

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Г. А. Нисневич, В. И. Маматюк, В. А. Бархаш, Т. Н. Великохатко, Н. К. Садовая, Н. С. Зефилов, О. И. Любинская, Г. С. Микаелян, В. А. Смит, Е. Ю. Грудзинская, Е. В. Скоробогатова, В. Р. Карташов, Т. И. Новикова, И. В. Бодриков, *ЖОрХ*, **26**, 84 (1990).
2. А. В. Борисов, В. К. Бельский, Г. Н. Борисова, В. К. Османов, Ж. В. Мацулевич, Т. В. Гончарова, *ХГС*, 763 (2001).

**А. В. Борисов, Г. Н. Борисова, Ю. А. Никонова,
В. К. Османов, Ж. В. Мацулевич**

Нижегородский государственный
технический университет,
Нижний Новгород 603606, Россия
e-mail: carbon@sandy.ru

Поступило в редакцию 28.05.2003

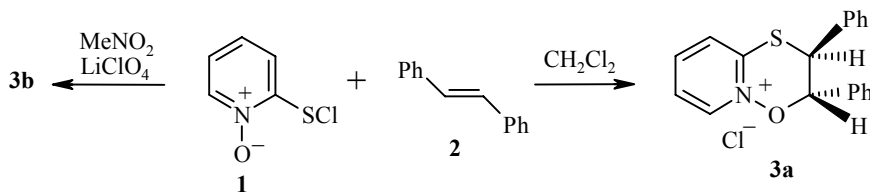
ХГС. – 2003. – № 9. – С. 1431

ГЕТЕРОЦИКЛИЗАЦИЯ В РЕАКЦИИ 2-ХЛОРСУЛЬФЕНИЛ-1-ПИРИДИН-1-ОКСИДА С *транс*-СТИЛЬБЕНОМ

Ключевые слова: алкены, сульфенилхлориды, гетероциклизация.

Недавно нами показано, что эффективным подходом к синтезу S,N-гетероциклов может служить циклоприсоединение к непредельным соединениям гетаренсульфенилхлоридов, содержащих в гетарильном фрагменте потенциально нуклефильный атом азота [1–5].

В настоящей работе изучена возможность вовлечения в процесс циклообразования в реакциях с алкенами 2-хлорсульфенил-1-пиридин-1-оксида (**1**), полученного при действии сульфурилхлорида на 2-меркапто-1-пиридин-1-оксид по известной методике хлорирования тиолов [6]. Нами найдено, что при взаимодействии сульфенилхлорида **1** с *транс*-стильбеном **2** в метиленхлориде и нитрометане в присутствии перхлората лития образуются продукты циклизации за счет замыкания цикла атомом кислорода N-оксидной группы – хлорид (**3a**) и перхлорат (**3b**) *транс*-2,3-дифенил-2,3-дигидропиридо[1,2-*b*][1,4,2]оксатиазиния с выходами 92 и 95% соответственно.



Методом спектроскопии ЯМР ^1H показано, что в реакции сульфенилхлорида **1** с алкеном **2** в метиленхлориде сначала образуется продукт 1,2-присоединения, который затем превращается в гетероцикл **3a**, тогда как в системе нитрометан–перхлорат лития зафиксировать аналогичный промежуточный продукт не удается: формирование конденсированной гетероциклической системы **3b** происходит быстро, возможно, в результате циклоприсоединения сульфенилирующего реагента по двойной связи.

Соединение 3a. К раствору 1.61 г (10 ммоль) сульфенилхлорида **1** в 20 мл метиленхлорида при 20 °С добавляют раствор 1.80 г (10 ммоль) алкена **2** в 15 мл метиленхлорида. Через 168 ч отфильтровывают 1.95 г (57%) образовавшегося осадка соли **3a**, фильтрат упаривают в вакууме. После перекристаллизации остатка из хлороформа получают еще 1.20 г (35%) соединения **3a**. Т. пл. 183–185 °С. ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 3132–2928, 1604, 1560, 1468, 1278, 1140, 918, 848, 784, 700. Спектр ЯМР ^1H (500 МГц, ДМСO- d_6), δ , м. д. (J , Гц): 9.23 (1H, д, $^3J = 6.7$, Het); 8.32 (2H, м, Het); 7.81 (1H, д, $^3J = 6.7$, $J = 3.0$, Het); 7.61–7.24 (10H, м, 2Ph); 6.29 (1H, д, $^3J = 10.4$, CHO); 6.02 (1H, д, CHS). Найдено, %: С 66.34; Н 4.61; N 4.03; S 9.25. $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNOS}$. Вычислено, %: С 66.76; Н 4.72; N 4.10; S 9.38. Масс-спектр, m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 305 [$\text{M}^+ - \text{HCl}$] (9); 200 (100); 167 (23); 105 (32); 77 (23); 51 (17); 38 (6); 36 (18).

Соединение 3b. К раствору 1.61 г (10 ммоль) сульфенилхлорида **1** в 20 мл нитрометана при 20 °С при перемешивании добавляют раствор 1.06 г (10 ммоль) перхлората лития в 30 мл нитрометана и раствор 1.80 г (10 ммоль) алкена **2** в 15 мл нитрометана. Через 1 ч отфильтровывают образовавшийся осадок LiCl, фильтрат упаривают в вакууме. После перекристаллизации остатка из смеси хлороформ–ацетонитрил, 3:1, получают 3.86 г (95%) соединения **3b**. Т. пл. 245–247 °С (разл.). ИК спектр (KBr), ν , cm^{-1} : 3044, 1600, 1560, 1470, 1276, 1144, 848, 768, 696, 622, 1082 (ClO_4). Найдено, %: С 55.99; Н 3.89; N 3.37; S 7.71. $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_5\text{S}$. Вычислено, %: С 56.23; Н 3.97; N 3.45; S 7.90.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. В. Борисов, В. К. Бельский, Г. Н. Борисова, В. К. Османов, Ж. В. Мацулевич, Т. В. Гончарова, *ХГС*, 763 (2001).
2. А. В. Борисов, Т. В. Гончарова, Г. Н. Борисова, В. К. Османов, Ж. В. Мацулевич, *ХГС*, 407 (2001).
3. А. В. Борисов, Т. В. Гончарова, Ж. В. Мацулевич, Г. Н. Борисова, В. К. Османов, *ХГС*, 847 (2001).
4. А. В. Борисов, Ю. А. Никонова, Г. Н. Борисова, В. К. Османов, Ж. В. Мацулевич, Г. В. Затонский, *ХГС*, 855 (2002).
5. А. В. Борисов, Т. В. Гончарова, В. К. Османов, Г. Н. Борисова, Ж. В. Мацулевич, Н. Г. Фролова, Е. Д. Савин, *ХГС*, 1304 (2002).
6. E. Kühle, *The chemistry of the sulfenic acids*, Thieme Verlag, Stuttgart, 1973, 163.

**А. В. Борисов, В. К. Османов, И. Г. Соколов,
Ж. В. Мацулевич, Г. Н. Борисова**

Нижегородский государственный
технический университет,
Нижний Новгород 603606, Россия
e-mail: carbon@sandy.ru

Поступило в редакцию 05.03.2003
После доработки 28.05.2003

ХГС – 2003 – № 9. – С. 1433