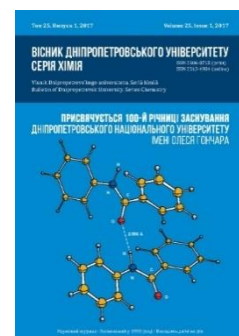




Вісник Дніпропетровського університету. Серія Хімія
Bulletin of Dnipropetrovsk University. Series Chemistry

p-ISSN 2306-871X, *e*-ISSN 2313-4984
journal homepage: <http://chemistry.dnu.dp.ua>



UDC 547.787.3:547.732.3:547.544

CORRIGENDUM

Zarovnaya, I. S., Sadkova, I. V., Kulakov, I. V., Dulnev, P. G., Palchikov, V. A. (2013). New oxazolines with sulfolane frame. *Bull. Dnipropetrovsk Univ. Ser. Chem.*, 21(20), 21–30 (in Russian). doi: <https://doi.org/10.15421/081315>

Zarovnaya, I. S., Tokar, A. V., Palchikov, V. A. (2014). Features of interaction isomeric 4-amino-tetrahydrothiophen-3-ol-1,1-dioxide with some C-electrophilic reagents. *Bull. Dnipropetrovsk Univ. Ser. Chem.*, 22(2), 39–46 (in Ukrainian). doi: <https://doi.org/10.15421/081419>

Iryna S. Zarovna, Vitaliy A. Palchikov*

Oles Honchar Dnipropetrovsk National University, 72, Gagarin Ave., Dnipro 49010, Ukraine

Received 20 May 2017; available online 30 05 December 2017

Abstract

Aminolysis of 3,4-epoxysulfolane in aqueous media leads to a very complex mixture of products with unresolved stereochemistry. Herein, we report revised data refer to our previously published results in this journal. According to our 2D NMR and XRD study sulfolane-based amino alcohols with m.p. 189–192°C and 102–105°C have *cis*- and *trans*-configuration respectively (CCDC 1527144 for *cis*-isomer, CCDC 1527143 for *trans*-isomer). Detailed analytical data obtained in the course of our work will be useful for the stereochemical identification of new sulfolane derivatives.

Keywords: aminolysis, 3,4-epoxysulfolane, configuration, amino alcohol.

КОРЕКТУРА

Нові оксазоліни з сульфолановим фрагментом / Заровна І. С., Садкова І. В., Кулаков І. В. и др. // Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія «Хімія». – 2013. – Т. 21, вип. 20. – С. 21–30.

Заровна І. С. Особливості взаємодії ізомерних 4-амінотетрагідротіофен-3-ол-1,1-діоксидів з деякими С-електрофільними реагентами / І. С. Заровна, А. В. Токар, В. О. Пальчиков // Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія «Хімія». – 2014. – Т. 22, Вип. 2. – С. 39–46.

Ірина С. Заровна, Віталій О. Пальчиков

Дніпропетровський національний університет імені Олеся Гончара, пр. Гагаріна, 72, Дніпро 49010, Україна

Анотація

Аміноліз 3,4-епоксисульфолану у водному середовищі приводить до утворення складної суміші продуктів невизначеної стереохімічної будови. У цій коректурі ми наводимо уточнені дані, які відносяться до наших раніше опублікованих результатів у цьому журналі. Відповідно до 2D ЯМР і РСА досліджень сульфоланвмісні аміноспирти з т.пл. 189–192°C та 102–105°C мають відповідно *цис*- та *транс*-конфігурацію (CCDC 1527144 для *цис*-ізомеру, CCDC 1527143 для *транс*-ізомеру). Детальні аналітичні дані, отримані в ході нашої роботи, можуть бути корисними для стереохімічної ідентифікації нових сульфоланових похідних.

Ключові слова: аміноліз, 3,4-епоксисульфолан, конфігурація, аміноспирт.

*Corresponding author: Tel.: +380663007157; e-mail address: palchikoff82@gmail.com

© 2017 Oles Honchar Dnipropetrovsk National University

doi: 10.15421/081707

КОРРЕКТУРА

Новые оксазолины с сульфолановым фрагментом / Заровная И. С., Садкова И. В., Кулаков И. В. и др. // Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія «Хімія». – 2013. – Т.21, Вип. 20. – С. 21–30.

Заровная И. С. Особенности взаимодействия изомерных 4-аминотетрагидротіофен-3-ол-1,1-діоксидов с некоторыми С-электрофильными реагентами / И. С. Заровная, А. В. Токар, В. А. Пальчиков // Вестник Днепропетр. ун-та. Серія «Хімія». – 2014. – Т.22, вып. 2. – С. 39–46.

Ирина С. Заровная, Виталий А. Пальчиков

Днепропетровский национальный университет имени Олеса Гончара, пр. Гагарина, 72, Днепр 49010, Украина

Анотация

Аминолиз 3,4-эпоксисульфолана в водной среде приводит к образованию сложной смеси продуктов невыясненного стереохимического строения. В этой корректуре мы приводим уточненные данные, которые относятся к нашим ранее опубликованным результатам в этом журнале. Согласно 2D ЯМР и РСА исследованию сульфолансодержащие аминокислоты с т.пл. 189–192°C и 102–105°C имеют соответственно *цис*- и *транс*-конфигурацию (CCDC 1527144 для *цис*-изомера, CCDC 1527143 для *транс*-изомера). Подробные аналитические данные, полученные в ходе нашей работы, могут быть полезными для стереохимической идентификации новых сульфолановых производных.

Ключові слова: аминокислоты, 3,4-эпоксисульфолан, конфигурация, аминокислота.

У роботах [1; 2] як вихідні речовини нами були використані *транс*- та *цис*-4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксиди, які утворюються при амінолізі 3,4-эпоксисульфолану надлишком водного розчину аміаку (18%- або 29%-вий розчин аміаку, надлишок 25 еквівалентів, за кімнатної температури перемішування протягом доби [3; 4] або при опроміненні мікрохвильовим випромінюванням протягом 30 хвилин [5]). Варто відзначити, що один з ізомерів (за різними даними т.пл. 189–199°C [3; 4; 6; 7]) був описаний раніше авторами [3; 5–7] як *транс*-4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксид. Нами з реакційної суміші вперше було виділено окрім нього сполуку з т.пл. 102–105°C, і за даними ЯМР ¹H та ¹³C логічно припущено, що це відповідний *цис*-аміноспирт. Однак, при дослідженні здатності до циклізації виділених *транс*- та *цис*-4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксидів були отримані несподівані результати. Зокрема, загальновідомо, що при дії хлорокису фосфору або хлористого тіонілу можуть циклізуватися в оксазолині *N*-ацильовані похідні циклічних *цис*- [8] та *транс*-аміноспиртів [9–12], тому циклізація лише одного із ізомерів 4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксиду в конкретно обраних умовах не викликає подиву [1]. Результати подальших досліджень взаємодії *транс*- та *цис*-4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксидів з трифосгеном сприяли появі сумнівів щодо конфігурації вихідних аміноспиртів, тому їх молекулярна структура була уточнена за даними рентгеноструктурного аналізу (повні дані для їх структур депоновані в Кембриджський банк структурних даних). Виявилось, що сполуці,

якій раніше автори [3; 5–7] приписували *транс*-орієнтацію замісників (т.пл. 189–192°C за нашими даними), відповідає *цис*-4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксид (CCDC 1527144), а речовині з т.пл. 102–105°C, відповідно, *транс*-4-аміно-3-гідрокситетрагидротіофен-1,1-діоксид (CCDC 1527143).

Тому просимо вважати, що описані нами раніше сполуки (1, 6–10, 15) [1] та (2–5) [2] мають *цис*-, а похідні (16–18) [1] та (1, 6) [2] – *транс*-орієнтацію замісників у тетрагидротіофен-1,1-діоксидному циклі. Крім того, на підставі отриманих нами даних рентгеноструктурного аналізу також мають бути уточнені конфігурації продуктів в ряді робіт інших авторів [3; 4–7; 13–22]. Також в назві статті [1] «oxazolines» просимо читати як «oxazolines».

Бібліографічні посилання

- [1] Заровная, И. С. Новые оксазолины с сульфолановым фрагментом / И. С. Заровная, И. В. Садкова, И. В. Кулаков, П. Г. Дульнев, В. А. Пальчиков // Вісн. Дніпропетр. ун-ту. Сер. Хім. – 2013. – Т. 21, вип. 20 – С. 21–30. Режим доступу: <https://doi.org/10.15421/081315>
- [2] Заровная, И. С. Особенности взаимодействия изомерных 4-аминотетрагидротіофен-3-ол-1,1-діоксидів з деякими С-электрофильными реагентами / И. С. Заровная, А. В. Токар, В. О. Пальчиков // Вісн. Дніпропетр. ун-ту. Сер. Хім. – 2014. – Т. 22, вып. 2. – С. 39–46. – Режим доступу: <https://doi.org/10.15421/081419>
- [3] Sorenson, W. R. Epoxidation of butadiene sulfone / W. R. Sorenson // J. Org. Chem. – 1959. – Vol. 24, N 11. – P. 1796–1798. Way of Access: <https://doi.org/10.1021/jo01093a612>
- [4] Мухамедова, Л. А. О механизме реакции 3,4-эпоксисульфоланов с аммиаком и аминами / Л. А. Мухамедова, Л. И. Куршева, Н. П. Аношина // Хім. гетероцикл. соед. – 1978. – N 1. – С. 31–35. Way of Access: <https://doi.org/10.1007/BF00635936>

- [5] Xue, F. Structure-activity studies of cyclic ketone inhibitors of the serine protease plasmin: Design, synthesis, and biological activity / F. Xue, C. T. Seto // *Bioorg. Med. Chem.* – 2006. – Vol. 14, N 24. – P. 8467–8487. Way of Access: <https://doi.org/10.1016/j.bmc.2006.08.040>
- [6] Prochazka, M. Über sulfolane IV. Reaktion der halogen- und tosyloxysulfolane mit ammoniak / M. Prochazka, V. Horak // *Coll. Czech. Chem. Commun.* – 1959. – Vol. 24, N 7. – P. 2278–2283. Way of Access: <https://doi.org/10.1135/cccc19592278>
- [7] Пат. 2610192 США, G06Q 30/02, G06Q 50/16. Method for producing hydroxy sulfolenes / Mahan J. E., Fauske S. C. (США); заявник і патентовласник Phillips Petroleum Co. – № 122858; заявл. 21.10.1949; опубл. 09.09.1952.
- [8] Eissenstat, M. A. A retro-Diels-Alder approach to oxazoles and imidazoles / M. A. Eissenstat, J. D. Weaver // *J. Org. Chem.* – 1993. – Vol. 58, N 12. – P. 3387–3390. Way of Access: <https://doi.org/10.1021/jo00064a029>
- [9] Ghosh, A. K. *Cis*-1-Aminoindan-2-ol in asymmetric syntheses / A. K. Ghosh, S. Fidanze, C. H. Senanayake // *Synthesis.* – 1998. – N 7. – P. 937–961. Way of Access: <https://doi.org/10.1055/s-1998-2092>
- [10] McCasland, G. E. Stereochemistry of aminocyclanols. Synthesis of *cis* epimers via oxazolines. The 2-aminocyclopentanol / G. E. McCasland, D. A. Smith // *J. Am. Chem. Soc.* – 1950. – Vol. 72, № 5. – P. 2190–2195. Way of Access: <https://doi.org/10.1021/ja01161a089>
- [11] Winstein, S. The role of neighboring groups in replacement reactions. XI. Some reactivities involving neighboring groups / S. Winstein, E. Grunwald, R. E. Buckles, C. Hanson // *J. Am. Chem. Soc.* – 1948. – Vol. 70, N 2. – P. 816–821. Way of Access: <https://doi.org/10.1021/ja01182a112>
- [12] Kavadias, G. Aminocyclitols. III. Synthesis of diamino-cyclohexanediols / G. Kavadias, R. Droghini // *Can. J. Chem.* – 1979. – Vol. 57, N 14. – P. 1870–1876. Way of Access: <https://doi.org/10.1139/v79-296>
- [13] Безменова, Т. Э. Исследование условий образования *цис*- и *транс*-изомеров *N*-замещенных 4-аминотиолан-3-ол-1,1-диоксидов / Т. Э. Безменова, П. Г. Дульнев, М. В. Рыбакова // *Хим. гетероцикл. соед.* – 1980. – N 4. – С. 475–478. Way of Access: <https://doi.org/10.1007/BF00552774>
- [14] А. с. 420630 СССР, МКИ С 07 D 63/00. Способ получения нитрофениламиносульфоланов или соответствующих сульфоланов / Дульнев П. Г., Безменова Т. Э. (СССР); № 1778085/23-4; заявл. 27.04.1972; опубл. 10.11.1974, Бюл. № 11 // *РЖХим.* – 1975. – 10Н 226П. Way of Access: <http://patents.su/2-420630-sposob-polucheniya-nitrofenilaminosulfolanov-ili-sootvetstvuyushhikh-sulfolanov.html>
- [15] Chou, T. Preparation of (phenyloxazolo)-3-sulfolene. A precursor for (phenyloxazolo)-O-quinodimethane / T. Chou, H.-C. Chen, C.-Y. Tsai // *J. Org. Chem.* – 1994. – Vol. 59, N 8. – P. 2241–2245. Way of Access: <https://doi.org/10.1021/jo00087a049>
- [16] А. с. 961338 СССР, МКИ С 07 D 495/04, А 01 N 43/06. 2-Трихлорметилтиолано[3,4-*d*]оксазолидин-5,5-диоксид, обладающий нематическим действием / Хаскин Г. И., Безменова Т. Э., Гриб О. К., Смолина А.И., Коршун М.Н. (СССР); № 3258896/23-04; заявл. 11.03.1981; опубл. 23.02.1984, Бюл. № 7 // *РЖХим.* – 1984. – 180 324П. Way of Access: <http://patents.su/3-961338-2-trikhlorometiltiolano-3-4-oksazolidin-5-5-dioksid-obladayushhij-nematicidnym-dejstviem.html>
- [17] А. с. 745161 СССР, МКИ С 07 D 495/04, С 07 D 498/04, А 61 К 31/38, А 61 К 31/42. Сульфолано(3,4-*d*)-оксазолидин-2-тион, обладающий противогрибковой активностью, и способ его получения / Безменова Т. Э., Дульнев П. Г., Малюк Л. Г., Рудзит Э. А., Куликова И. А. (СССР). – № 2706798/23-04; заявл. 28.12.1978; опубл. 15.10.1986, Бюл. № 38. Way of Access: <http://patents.su/3-745161-sulfolano3-4-oksazolidin-2-tien-obladayushhij-protivogribovoj-aktivnostyu-i-sposob-ego-polucheniya.html>
- [18] Безменова, Т. Э. Конденсированные системы на основе тиолан-1,1-диоксида / Т. Э. Безменова, А. Б. Роженко, Г. И. Хаскин, А. Г. Братунец, А. М. Шарохвост // *Хим. гетероцикл. соед.* – 1988. – № 2. – С. 268–271. Way of Access: <https://doi.org/10.1007/BF00473338>
- [19] Хаскин, Г. И. Новый способ синтеза *цис*-пергидротиено[3,4-*d*]имидазол-2-он-5,5-диоксидов / Г. И. Хаскин, Т. Э. Безменова // *Хим. гетероцикл. соед.* – 1983. – № 2. – С. 189–191. Way of Access: <https://doi.org/10.1007/BF00506423>
- [20] Суховеев В. В. Металокомплексні сполуки на основі похідних сульфолану-3: біологічна активність / В. В. Суховеев // *Катализ и нефтехимия.* – 2001. – N 7. – С. 55–62. Way of Access: http://kataliz.org.ua/arhiv/7_2001_en.html
- [21] Пат. WO 2008/033562 A2 США, МПК C07D 401/14. Kinase inhibitor compounds / Liang C. (США), Gao S. (Канада), Li Z. (Канада); заявник та патентовласник Liang C. (США), Gao S. (Канада), Li Z. (Канада), Xcovery, Inc. (США). – № PCT/US2007/020193; заявл. 15.09.2006; опубл. 20.03.2008. Way of Access: <https://patentscope.wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=WO2008033562>
- [22] Пат. US20090076005 A1 США, МПК A611, 31/53 77, 0070 209/04, A611, 31/404, 0070 295/00, 0070 261/02, 0070 213/02, A61P 35/00, C12V 9/99 C12Q 1/48, A611, 31/4427 A611, 31/42, A611, 31/454, 0070 239/24, A611, 31/505. Kinase inhibitor compounds / Liang C. (США), Qi M. (Канада), Gao S. (Канада), Li Z. (Канада); заявник та патентовласник Liang C. (США), Qi M. (Канада), Gao S. (Канада), Li Z. (Канада), Xcovery, Inc. (США). – № US 12/005872; заявл. 28.12.2007; опубл. 19.03.2009. Way of Access: <https://encrypted.google.com/patents/US20090076005?cl=ar>

References

- [1] Zarovnaya, I. S., Sadkova, I. V., Kulakov, I. V., Dulnev, P. G., Palchikov, V. A. (2013). [New oxazilines with sulfolane frame]. *Bull. Dnipropetrovsk Univ. Ser. Chem.*, 21(20), 21–30 (in Russian). doi: <https://doi.org/10.15421/081315>
- [2] Zarovnaya, I. S., Tokar, A. V., Palchikov, V. A. (2014). Features of interaction isomeric 4-aminotetrahydrothiophen-3-ol-1,1-dioxide with some C-electrophilic reagents. *Bull. Dnipropetrovsk Univ. Ser. Chem.*, 22(2), 39–46 (in Ukrainian). doi: <https://doi.org/10.15421/081419>
- [3] Sorenson, W. R. (1959). Epoxidation of butadiene sulfone. *J. Org. Chem.*, 24(11), 1796–1798. doi: <https://doi.org/10.1021/jo01093a612>
- [4] Mukhamedova, L. A., Kursheva, L. I., Anoshina, N. P. (1978). Mechanism of the reaction of 3,4-epoxysulfolanes with ammonia and amines. *Chem. Heterocycl. Compd.*, 14(1), 23–27. doi: <https://doi.org/10.1007/BF00635936>
- [5] Xue, F., Seto, C. T. (2006). Structure-activity studies of cyclic ketone inhibitors of the serine protease plasmin: Design, synthesis, and biological activity. *Bioorg. Med. Chem.*, 14(24), 8467–8487. doi: <https://doi.org/10.1016/j.bmc.2006.08.040>

- [6] Prochazka, M. Horak, V. (1959). Über sulfolane IV. Reaktion der halogen- und tosyloxysulfolane mit ammoniak. *Coll. Czech. Chem. Commun.*, 24(7), 2278–2283. doi: <https://doi.org/10.1135/cccc19592278>
- [7] Mahan, J. E., Fauske, S. C. (1952). *US Patent No. 2610192*. Retrieved from Espacenet.
- [8] Eissenstat, M. A., Weaver, J. D. (1993). A retro-Diels-Alder approach to oxazoles and imidazoles. *J. Org. Chem.*, 58(12), 3387–3390. doi: <https://doi.org/10.1021/jo00064a029>
- [9] Ghosh, A. K., Fidanze, S., Senanayake, C. H. (1998). *Cis*-1-Aminoindan-2-ol in asymmetric syntheses. *Synthesis*, (7), 937–961. doi: <https://doi.org/10.1055/s-1998-2092>
- [10] McCasland, G. E., Smith, D. A. (1950). Stereochemistry of aminocyclanols. Synthesis of *cis* epimers via oxazolines. The 2-aminocyclopentanols. *J. Am. Chem. Soc.*, 72(5), 2190–2195. doi: <https://doi.org/10.1021/ja01161a089>
- [11] Winstein, S., Grunwald, E., Buckles, R. E., Hanson, C. (1948). The role of neighboring groups in replacement reactions. XI. Some reactivities involving neighboring groups. *J. Am. Chem. Soc.*, 70(2), 816–821. doi: <https://doi.org/10.1021/ja01182a112>
- [12] Kavadias, G., Droghini, R. (1979). Aminocyclitols. III. Synthesis of diaminocyclohexanediols. *Can. J. Chem.*, 57(14), 1870–1876. doi: <https://doi.org/10.1139/v79-296>
- [13] Bezmenova, T. É., Dul'nev, P. G., Rybakova, M. V. (1980). A study of the conditions of the formation of the *cis*- and *trans*-isomers of N-substituted 4-aminothiolan-3-ol-1,1-dioxides. *Chem. Heterocycl. Compd.*, 16(4), 359–362. doi: <https://doi.org/10.1007/BF00552774>
- [14] Dul'nev, P. G., Bezmenova, T. É. (1974). *USSR Patent No. 420630*. Retrieved from <http://patents.su/2-420630-sposob-polucheniya-nitrofenilaminosulfolanov-ili-sootvetstvuyushhikh-sulfolenov.html>
- [15] Chou, T., Chen, H.-C., Tsai, C.-Y. (1994). Preparation of (phenyloxazolo)-3-sulfolene. A precursor for (phenyloxazolo)-O-quinodimethane. *J. Org. Chem.*, 59(8), 2241–2245. doi: <https://doi.org/10.1021/jo00087a049>
- [16] Khaskin, G. I., Bezmenova, T. É., Grib, O. K., Smolina, A. I., Korshun, M. N. (1984). *USSR Patent No. 961338*. Retrieved from <http://patents.su/3-961338-2-trikhlor-metiltiolano-3-4-oksazo-lidin-5-5-dioksid-obladayushhijj-nematicidnym-dejstviem.html>
- [17] Bezmenova, T. É., Dul'nev, P. G., Malyuk, L. G., Rudzit, E. A., Kulikova, I. A. (1986). *USSR Patent No. 745161*. Retrieved from <http://patents.su/3-745161-sulfolano-3-4-oksazolidin-2-tien-obladayushhijj-protivogribkovojj-aktivnostyu-i-sposob-ego-polucheniya.html>
- [18] Bezmenova, T. É., Rozhenko, A. B., Khaskin, G. I., Bratunets, A. F., Shakhvorost, A. M. (1988). Condensed thiolane 1,1-dioxide system. *Chem. Heterocycl. Compd.*, 24(2), 225–228. doi: <https://doi.org/10.1007/BF00473338>
- [19] Khaskin, G. I., Bezmenova, T. É. (1983). New method for the synthesis of *cis*-perhydrothieno[3,4-d]imidazol-2-one 5,5-dioxides. *Chem. Heterocycl. Compd.*, 19(2), 154–155. doi: <https://doi.org/10.1007/BF00506423>
- [20] Sukhoveev, V. V. (2001). Metal-complexes on the basis of derivative sulfolen-3: biological activity. *Catalysis and petrochemistry*, (7), 55–62 (in Ukrainian). Retrieved from http://kataliz.org.ua/arhiv/7_2001_en.html
- [21] Liang, C., Gao, S., Li, Z. (2008). *US Patent No. WO 2008/033562 A2*. Retrieved from <https://patentscope-wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=WO2008033562>
- [22] Liang, C., Qi, M., Gao, S., Li, Z. (2009). *US Patent No. US20090076005 A1*. Retrieved from <https://encrypted.google.com/patents/US20090076005?cl=ar>