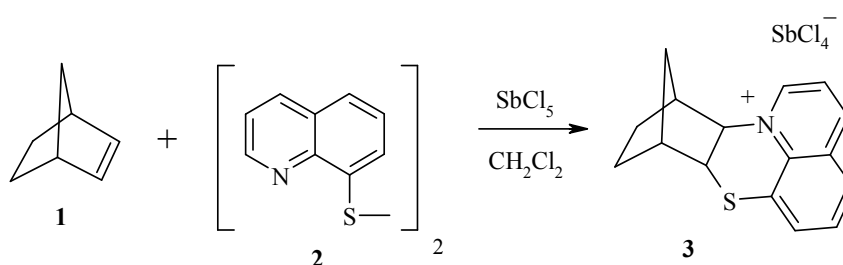


НЕОБЫЧНАЯ РЕАКЦИЯ ДИ(8-ХИНОЛИЛ)ДИСУЛЬФИДА С НОРБОРНЕНОМ

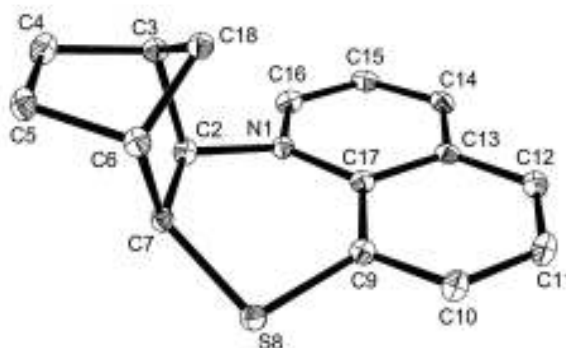
Ключевые слова: ди(8-хинолил)дисульфид, норборнен, гетероциклизация.

Как известно, кислоты Льюиса стимулируют присоединение диорга-нилдисульфидов к алкенам с образованием обычно продуктов дисульфид-нирования – вицинальных дитиоэфиров [1–4].

В настоящей работе мы сообщаем о новом направлении реагирования алкена с дигетарилдисульфидом, содержащим в гетарильном фрагменте потенциально нуклеофильный атом азота. Мы нашли, что при взаимодействии норборнена (**1**) с ди(8-хинолил)дисульфидом (**2**) в метиленхлориде в присутствии пентахлорида сурьмы при ~ 0 °С образуется с выходом 85% перианнелированная система **3**.



Молекулярное строение полученного соединения определено методом РСА (рисунок).



Строение катиона соли **3** (атомы водорода не показаны)

Основные длины связей (*l*) и валентные углы (ω) катиона соли **3**

Связь	<i>l</i> , Å	Угол	ω , град.
N(1)–C(2)	1.504(4)	C(16)–N(1)–C(17)	119.8(3)
N(1)–C(16)	1.336(4)	C(16)–N(1)–C(2)	114.7(3)
N(1)–C(17)	1.381(4)	C(17)–N(1)–C(2)	125.2(3)
S(8)–C(7)	1.793(3)	C(9)–S(8)–C(7)	101.27(15)
S(8)–C(9)	1.744(3)		

ИК спектры зарегистрированы на спектрометре Shimadzu IR-Prestige-21 в таб-летках KBr. Спектры ЯМР ^1H получены на приборе Bruker DRX-500 (500 МГц) в DMSO-d_6 , внутренний стандарт ТМС.

Тетрахлорантимонит 8-гиа-1-азонийпентацикло[7.7.1.1^{3,6}.0^{2,7}.0^{13,17}]октадека- 1(17),9,11,13,15-пентаена (3). К раствору 1.92 г (6 ммоль) дисульфида **2** в 200 мл метиленхлорида при ~ 0 °С прибавляют раствор 1.80 г (6 ммоль) SbCl₅ в 50 мл метиленхлорида и раствор 0.38 г (4 ммоль) алкена **1** в 10 мл метиленхлорида. Через 12 ч отфильтровывают 1.35 г (65%) образовавшегося осадка соединения **3**, фильтрат упаривают в вакууме. После перекристаллизации остатка из метилен-хлорида получают ещё 0.41 г (20%) соединения **3**. Т. пл. 163–165 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1612, 1585, 1523, 1404, 1367, 1300, 1226, 1078, 1031, 823, 752. Спектр ЯМР ¹H, δ , м. д. (*J*, Гц): 1.40, 1.51 (2H, два м, 2H-5); 1.46 (1H, д, ³*J* = 10.4, H-18 *syn*); 1.68 (2H, м, 2H-4); 1.83 (1H, д, ³*J* = 10.4, H-18 *anti*); 2.53 (1H, уш. с, H-6); 2.57 (1H, уш. с, H-3); 3.96 (1H, д, ³*J* = 8.0, H-7); 5.45 (1H, д, ³*J* = 8.0, H-2); 8.03 (1H, т, ³*J* = 8.0, H-11); 8.21 (1H, м, H-15); 8.20 (1H, д, ³*J* = 9.0, H-12); 8.28 (1H, д, ³*J* = 8.2, H-10); 9.28 (1H, д, ³*J* = 9.4, H-14); 9.78 (1H, д, ³*J* = 5.4, H-16). Найдено, %: С 36.96; Н 3.04. С₁₆H₁₆Cl₄NSSb. Вычислено, %: С 37.11; Н 3.11.

Рентгеноструктурное исследование соединения 3. Экспериментальные наборы интенсивностей измеряли на автоматическом дифрактометре Smart APEX (графитовый монохроматор, MoK α -излучение, ω - θ -сканирование). Структура решена прямым методом и уточнена МНК по F^2_{hkl} в анизотропном приближении для всех неводородных атомов. Водородные атомы помещены в геометрически рассчитанные положения и уточнены в модели "наездника". Все расчёты проведены с использованием программного комплекса SHELXTL v.6.12⁵. Кристаллы С₁₆H₁₆Cl₄NSSb при температуре 100 К моноклинные, $a = 9.7599(5)$, $b = 10.1019(6)$, $c = 18.9310(10)$ Å, $\beta = 95.1380(10)^\circ$, $V = 1858.97(18)$ Å³, $Z = 4$, про-странственная группа $P2(1)/c$, $d_{\text{расч}} = 1.850$ г/см³, $\mu = 2.168$ мм⁻¹, $2.10 \leq \theta \leq 26.0^\circ$, измерено 15315 отражений, из них 3640 отражений [$R_{\text{int}} = 0.0400$] независимых, $\text{Goof} = 1.017$, $R_1 = 0.0363$, $wR_2 = 0.0860$ ($I > 2\sigma(I)$), $R_1 = 0.0490$, $wR_2 = 0.0900$ (по всем данным), остаточная электронная плотность 1.949/–1.319 е. Å⁻³. Кристал-лографические данные соединения **3** депонированы в Кембриджском банке структурных данных (CCDC 771314) (http://www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект 09-03-97034-р-поволжье-а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M. C. Caserio, C. L. Fisher, J. K. Kim, *J. Org. Chem.*, **50**, 4390 (1985).
2. S. I. Usugi, H. Yorimitsu, H. Shinokubo, K. Oshima, *Org. Lett.*, **6**, 601 (2004).
3. А. В. Мартынов, А. Р. Жинкин, С. В. Амосова, *ЖОрХ*, **42**, 207 (2006).
4. N. Yamagiwa, Y. Suto, Y. Torisawa, *Bioorg. Med. Chem. Lett.*, 6197 (2007).
5. G. M. Sheldrick, *SHELXTL*, v. 6.12, *Structure Determination Software Suite*, Bruker AXS, Madison, Wisconsin, USA, 2000.

**А. В. Борисов,* Ж. В. Мацулевич, В. К. Османов,
Г. Н. Борисова, Г. К. Фукин,^а Е. В. Баранов^а**

Нижегородский государственный технический
университет им. Р. Е. Алексева,
Нижний Новгород 603950, Россия
e-mail: avb1955@rambler.ru

Поступило 21.04.2010

^аИнститут металлоорганической химии
им. Г. А. Разуваева РАН,
Нижний Новгород 603950, Россия