

даному контакті – 95 %, що є дещо вищою в аналогічних умовах порівняно з контактами з меншим вмістом алюмінію. Крім цього на даному контакті спостерігається різке зменшення конверсії етилбензолу порівняно з каталізаторами з меншим вмістом алюмінію. Максимальна конверсія етилбензолу при  $\tau_k=0,6$  с та  $T=653$  К – 27,9 %, тоді як на каталізаторах  $Fe_2Bi_1Mo_2Al_{0,1}O_x$  і  $Fe_2Bi_1Mo_2Al_{0,25}O_x$  в цих умовах вона дорівнює відповідно 94,3 та 100 %.

Тобто, з'ясовано, що найкращим каталізатором є каталізатор такого складу  $Fe_2Bi_1Mo_2Al_{0,25}O_x$ , на якому при температурі 653 К і часі контакту 3,6 с вихід стиролу становить 98,5 % при повній конверсії етилбензолу та селективності за стиролом – 98,5 %. Отже, додавання до Fe-Bi-Mo-O системи алюмінію спричиняє підвищення селективності реакції за стиролом та пониження температури, при якій досягається повна конверсія етилбензолу. Разом з цим збільшення вмісту Al у каталізаторі до співвідношення Al/Bi=0,5 приводить до різкого зниження конверсії етилбензолу.

1. Лебедев Н.Н. *Химия и технология основного органического синтеза*. М., 1988.

2. Нотерман Т., Келкс Дж., Скляр А.В., и др. *Физико-химические и каталитические свойства висмутжелезомолибденовых катализаторов // Кинетика и катализ*. 1976. Вып.3. С.758-764.

УДК 5147.543:547.26',122

Новіков В.П., Здирко Б.В., Марінцова Н.Г., Нюнькін Б.Ю.  
ДУ “Львівська політехніка”, кафедра ТБСНБ

## СИНТЕЗ СУЛЬФАМІДІВ НА ОСНОВІ 2,1,3-БЕНЗТІАДІАЗОЛ-4-ТІОСУЛЬФОКИСЛОТИ

© Новіков В.П., Здирко Б.В., Марінцова Н.Г., Нюнькін Б.Ю., 2000

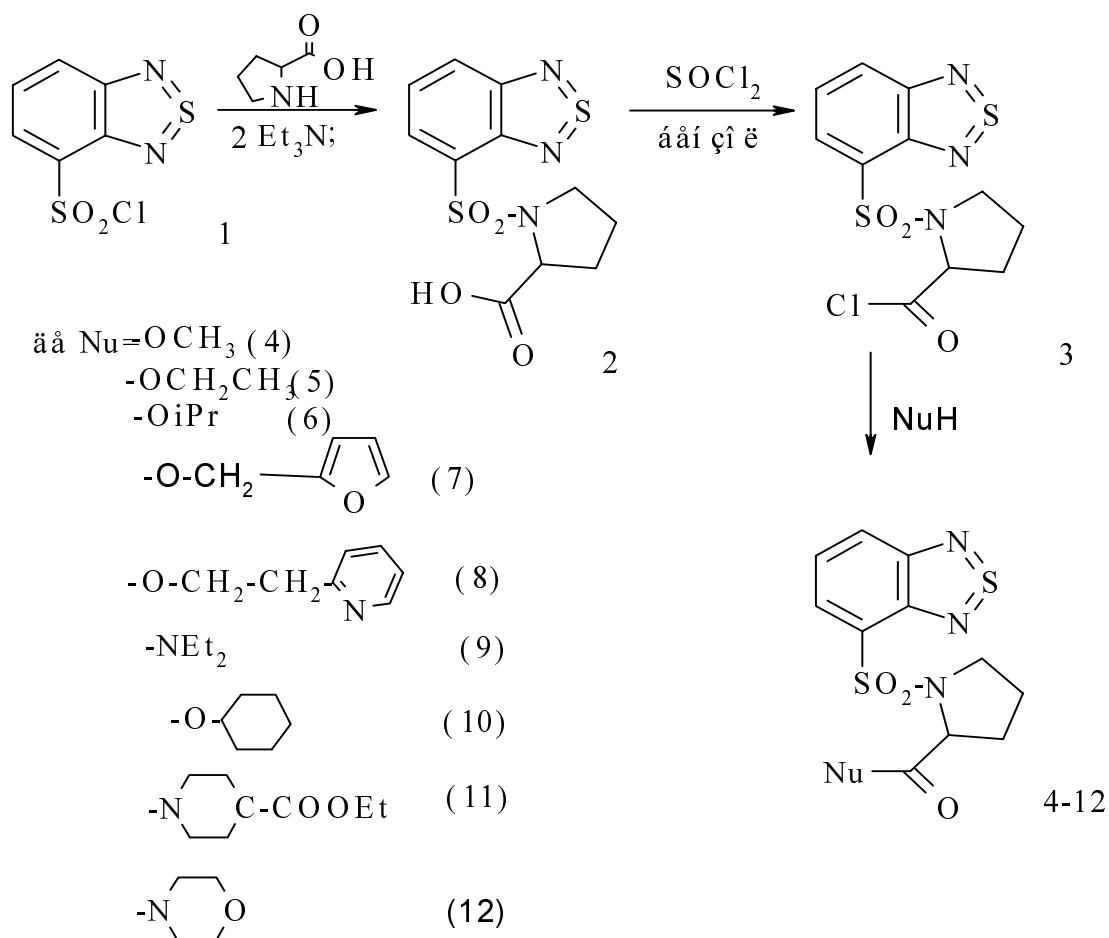
**З метою дослідження біологічної активності синтезовано ряд похідних сульфамідів на основі 2,1,3-бензтіадіазол-4-тіосульфокислоти.**

**In purpose of investigation of biological activity some sulfamides based on derivatives of 2,1,3-benzenediathiazole-4-sulfoacid have been synthesized.**

Похідні бенз-2,1,3-тіадіазолу є перспективними для пошуку біологічно активних речовин. На їх основі синтезована велика кількість сполук, досліджених як потенційні протипухлинні засоби [1], місцевоанестезуючі та регулятори росту рослин [2], а також такі, що мають радіозахисні властивості [4]. З іншого боку, відома висока антибактеріальна активність сульфаніламідних препаратів [5].

Через те важливим є продовження роботи з розширення асортименту біологічно активних сполук у класі сульфамідів гетероциклічного ряду.

Як об'єкт дослідження нами був обраний 4-сульфоніл-[бенз-2,1,3-тіадіазол]-2-карбокситетрагідропірол (2).



При взаємодії сульфохлориду (1) з проліном у вигляді солі з триетиламіном був одержаний сульфамід (2), який перетворювали під дією хлористого тіонілу в галогенангідрид (3) за карбоксильною групою проліну. Взаємодією хлорангідриду (3) із спиртами та амінами були одержані кінцеві сполуки (4-12), індивідуальність яких підтверджена методом ТШХ, даними елементного аналізу та ПМР-спектроскопії. Були зроблені спроби одержати сульфаміди на основі бенз-2,1,3-тіадіазол-4-тіосульфокислоти реакцією амонілізу 4-сульфоніл-[бенз-2,1,3-тіадіазол]-2-карбметокситетрагідропіролу з морфоліном, які не дали бажаного результату.

### ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

#### 4-сульфоніл-[бенз-2,1,3-тіадіазол]-2-карбокситетрагідропірол (2).

До розчину 0,52 г (4,35 ммоль) проліну у воді з подрібненим льодом додавали 1,5 мл (10,8 ммоль) триетиламіну. Розчин охолоджували до температури 0...5 °С і при перемішуванні додавали 1,07 г (4,32 ммоль) сульфохлориду (1). Реакційну суміш витримували при охолодженні та перемішуванні протягом 2 год, залишали на ніч. Наступного дня реакційну масу фільтрували, потім підкислювали концентрованою соляною кислотою до рН 5. Осад, що утворився, фільтрували і сушили над P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Вихід 1.18г (88%) продукту з температурою плавлення 188...190 °С. Знайдено %: С 42,25; Н 3,47; S 20,51.  $C_{11}H_{11}N_3O_4S_2$ . Вчислено %: С 42,17; Н 3,51; S 20,45.

#### 4-сульфоніл-[бенз-2,1,3-тіадіазол]-2-карбонілхлоридтетрагідропірол (3).

До суспензії 0,8 г (2,55 ммоль) сполуки (2) в 5 мл бензолу додають при кімнатній температурі і перемішуванні 5 г (42,02 ммоль) хлористого тіонілу. До реакційної суміші додають каталітичну кількість диметилформаміду і витримують 24 год до утворення розчину. Розчинник упарювали у вакуумі. Далі на одержаний хлорангідрид (3) діяли еквімолярною кількістю спирту або аміну з триетиламіном у 5 мл бензолу (сполуки 4-12).

Сполука (4). Знайдено %: С 44,17; Н 3,87; S 19,55.  $C_{12}H_{13}N_3O_4S_2$ . Вчислено %: С 44,04; Н 3,98; S 19,57. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.785; 2.04 (4H, м,  $CH_2$ ), 3.468; 3.769 (2H, м,  $CH_2$ ), 3.67 (3H, с,  $CH_3$ ), 7.716 (1H, м, Ar), 8.223 (2H, м, Ar).

Сполука (5). Знайдено %: С 45,81; Н 4,51; S 18,75.  $C_{13}H_{15}N_3O_4S_2$ . Вчислено %: С 45,75; Н 4,4; S 18,77. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.166 (3H, т,  $CH_3$ ), 1.558 (1H, м,  $CH_2$ ), 1,856 (3H, м,  $CH_2$ ), 3.266-3.53 (2H, м,  $CH_2$ ), 4.091 (2H, к,  $CH_2$ ), 4.941 (1H, т, CH), 7.883, 8.249, 8.409 (3H, Ar).

Сполука (6). Знайдено %: С 47,38; Н 4,82; S 18,11.  $C_{14}H_{17}N_3O_4S_2$ . Вчислено %: С 47,32; Н 4,79; S 18,03. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.173 (6H, д.д.,  $CH_3$ ), 1.608-1.984 (4H, м,  $CH_2$ ), 3.302 (2H, м,  $CH_2$ ), 3.542 (1H, м, CH), 4.873 (1H, м, CH), 7.874, 8.239, 8.4 (3H, Ar).

Сполука (7). Знайдено %: С 48,92; Н 3,87; S 16,34.  $C_{16}H_{15}N_3O_5S_2$ . Вчислено %: С 48,85; Н 3,82; S 16,28. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.618-1.974 (4H, м,  $CH_2$ ), 2.56 (2H, с,  $CH_2$ ), 3.511 (2H, м,  $CH_2$ ), 5.093 (2H, м, CH), 6.467 (2H, м, CH), 7.859-8.382 (3H, Ar).

Сполука (8). Знайдено %: С 51,72; Н 4,36; S 15,43.  $C_{18}H_{18}N_4O_4S_2$ . Вчислено %: С 51,67; Н 4,31; S 15,31. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.563-1.914 (4H, м,  $CH_2$ ), 3.02 (2H, т,  $CH_2$ ), 3.238 (2H, м,  $CH_2$ ), 4.419 (2H, т,  $CH_2$ ), 4.894 (1H, м, CH), 7.245-8.495 (7H, Ar).

Сполука (9). Знайдено %: С 48,96; Н 5,48; S 17,37.  $C_{15}H_{20}N_4O_3S_2$ . Вчислено %: С 48,91; Н 5,43; S 17,39. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  0.957 (3H, т,  $CH_3$ ), 1.240 (3H, т,  $CH_3$ ), 1.539-1.931 (4H, м,  $CH_2$ ), 3.134-3.225 (4H, м,  $CH_2$ ), 3.562 (2H, м,  $CH_2$ ), 5.236 (1H, м, CH), 7.853-8.368 (3H, Ar).

Сполука (10). Знайдено %: С 52,82; Н 5,64; S 16,27.  $C_{17}H_{21}N_3O_4S_2$ . Вчислено %: С 52,99; Н 5,46; S 16,62. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.312-1.999 (14H, м,  $CH_2$ ), 3.54 (2H, м,  $CH_2$ ), 4.667 (1H, м, CH), 4.869 (1H, м, CH), 7.873-8.396 (3H, A).

Сполука (11). Знайдено %: С 50,51; Н 5,39; S 14,21.  $C_{19}H_{24}N_4O_5S_2$ . Вчислено %: С 50,44; Н 5,31; S 14,16.

Сполука (12). Знайдено %: С 46,81; Н 4,63; S 16,67.  $C_{15}H_{18}N_4O_4S_2$ . Вчислено %: С 46,75; Н 4,68; S 16,62. ЯМР  $^1H$ :  $\delta$  1.699-2.125 (8H, м,  $CH_2$ ), 3.496-3.674 (6H, м,  $CH_2$ ), 5.411 (1H, м, CH), 7.706-8.286 (3H, A),

1. Халецький А.М. Пути синтеза и изыскания противоопухолевых препаратов. 1962.
2. Песин В.Г., Халецький А.М., Лоцманенко И.А. // Журн. орган. химии. 1963. Т.33. 1096 с.
3. Песин В.Г., Сергеев В.А., Халецький А.М. // Журн. орган. химии. 1965. Т.34. 4. Песин В.Г., Бельняк-Лоцманенко И.А. // ХГС. 1965. № 3. 354 с. 5. Паращин Ж.Д., Лубенец В.И., Новиков В.П. // Журн. орган. химии. 1998. Т.34. 280 с.