих сполук нових лікарських препаратів і засобів захисту рослин.

Ізоціанати, що містять SO_2 -групу, а також уретани, тіоуретани, сечовини та аміді, отримані на їх основі, становлять інтерес як для науки, так і для практики [1–3].

Раніше ми повідомляли про синтез ізоціанатів і діізоціанату на основі п'ятичленних циклічних сульфонів – тіолан- і 2-тіолан-1,1-діоксидів [4–7]. Ці речовини, отримані з нафтохімічної сировини, цікаві як напівпродукти органічного синтезу, модифікуючі агенти та вихідні речовини для синтезу похідних біотину [8].

З метою подальшого вивчення ізоціанатів сульфоланового ряду ми фосгенним методом [4–6] отримали невідомий раніше 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанат:

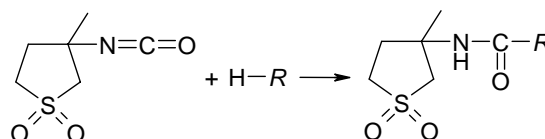


Для фосгенування брали солянокислий 3-метил-3-амінотіолан-1,1-діоксид, одержаний при взаємодії 3-метил-3-тіолан-1,1-діоксиду з водним розчином аміаку за наявності гідроксиду кальцію [9], з наступною обробкою аміну соляною кислотою. Фосгенування проводили у хлор- або нітробензолі при 125–130 °С до розчинення осаду гідрохлориду 3-метилсульфоланіл-3-аміну. В результаті фракційної перегонки реакційної суміші було виділено неописаний раніше 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанат – кристалічну речовину білого кольору з температурою плавлення 63–64 °С і температурою кипіння 134–135 °С при 1 мм рт. ст. Отриманий ізоціанат добре розчинний в ацетоні, ДМФА, част-

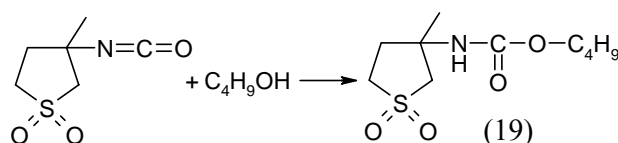
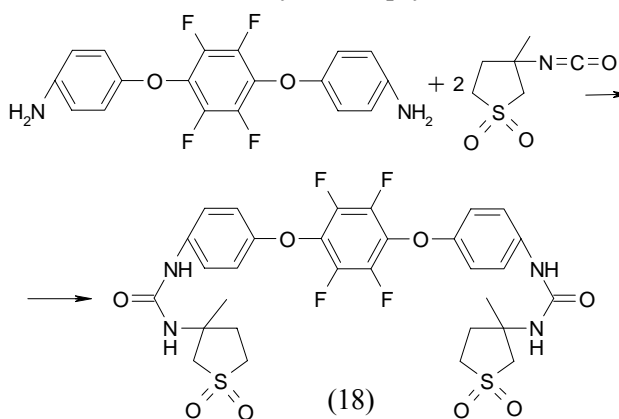
ково розчинний в діоксані, етилацетаті, хлороформі, бензолі, нерозчинний в CCl_4 , діетиловому етері та в алифатичних вуглеводнях.

Структуру 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату підтверджено даними елементного аналізу, ІЧ- і ЯМР-спектроскопії та хімічними перетвореннями.

Реакцією 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату з алифатичними й ароматичними амінами, амінокислотами, спиртом і водою отримано відповідні похідні сечовини та уретан:



де R – залишок аміну або спирту,



В ІЧ-спектрах синтезованих речовин є смуги поглинання при 1140 і 1300 cm^{-1} , характерні для SO_2 -групи, і 2280 cm^{-1} – для NCO -групи. Дані елементного аналізу та деякі властивості ізоціанату та його похідних наведено в табл. 1.

З метою пошуку нових регуляторів росту рослин проведено первинні випробування синтезованих сполук на фізіологічну активність [10]. Регулятори росту рослин – це своєрідні каталізатори біологічних процесів, які відбуваються в рослинних організмах. Тест-об'єктами слугували проростки пшениці, крес-салату і гречки. Насіння обробляли розчинами сполук напівсухим способом. Витрата робочого розчину становила 0,3 мл на 10 г насіння. Плівкоутворювачем слугував 1 %-й розчин фодексу (модифікований крохмаль). Синтезовані сполуки використовували в дозах, наведених у табл. 2.

Насіння насипали у скляні бюкси, додавали робочий розчин, закривали кришкою і енергійно струшували до рівномірного розподілення препаратів на поверхні насіння. Насіння пророщували в чашках Петрі на паперовому фільтрі, який зволожували дистильованою водою. В чашки рівномірно розкладали по 30 насінин, закривали кришками і термостатували при 24–25 °С. Повторність 3–4-разова. Через 3 доби вимірювали довжину корінців і висоту надземної частини, а також сиру масу проростків. Результати досліду визначали у відсотках до контролю. Помилка середньої арифметичної досліду змінювалась у межах від $\pm 0,5$ до $\pm 2,3$ %.

Дані табл. 2 засвідчують, що передпосівна обробка насіння гречки, крес-салату і озимої пшениці розчинами синтезованих речовин по-різному діяла на ріст корінців і наземної частини проростків. Чутливішою виявилась коренева система. З випробуваних сполук найвищу фізіологічну активність продемонстрували препарати 2 і 4, які містять у своєму складі відповідно N-ізопропіламіну і N,N-дибутиламіну групи. Стимуляція росту корінців проростків гречки порівняно з контролем становила 17–21 %, а для крес-салату – 11 %. Оптимальна витрата речовини – 0,125 і 0,06 кг на 1 т насіння відповідно. Аналогічну картину спостерігали і на проростках пшениці. Сполуки 2 і 4 знаходилися на рівні еталонного препарату – бурштинової кислоти.

Отримані дані важливі як для науки, так і для практики з позицій подальшого вивчення похідних 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату.

Експериментальна частина

ІЧ-спектри сполук записували на спектрометрах Specord-80 та UR-20 у таблетках KBr, спектри ПМР – на імпульсному Фур'є-спектрометрі Varian-VXR300 з робочою частотою для ^1H 300 МГц в розчині DMSO- D_6 або CDCl_3 відносно TMS.

Методика отримання 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату (1). У суспензію 80 г (0,431 моль) солянокислого 3-метил-3-амінотіолан-1,1-діоксиду в 400 мл нітробензолу пропускали 148,5 г (1,5 моль) фосгену протягом 10 год при 125–130 °С. Після закінчення реакції (зникнення осаду гідрохлориду 3-метилсульфоланіл-3-аміну) продували крізь реакційну суміш азот, нітробензол відганяли, залишок переганяли у вакуумі. Вихід 3-метил-

сульфоланіл-3-ізоціанату 52 г (69 %), $t_{\text{кип}} = 134\text{--}135$ °С при 1 мм рт. ст., $t_{\text{пл}} = 63\text{--}64$ °С.

Загальна методика отримання N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-ізопропілсечовини (2), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N',N'-дибутилсечовини (4) та сполуки (18), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-циклогексаметиленсечовини (21), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-метил-N'-циклогексилсечовини (22), N-морфаліламід-3-метилсульфоланіл-3-карбамінової кислоти (26), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-пентаметиленсечовини (27), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-(2-метоксибензол)сечовини (28), гексаметилен-ди(3-метилсульфоланіл-3-сечовини (29), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-(нафтил-1)-сечовини (30). До суспензій відповідних амінів (сполуки 4 і 18) або розчину відповідного аміну (сполука 2) в мінімальній кількості хлороформу додавали по краплях еквівалентні кількості розчину 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату в хлороформі. Реакційну суміш перемішували 3–4 год. Розчинник випарювали, залишок кристалізували з води (сполука 2) або висаджували гексаном з бензолу (сполука 4). Сполуку (18) переосаджували водою з ДМФА.

Загальна методика отримання N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-алілсечовини (3), N,N'-ди(3-метилсульфоланіл-3)-N'-метилсечовини (8), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-бензилсечовини (10), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-м-нітрофенілсечовини (11), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-п-метоксіфенілсечовини (20), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-циклогексаметиленсечовини (21), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-(2-оксі-5-нітрофеніл)сечовини (23), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-м-бромфенілсечовини (24). Еквівалентні кількості 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату та відповідного аміну нагрівали до утворення розплаву, охолоджували до кімнатної температури й кристалізували з води (сполуки 3, 8, 10) або з бензолу (сполуки 11, 20–24).

Загальна методика отримання N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-диметиламіносечовини (5), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-сульфоланіл-3-сечовини (6), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-фенілсечовини (9), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-3-метилбензолсечовини (13), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-4-метилбензолсечовини (14), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-фурфурілсечовини (25). До 10–15 % надлишку водного розчину відповідного аміну додавали бензольний розчин 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату за кімнатної температури. Реакційну суміш перемішували до утворення осаду. Останній відфільтровували, промивали на фільтрі бензолом і кристалізували з води.

Методика отримання N, N'-ди(3-метилсульфоланіл-3)-сечовини (7). До 10 мл 0,75 н бензольного розчину 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату додавали 1 мл води, перемішували 3 год. Осад відфільтровували.

Загальна методика отримання N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-2,4-динітрофенілсечовини (12), N-(3-ме-

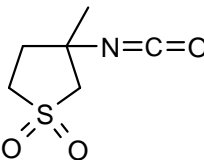
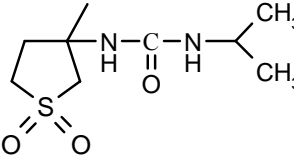
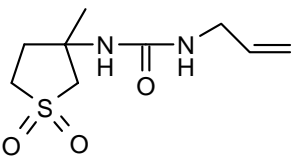
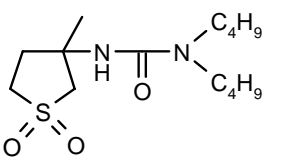
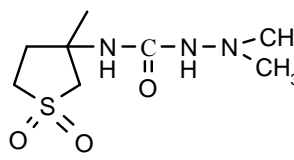
тилсульфоланіл-3)-N'-3-гідроксифенілсечовини (15), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-3-м-(диметиламіно)фенілсечовини (16), N-(3-метилсульфоланіл-3)-O-н-бутилкарбамату (19), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-(2-оксі-5-нітробензол)сечовини (23), N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-(3-бромбензол)сечовини (24). До бензольного розчину 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату додавали 10–15 % надлишок відповідного аміну чи спирту і краплю триетиламіну (каталізатор). Реакційну суміш нагрівали при 70 °С від кількох годин (сполуки 15, 16, 19), до кількох діб (сполуки 12, 23, 24). Осад відфільтровували, промивали гексаном до зволоження і кристалізували з бензолу (сполука 12) або з води (сполука 15). Речовини 16, 19 одержали практично чистими без кристалізації.

Методика отримання N-(3-метилсульфоланіл-3)-N'-(5-карбоксі-1,2,4-триазол-3)сечовини (17). 1,28 г (0,01 моль) 3-аміно-1,2,4-триазол-5-карбонової кислоти і 0,56 г (0,01 моль) гідроксиду калію розчиняли в мінімальній кількості води. До отриманого розчину при перемішуванні додавали розчин 1,75 г (0,01 моль) 3-метилсульфоланіл-3-ізоціанату в 20 мл ацетонітрилу. Через 1 год реакційну суміш розбавляли 20 мл води і підкислювали концентрованою соляною кислотою до рН 3. Осад відфільтровували, розчиняли в 10 мл ДМСО, додавали 10 мл води, осад відділяли.

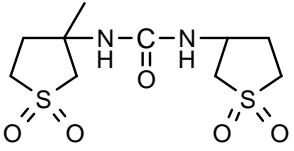
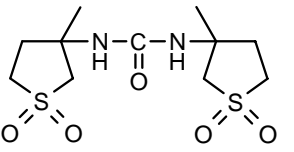
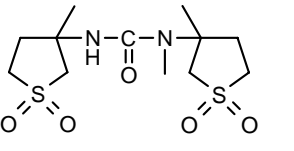
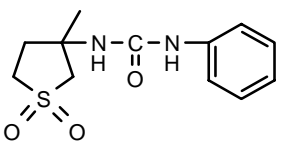
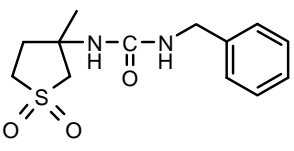
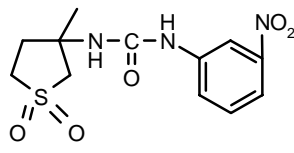
1. Ulrich H., *Chem. Rev.*, 1965, **65** (3), 369–376.
2. McFarland J.W., *Int. J. Sulfur Chem. B*, 1972, **7** (4), 319–329.
3. Shoichiro Ozaki, *Chem. Rev.*, 1972, **72** (5), 457–496.
4. Безменова Т.Э., Пархоменко П.И., *Докл. АН УССР, Сер. Б*, 1969, (8), 726–728.
5. Пархоменко П.И., Безменова Т.Э., *Докл. АН УССР*, 1970, (5), 429–431.
6. Пархоменко П.И., *Укр. хим. журн.*, 1980, **46** (9), 977–980.
7. Пархоменко П.И., Безменова Т.Э., Рыбакова М.В., Лукашов С.М., *Укр. хим. журн.*, 1982, **48** (11), 1217–1220.
8. Пархоменко П.И., Овчаренко Т.А., Лукашов С.М., Безменова Т.Э., *Тез. докл. XIII науч. сессии по химии и технологии орг. соединений серы и сернистых нефтей*, Рига, Зинатне, 1974, 238.
9. Пархоменко П.И., Макаренко А.Г., Рыбакова М.В., Роженко А.Б., *Укр. хим. журн.*, 1993, **59** (4), 426–432.
10. *Методические рекомендации по проведению лабораторных испытаний синтетических регуляторов роста растений*, Под ред. А.А.Шаповалова и др., Черкасы, 1990.

Надійшла до редакції 12.02.2007 р.

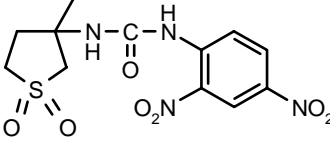
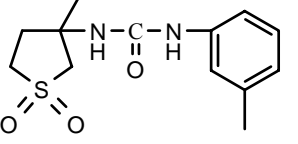
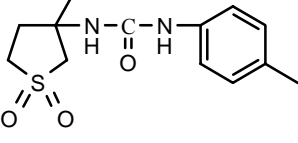
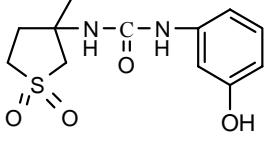
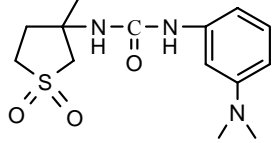
Таблиця 1. Властивості синтезованих сполук

| Но- мер сполу- ки | Структурна формула | Ви- хід, % | $t_{пл}, ^\circ C$ | Загальна формула | Результати елемен- тного аналізу | | ПМР спектри | ІЧ-спектри поглинання, ν, cm^{-1} |
|----------------------------|---|------------------|---|-----------------------|-------------------------------------|---------------------|--|--|
| | | | | | Знайдено, % | Обчислено, % | | |
| 1 |  | 69 | 63–64, Т.кип.= =134–135 (1 ммрт.ст.) | $C_6H_9NO_3S$ | S–17,90 | S–18,26 | 1,7(3H, с, CH_3); 2,4–3,6(6H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2$) | 2260 (NCO); 2960 (CH_3); 1290, 1110 (SO_2) |
| 2 |  | 96 | 132–134 | $C_9H_{18}N_2O_3S$ | S–13,53 | S–13,68 | 1,0(6H, д, $2CH_3$); 1,4(3H, м, CH_3); 2,05–3,65(7H, $CH_2CH_2SO_2CH_2$); 5,65(1H, д, NH); 6,05(1H, м, NH) | 3400, 3280, 1530 (NH); 2960 (CH_3); 1650 (C=O); 1290, 1105 (SO_2) |
| 3 |  | 82 | 94–95 | $C_9H_{16}N_2O_3S$ | S–12,10 N–13,91 | S–12,06; N–13,80 | 1,45(3H, с, CH_3); 2,1–3,7(8H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2$); 5,1(2H, м, $=CH_2$); 5,8(1H) | 3390, 1530 (NH); 2970 (CH_3); 1660 (C=O); 1310, 1110 (SO_2); 3080, 2980 ($-CH=CH_2$) |
| 4 |  | 89 | 73–74 | $C_{14}H_{28}N_2O_3S$ | S–10,68 | S–10,53 | 0,9(6H, с, $2CH_3$); 1,25–1,4(8H, м, $2CH_2CH_2$); 1,45(3H, с, CH_3); 2,0–3,75(10H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2+2CH_2$); 5,6(1H, с, NH) | 3390, 1530 (NH); 2960 (CH_3); 2925 (CH_2); 1630 (C=O); 1300, 1110 (SO_2) |
| 5 |  | 88 | 127–128 | $C_8H_{17}N_3O_3S$ | S–13,7 N–17,8 | S–13,63 N–17,86 | 1,4(3H, с, CH_3); 2,1–3,8(12H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2+2CH_3$); 6,5(1H, с, NH); 7,1(1H, с, NH) | 3400, 1530 (NH); 2960 (CH_3); 1650 (C=O); 1300, 1110 (SO_2) |

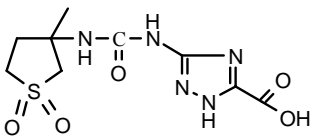
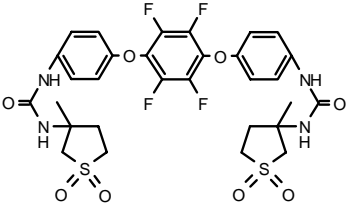
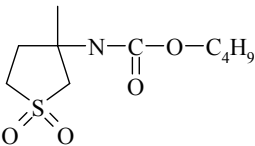
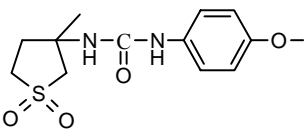
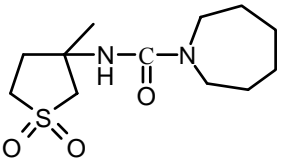
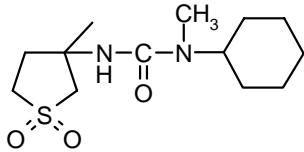
Продовження табл. 1

| Но- мер спо- луки | Структурна формула | Ви- хід, % | $t_{пл}, ^\circ\text{C}$ | Загальна формула | Результати елемен- тного аналізу | | ПМР спектри | ІЧ-спектри поглинання, ν, cm^{-1} |
|----------------------------|---|------------------|--------------------------|--|-------------------------------------|--------------------|---|--|
| | | | | | Знайдено, % | Обчислено, % | | |
| 6 |  | 76 | 191–193 | $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}_2$ | S–20,60 | S–20,64 | 1,45(3H, c, CH_3); 2,0–3,65(12H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$ + $+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$); 4,3(1H, м, CH); 6,25(1H, д, NH); 6,35(1H, c, NH) | 3400 (NH); 1690 (C=O); 1300, 1110 (SO_2) |
| 7 |  | 57 | 258–260 | $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}_2$ | S–18,71 | S–18,95 | 1,45(6H, c, CH_3 + CH_3); 2,1–3,65(12H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$ + $+\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$); 6,2(2H, c, NH+NH) | 3440 (NH); 1690 (C=O); 1300, 1115 (SO_2) |
| 8 |  | 79 | 151–153 | $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}_2$ | S–19,03 N–8,35 | S–18,95 N–8,28 | 1,45(6H, м, CH_3 + CH_3); 2,1–3,7(12H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$ + $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$); 2,8(3H, c, CH_3); 6,3(1H, c, NH) | 3400 (NH); 1650 (C=O); 1300, 1110 (SO_2) |
| 9 |  | 60 | 142–143 | $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ | S–12,03 N–10,38 | S–11,95 N–10,44 | – | 3350, 1560 (NH); 3055 (C=CH); 1630 (C=O); 1450 (CH_3); 1300, 1110 (SO_2) |
| 10 |  | 88 | 146–147 | $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ | S–11,03 | S–11,36 | 1,5(3H, c, CH_3); 2,1–3,6(6H, м, $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SO}_2\text{CH}_2$); 4,2(2H, д, CH_2); 6,2–6,25(2H, д, NH+NH); 7,25(5H, м, Ph) | 3360, 1570 (NH); 3050 (C=CH); 1630 (C=O); 1450 (CH_3); 1300, 1110 (SO_2) |
| 11 |  | 52 | 190–192 | $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$ | S–10,41 | S–10,23 | – | 3420, 3380, 1560 (NH); 3090 (C=CH); 1710 (C=O); 1600 (C=C); 1500, 1360 (NO_2); 1290, 1120 (SO_2) |

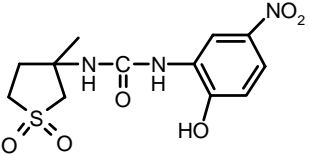
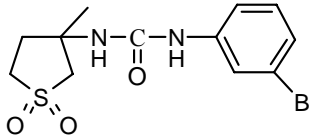
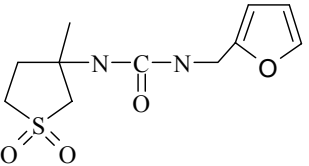
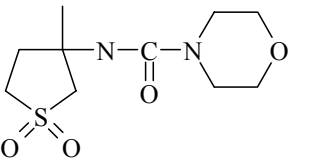
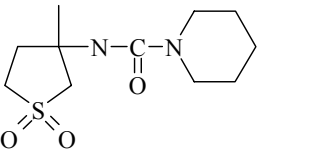
Продовження табл. 1

| Но- мер спо- луки | Структурна формула | Ви- хід, % | $t_{пл}$, °C | Загальна формула | Результати елемен- тного аналізу | | ПМР спектри | ІЧ-спектри поглинання, ν , cm^{-1} |
|----------------------------|---|------------------|---------------|-----------------------|-------------------------------------|--------------------|---|---|
| | | | | | Знайдено, % | Обчислено, % | | |
| 12 |  | 57 | 176–178 | $C_{12}H_{14}N_4O_7S$ | S–8,91 N–15,68 | S–8,95 N–15,64 | – | 3400 (NH); 3060 (C=CH); 1680 (C=O); 1610 (C=C); 1500, 1360 (NO ₂); 1300, 1100 (SO ₂) |
| 13 |  | 95 | 153–154 | $C_{13}H_{18}N_2O_3S$ | S–11,42 N–9,97 | S–11,36 N–9,92 | 1,5(3H, c, CH ₃); 2,15–3,7(9H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂ +CH ₃); 6,5(1H, c, NH); 6,75–7,25(4H, м, Ph); 8,25(1H, c, NH) | 3400, 1570 (NH); 3050 (C=CH); 1650 (C=O); 1450 (CH ₃); 1310, 1100 (SO ₂) |
| 14 |  | 68 | 151–152 | $C_{13}H_{18}N_2O_3S$ | S–11,33 N–9,89 | S–11,36 N–9,92 | – | 3410, 1575 (NH); 3080 (C=CH); 1690 (C=O); 1450 (CH ₃); 1310, 1100 (SO ₂) |
| 15 |  | 77 | 179–181 | $C_{12}H_{16}N_2O_4S$ | S–11,34 N–10,01 | S–11,28 N–9,85 | – | 3410, 1575 (NH); 3080 (C=CH); 1690 (C=O); 3640 (OH); 1310, 1100 (SO ₂) |
| 16 |  | 96 | 158–160 | $C_{14}H_{21}N_3O_3S$ | S–13,60 N–10,35 | S–13,49 N–10,30 | 1,5(3H, c, CH ₃); 2,1–3,6(12H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂ +CH ₃ +CH ₃); 6,2, 6,45, 6,9(4H, м, Ph); 6,3(1H, c, NH); 8,0(1H, c, NH) | 3410, 1575 (NH); 3080 (C=CH); 1690 (C=O); 1450 (CH ₃); 1310, 1100 (SO ₂) |

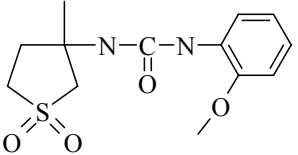
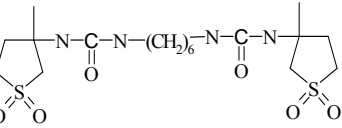
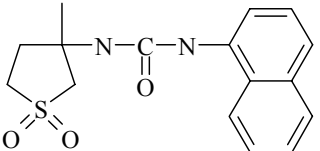
Продовження табл. 1

| Но- мер спо- луки | Структурна формула | Ви- хід, % | $t_{пл}, ^\circ C$ | Загальна формула | Результати елемен- тного аналізу | | ПМР спектри | ІЧ-спектри поглинання, ν, cm^{-1} |
|----------------------------|---|------------------|--------------------|----------------------------|-------------------------------------|--------------------|---|---|
| | | | | | Знайдено, % | Обчислено, % | | |
| 17 |  | 49 | 129–130 | $C_9H_{13}N_5O_5S$ | S–10,49 N–23,15 | S–10,57 N–23,09 | – | 3400, 3380, 1530 (NH); 3300 ш.п. (OH); 1740 (C=O); 1300, 1120 (SO ₂) |
| 18 |  | 81 | >275 | $C_{30}H_{30}F_4N_4O_8S_2$ | S–8,72 | S–8,97 | 1,50(3H, c, CH ₃); 2,05–2,8(2H, м, CH ₂); 2,90–3,74(4H, м, CH ₂ SO ₂ CH ₂); 6,5(2H, c, NH); 7,06(2H, д, Ph.); 7,38(2H, д, Ph.); 8,42(1H, c, NH). | 3350, 1530, 1490 (NH); 1650 (C=O); 1300, 1100 (SO ₂); 1200 (C–F) |
| 19 |  | 71 | 79–83 | $C_{10}H_{19}NO_4S$ | S–12,80 N–5,65 | S–12,86 N–5,62 | – | – |
| 20 |  | 65 | 120–122 | $C_{13}H_{18}N_2O_4S$ | S–10,65 N–9,46 | S–10,75 N–9,39 | 1,5(3, c, CH ₃); 2,1–3,7(9H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂ +CH ₃); 6,4(1H, c, NH); 6,8, 7,35(4H, д, Ph); 8,1(1H, c, NH) | – |
| 21 |  | 50 | 122–124 | $C_{12}H_{22}N_2O_3S$ | S–11,8 N–10,3 | S–11,69 N–10,21 | 1,45–1,6(11H, м, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ +CH ₃); 2,05–3,9(10H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂ +CH ₂ CH ₂); 5,85(1H, c, NH) | – |
| 22 |  | 88 | 154–156 | $C_{13}H_{24}N_2O_3S$ | S–11,25 N–9,65 | S–11,12 N–9,71 | 1,05–1,3(6H, м, CH ₂ CH ₂ CH ₂); 1,45(3H, c, CH ₃); 1,5–1,75(4H, м, CH ₂ +CH ₂); 2,1–3,8(10H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂ +CH+CH ₃); 5,9(1H, c, NH) | – |

Продовження табл. 1

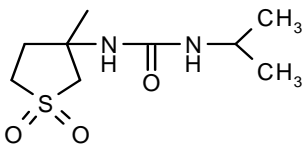
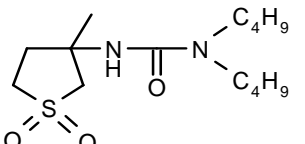
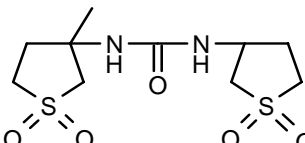
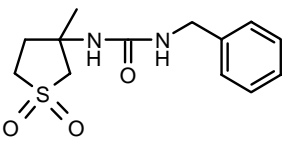
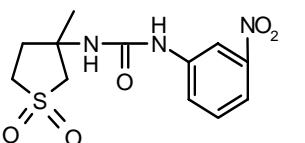
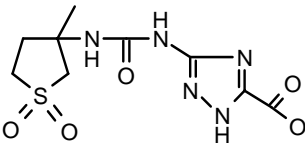
| Но- мер спо- луки | Структурна формула | Ви- хід, % | $t_{пл}$, °C | Загальна формула | Результати елемен- тного аналізу | | ПМР спектри | ІЧ-спектри поглинання, ν , cm^{-1} |
|----------------------------|---|------------------|---------------|-------------------------|-------------------------------------|---------------------|--|---|
| | | | | | Знайдено, % | Обчислено, % | | |
| 23 |  | 85 | 195–198 | $C_{12}H_{15}N_3O_6S$ | S–9,69 N–12,8 | S–9,74 N–12,76 | 1,45(3H, c, CH_3); 2,1–3,7(6H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2$); 7,0, 7,45, 7,75(3H, Ph); 8,25(1H, c, NH); 9,0(1H, c, NH) | – |
| 24 |  | 97 | 159–161 | $C_{12}H_{15}BrN_2O_3S$ | S–9,14 N–8,12 | S–9,23 N–8,07 | 1,45(3H, c, CH_3); 2,1–3,7(6H, $CH_2CH_2SO_2CH_2$); 6,6(1H, c, NH); 7,1–7,8(4H, Ph); 8,6(1H, c, NH) | – |
| 25 |  | 87 | 135–137 | $C_{11}H_{16}N_2O_4S$ | S–11,70 N–10,02 | S–11,77 N- 10,29 | 1,4(3H, c, CH_3); 2,05–3,65(6H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2$); 4,15(2H, д, CH_2); 6,15–6,35(4H, $CH-CH=CH+NH$); 7,55(1H, c, NH) | – |
| 26 |  | 87 | 165–166 | $C_{10}H_{18}N_2O_4S$ | S–12,19 N–10,44 | S–12,22 N- 10,68 | 1,45(3H, c, CH_3); 2,05–3,75(14H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2+2(CH_2CH_2)$); 6,2(1H, c, NH) | – |
| 27 |  | 93 | 151–154 | $C_{11}H_{20}N_2O_3S$ | S–12,08 N–10,50 | S–12,32 N- 10,76 | 1,4–1,55(9H, м, $CH_3+CH_2CH_2CH_2$); 2,1–3,8(10H, м, $CH_2CH_2SO_2CH_2+CH_2+CH_2$); 6,15(1H, c, NH) | – |

Продовження табл. 1

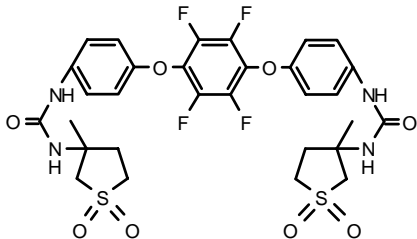
| Но- мер спо- луки | Структурна формула | Ви- хід, % | $t_{пл}$, °C | Загальна формула | Результати елемен- тного аналізу | | ПМР спектри | ІЧ-спектри поглинання, ν , cm^{-1} |
|----------------------------|---|------------------|---------------|-------------------------|-------------------------------------|--------------------|--|---|
| | | | | | Знайдено, % | Обчислено, % | | |
| 28 |  | 68 | 154-156 | $C_{13}H_{18}N_2O_4S$ | S-10,61 N-9,20 | S-10,75 N-9,39 | 1,5(3H, c, CH ₃); 2,1-3,7(6H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂); 3,85(3H, c, CH ₃); 6,8-6,95(3H, м, Ph); 7,2(1H, c, NH); 7,9(1H, c, NH); 8,05(1H, д, Ph) | — |
| 29 |  | 94 | 182-184 | $C_{18}H_{34}N_4O_6S_2$ | S-15,95 N-14,07 | S-16,17 N-14,13 | 1,2-1,35(8H, м, 4CH ₂); 1,4(6H, c, 2CH ₃); 2,05-3,7(14H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂ +CH ₂ +CH ₂); 5,75(2H, д, 2NH); 6,1(2H, c, 2NH) | — |
| 30 |  | 96 | 189-190 | $C_{16}H_{18}N_2O_3S$ | S-9,87 N-8,53 | S-10,07 N-8,80 | 1,55(3H, c, CH ₃); 2,2-3,8(6H, м, CH ₂ CH ₂ SO ₂ CH ₂); 6,95(1H, c, NH); 7,4-8,05(7H, м); 8,45(1H, c, NH) | — |

Примітка: д – дуплет, м – мультиплет, с – синглет; – спектри даної речовини не записували.

Таблиця 2. Рістрегулююча активність синтезованих речовин

| Номер сполуки | Структурна формула | Витрата речовини на 1 т насіння, кг | Проростки гречки, довжина коріння, % до контролю | Крес-салат, довжина коріння, % до контролю | Проростки пшениці, % до контролю | | | |
|---------------|---|-------------------------------------|--|--|----------------------------------|--------|-----------|--------|
| | | | | | Лінійний ріст | | Сира маса | |
| | | | | | Корінь | Стебло | Корінь | Стебло |
| 2 |  | 0,250 | 98 | 98 | 94 | 102 | 74 | 97 |
| | | 0,125 | 117 | 111 | 91 | 99 | 95 | 97 |
| | | 0,06 | 118 | 111 | 95 | 103 | 95 | 94 |
| 4 |  | 0,250 | 107 | 107 | 83 | 96 | 81 | 91 |
| | | 0,125 | 121 | 111 | 89 | 101 | 98 | 106 |
| | | 0,06 | 120 | 111 | 87 | 98 | 76 | 100 |
| 6 |  | 0,250 | 70 | 70 | 95 | 93 | 93 | 90 |
| | | 0,125 | 102 | 102 | 89 | 94 | 95 | 95 |
| | | 0,06 | 104 | 94 | 94 | 96 | 96 | 94 |
| 10 |  | 0,250 | 103 | 107 | 86 | 91 | 86 | 91 |
| | | 0,125 | 107 | 103 | 98 | 104 | 99 | 102 |
| | | 0,06 | 117 | 111 | 92 | 100 | 98 | 94 |
| 11 |  | 0,250 | 90 | 90 | 71 | 93 | 87 | 89 |
| | | 0,125 | 92 | 92 | 95 | 104 | 98 | 104 |
| | | 0,06 | 98 | 98 | 96 | 105 | 107 | 100 |
| 17 |  | 0,250 | 85 | 85 | 70 | 87 | 66 | 81 |
| | | 0,125 | 105 | 105 | 90 | 91 | 76 | 97 |
| | | 0,06 | 107 | 107 | 101 | 98 | 91 | 103 |

Продовження табл. 2

| Номер сполуки | Структурна формула | Витрата речовини на 1 т насіння, кг | Проростки гречки, довжина коріння, % до контролю | Крес-салат, довжина коріння, % до контролю | Проростки пшениці, % до контролю | | | |
|--------------------------------------|---|-------------------------------------|--|--|----------------------------------|--------|-----------|--------|
| | | | | | Лінійний ріст | | Сира маса | |
| | | | | | Корінь | Стебло | Корінь | Стебло |
| 18 |  | 0,250 | 115 | 115 | 81 | 95 | 89 | 94 |
| | | 0,125 | 110 | 108 | 92 | 96 | 96 | 93 |
| | | 0,06 | 108 | 110 | 93 | 100 | 100 | 101 |
| Гідразид малеїнової кислоти (еталон) | | 0,250 | 58 | 58 | 53 | 77 | 57 | 81 |
| | | 0,125 | 78 | 78 | 60 | 82 | 71 | 91 |
| | | 0,06 | 116 | 106 | 87 | 94 | 95 | 90 |
| Бурштинова кислота (еталон) | | 0,250 | 75 | 75 | 80 | 108 | 82 | 110 |
| | | 0,125 | 119 | 109 | 91 | 106 | 96 | 108 |
| | | 0,06 | 118 | 109 | 98 | 103 | 101 | 105 |

Синтез и некоторые свойства 3-метилсульфоланил-3-изоцианата

*П.И. Пархоменко, А.Г. Макаренко, О.А. Мусиенко, С.Н. Курильчик, Л.М. Криль,
В.И. Пархоменко, А.А. Павловский, В.П. Пархоменко, Д.В. Острик*

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

Впервые синтезирован 3-метилсульфоланил-3-изоцианат фосгенированием гидрохлорида 3-метил-3-аминотиолан-1,1-диоксида. Взаимодействием его с алифатическими, ароматическими аминами, диметилгидразином, 3-амино-1,2,4-триазол-5-карбоновой кислотой и бутанолом синтезированы соответствующие производные мочевины и уретан. Изучено влияние синтезированных веществ на ростовые процессы одно и двудольных проростков растений. Установлено, что рострегулирующая активность соединений зависит от их химического строения и вида растений. Обнаружено ростстимулирующий эффект исследованных мочевины на тест-объектах.

The Synthesis and some properties of 3-methylsulfolanile-3-isocyanate

*P.I. Parkhomenko, O.G. Makarenko, O.A. Musienko, S.M. Kurilchik, L.M. Kril,
V.I. Parkhomenko, O.A. Pavlovskyy, V.P. Parkhomenko, D.V. Ostriak*

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

Earlier unknown 3-methylsulfolanyle-3-isocyanate has been synthesized by reaction of 3-methyl-3-aminothiolan-1,1-dioxide hydrochloride with phosgene. By its reactions with aliphatic and aromatic amines, dimethylhydrazine, 3-amino-1,2,4-triazole-5-carbon acid and butyl alcohol appropriate derivatives of urea and urethane have been synthesized. Influence of the synthesized substances on growth processes of mono- and dicotyledonous plants germs has been studied. It has been stated that growth of regulating activity of substances depends on their chemical construction and type of the plants. Growth stimulating effect of the investigated ureas have been revealed on test-objects.

Объявление

Предлагаем производные сульфолана и сульфолена
(тиолан- и тиолен-1,1-диоксида)
для скрининга и научных исследований.

Предлагаем сотрудничество по исследованию производных пятичленных циклических сульфонов.

Тел. 8-067-232-87-26
e-mail: fosgen@ukr.net
phosgen@inbox.ru