

С. М. Бучака, М. А. Кузнецов, Й. Г. Шантль^аПРЕВРАЩЕНИЕ БИЦИКЛИЧЕСКИХ С-АЗОАЗИРИДИНОВ
В 2-ЗАМЕЩЕННЫЕ 2Н-1,2,3-ТРИАЗОЛЫ

В подкисленном растворе хлороформа бициклические С-азо-N-(N-гетарил)азиридины превращаются в бициклические 2Н-1,2,3-триазолы. Эта трансформация может идти на поверхности силикагеля, а также при хранении этих соединений при комнатной температуре.

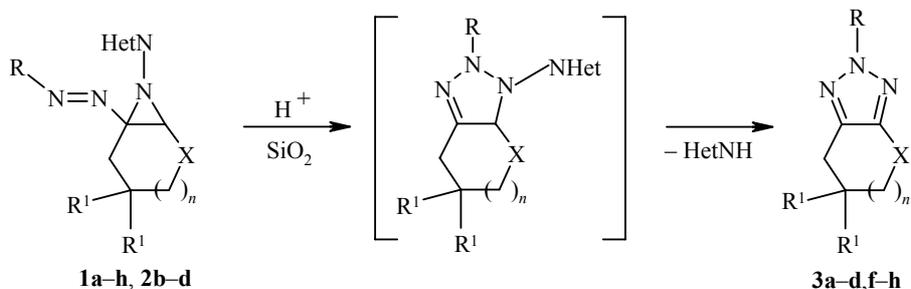
Ключевые слова: С-азоазиридины, 2Н-1,2,3-триазолы.

Окислительное присоединение N-аминофталимида и 3-амино-2-метилхиназолин-4(3Н)-она к ряду 1-азоциклогексенов, 1-азоциклопентенов и 3-азоциклогексен-2-онов приводит к образованию двух типов соединений – С-азоазиридинов **1**, **2** и бициклических 2Н-1,2,3-триазолов **3** [1–4]. Поскольку ни при окислительном присоединении N-аминогетероциклов к олефинам, ни к азосоединениям триазолов ранее не получали, можно было бы полагать, что их образование связано с особенностями сопряженной азоалкеновой системы. Однако мы обратили внимание на то, что некоторые азоазиридины **1**, **2** в растворах и даже в кристаллическом состоянии при комнатной температуре постепенно разлагаются, давая бициклические триазолы **3** [4].

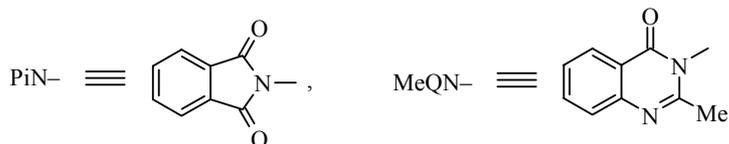
Особенно неустойчивы оказались азоазиридины с 4-нитрофенильным заместителем **1с**, **2с** и **1g**, которые гладко и практически количественно превращались в растворе $CDCl_3$ в смесь бициклического триазола **3с** или **3g** и фталимида или 2-метилхиназолин-4(3Н)-она. Стабильность этих соединений растет в ряду **1g, с**, **2с**: по данным спектроскопии ЯМР фталимидоазиридин **1g** полностью разлагался уже в процессе регистрации углеродного спектра; первые признаки разложения фталимидоазиридина **1с** появлялись через 10 мин после приготовления раствора, а нацело он разлагался только через 12 ч; появление продуктов разложения азиридина **2с** было зарегистрировано лишь через несколько часов после его растворения.

Превращение азоазиридинов **1**, **2** в бициклические триазолы **3** возможно и на поверхности силикагеля. Так, в спектре ЯМР 1H необработанной смеси продуктов реакции 3-амино-2-метилхиназолин-4(3Н)-она с 1-нитро-4-(циклопентен-1-илазо)бензолом мы видели характерный триплет азиридинового протона при 3.93 м. д., однако после ее разделения на колонке с силикагелем нам удалось получить только соответствующий бициклический 2-(4-нитрофенил)-2Н-1,2,3-триазол (87%) и 2-метилхиназолин-4(3Н)-он (82%) [4]. Наконец, отметим, что в реакции 1-изопропилазоциклопентена с N-аминофталимидом и 1-фенилазоциклогексена

с 3-амино-2-метилхиназолин-4(3H)-оном наряду с основными продуктами, азоазиридинами **1a** и **2b**, выделено небольшое количество бициклических триазолов **3a** и **3b**, а единственным продуктом реакции обоих гетероциклов с 4-(циклогексен-1-илазо)анизолом оказался 2-(4-метоксифенил)-4,5,6,7-тетрагидро-2H-бензо-1,2,3-триазол, тогда как с остальными производными азоциклогексена были получены азоазиридины **1**, **2** [4].



1a-h HetN = PiN; **2b-d** HetN = MeQN;



1-3 a $n = 0$, **b-h** $n = 1$; **a** R = *i*-Pr, R¹ = H, X = CH₂; **b** R = Ph, R¹ = H, X = CH₂;

c R = *p*-O₂NC₆H₄, R¹ = H, X = CH₂; **d** R = *i*-Pr, R¹ = H, X = CH₂;

e R = OAc; R¹ = H, X = CH₂; **f** R = Ph, R¹ = H, X = C=O;

g R = *p*-O₂NC₆H₄, R¹ = H, X = C=O; **h** R = Ph, R¹ = Me, X = C=O

Перечисленные факты наводят на мысль о том, что первичными продуктами окислительного присоединения N-аминофталимида и 3-амино-2-метилхиназолин-4(3H)-она к сопряженным азоциклоалкенам во всех случаях являются C-азоазиридины **1**, **2**, которые далее, быстрее или медленнее, могут превращаться в соответствующие 2H-1,2,3-триазолы **3**. Для проверки общности этого предположения мы изучили разложение полученных ранее [1–4] бициклических C-азоазиридинов **1**, **2** в различных условиях. Поскольку предсказать заранее, что будет ускорять распад азоазиридинов, было сложно, вначале мы проверили влияние протонной кислоты и провели разложение всех C-азоазиридинов **1**, **2** при комнатной температуре (18–23 °C) в растворе хлороформа, содержащего 1% по объему CF₃COOH. Степень конверсии азоазиридинов контролировали методами ТСХ и спектроскопии ЯМР.

Как и в чистом дейтерированном хлороформе, быстрее всего в присутствии CF₃COOH проходило разложение аддуктов **1c**, **2c** и **1g** с 4-нитрофенильным заместителем у азогруппы, однако препаративные выходы

бициклических триазолов **3c,g** оказались заметно ниже. Фенилазоазиридины **1b,f,h** и **2b** гладко и с хорошими выходами превращались в бициклические триазолы **3b,f,h**, что показывает их меньшую чувствительность к изменению условий реакции. Но аддукты **1a,d,e** и **2d** с алкильным заместителем у азогруппы в этих условиях в сколь-нибудь заметной степени не разлагались. Повышение температуры реакционной смеси до 50 °С привело к разложению изопропилазоазиридинов **1d**, **2d**: трансформация производного хиназолина **2d** в триазол **3d** прошла с очень хорошим выходом (90%), а его фталимидного аналога **1d** – с довольно низким (30%). Однако образования триазолов из алкилазоазиридинов **1a,e** мы не наблюдали и в этом случае.

Поскольку при хроматографической очистке азоазиридина **1a** все же было выделено небольшое количество триазола **3a**, мы предположили, что действие силикагеля, который является кислотой Льюиса, окажется более эффективным, и потому провели разложение азоазиридинов **1a,d,e** на его поверхности. Для соединения **1d** это позволило втрое повысить выход триазола **3d**, в случае 6-азабициклогексана **1a** нам уже удалось зафиксировать небольшое количество триазола **3a**, но стерически перегруженный азоазиридин **1e** не разлагался и в этих условиях.

Мы полагаем, что превращение азоазиридинов **1**, **2** в 1,2,3-триазолы **3** проходит через стадию их перегруппировки в 1,2,3-триазолины с последующей ароматизацией за счет потери молекулы фталимида или 2-метилхиназолин-4(3H)-она. Трансформация азоазиридинов в 1,2,3-триазолины подобна винилциклопропан-циклопентеновой перегруппировке, хорошо известной и для производных азиридина [5–7]. Она может проходить как по согласованному механизму, включающему [1,3]-сигматропный сдвиг, так и через образование бирадикала. Однако для этого процесса характерны более жесткие условия, чем те, в которых мы наблюдали превращение азоазиридинов в триазолы [5]. Поэтому мы не исключаем, что перегруппировка в триазолин проходит как 6e-электроциклическая реакция с участием неподеленной пары азиридинового атома азота, π-электронов азогруппы и σ-связи C–N азиридинового цикла (отметим, что перегруппировка 1-амино-2-винилазиридинов в 1-амино-3-пирролины также протекает при комнатной температуре [7]). Присутствие протонной кислоты или кислоты Льюиса явно сказывается на ходе реакции, однако сказать что-либо конкретное о механизме их влияния мы пока не можем. Неспособность азоазиридина **1e** трансформироваться в бициклический 1,2,3-триазол, по-видимому, объясняется тем, что несущий объемистый третичный заместитель атом азота азогруппы должен испытывать большие стерические затруднения при сближении с азиридиновым атомом азота.

Таким образом, проведенные эксперименты подтверждают, что полученные в результате окислительного присоединения N-аминофталимида и 3-амино-2-метилхиназолин-4(3H)-она к сопряженным азоциклоалкенам C-азоазиридина **1**, **2** действительно способны превращаться в бициклические 1,2,3-триазолы **3**, аналогичные выделенным в реакциях с некоторыми азоциклопентенами и 1-(4-метоксифенил)азоциклогексеном. Это дает

основания полагать, что окислительное присоединение N-аминогетероциклических соединений к всему изученному нами [1–4] ряду сопряженных азоциклоалкенов первоначально проходит по двойной углерод-углеродной связи, давая азоазиридины, а образование бициклических 1,2,3-триазолов является результатом их вторичных превращений в реакционной смеси, а также в процессе выделения и очистки.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C записаны на приборах Gemini 2000 фирмы Varian (200 и 50 МГц соответственно) и Bruker DPX-300 (300 и 75 МГц соответственно) в CDCl_3 , внутренний стандарт сигналы остаточных протонов (δ 7.25 м. д.) и атома углерода (δ 77.0 м. д.) растворителя. Для отнесения сигналов атомов углерода использовали спектры DEPT. Масс-спектры получены на масс-спектрометрах MAT 95 фирмы Finnigan и MX-1303. Использовали ионизацию методом ЭУ (энергия ионизирующих электронов 70 эВ) и метод FAB (Cs источник, 20 кВ, 0.2 мкА) в матрице 3-нитробензилового спирта. Элементные анализы выполнены на автоматическом C,H,N-анализаторе HP-185B фирмы Hewlett–Packard. Температуры плавления измерены на нагревательном столике типа Voetius с визуальным устройством РНМК 05 фирмы VEB Analytik с точностью 0.2 °С. Состав реакционных смесей и полученных при их разделении фракций, а также чистоту выделенных препаратов контролировали методом ТСХ на пластинках Polygram sil G/UV₂₅₄ и Alugram sil G/UV₂₅₄ фирмы Macherey–Nagel.

Разложение азоазиридинов 1, 2 (общая методика). К перегнанному, промытому конц. H_2SO_4 и высушенному CaCl_2 хлороформу добавляют 1% объема CF_3COOH . В 10 мл этой смеси растворяют 1 ммоль азоазиридина **1, 2** и несколько суток выдерживают при комнатной температуре. Степень конверсии контролируют методами ТСХ и спектроскопии ЯМР ^1H . По окончании реакции растворитель отгоняют в вакууме. Остаток разделяют методом колоночной хроматографии на силикагеле 40–63 мкм с использованием элюентов различной полярности.

Разложение 1-фенилазо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептана (1b). Из 211 мг (0.61 ммоль) азиридина **1b** получают 64 мг фталимида (71%) и 97 мг (80%) 2-фенил-4,5,6,7-тетрагидро-2H-бензо-1,2,3-триазола (**3b**), белые иглы, т. пл. 94.7–95.2 °С (95 °С [8]; 92–94 °С [9]), R_f 0.67 (эфир). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.91 (4H, м, H-5,6); 2.82 (4H, м, H-4,7); 7.28 (1H, т, $J = 7.5$, C_6H_5 , H-4); 7.46 (2H, т, $J = 7.5$, C_6H_5 , H-3,5); 7.99 (2H, д, $J = 9$, C_6H_5 , H-2,6). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.9 ($\text{C}_{(5,6)}$); 23.1 ($\text{C}_{(4,7)}$); 118.2 (C_6H_5 , $\text{C}_{(2,6)}$); 126.5 (C_6H_5 , $\text{C}_{(4)}$); 129.1 (C_6H_5 , $\text{C}_{(3,5)}$); 140.1 (C_6H_5 , $\text{C}_{(1)}$); 145.6 ($\text{C}_{(3a,7a)}$). Масс-спектр, m/z (I , %): 200 (15), 199 [$\text{M}]^+$ (81), 171 (6), 167 (1), 132 (4), 92 (10), 91 (100), 77 (15), 65 (5), 64 (20), 63 (6), 51 (8), 41 (7), 39 (7), 27 (4). Найдено, %: C 72.36; H 6.53; N 20.76. $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3$. Вычислено, %: C 72.36; H 6.58; N 21.11.

Разложение 1-(4-нитрофенил)азо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептана (1c). Из 27 мг (0.07 ммоль) азиридина **1c** получают 4 мг фталимида (39%) и 8.5 мг (51%) 2-(4-нитрофенил)-4,5,6,7-тетрагидро-2H-бензо-1,2,3-триазола (**3c**), желтые опилки, т. пл. 219 °С (208–210 °С [9]; 204–206 °С [10]), R_f 0.37 (гексан–эфир, 5:1). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.90 (4H, м, H-5,6); 2.82 (4H, м, H-4,7); 8.13 (2H, д, $J = 9.2$, Ar, H-2,6); 8.30 (2H, д, $J = 9.4$, Ar, H-3,5). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.9 ($\text{C}_{(5,6)}$); 22.8 ($\text{C}_{(4,7)}$); 118.1 (Ar, $\text{C}_{(2,6)}$); 125.2 (Ar, $\text{C}_{(3,5)}$); 144.0 и 145.5 (Ar, $\text{C}_{(1,4)}$); 147.8 ($\text{C}_{(3a,7a)}$). Масс-спектр, m/z (I , %): 245 (15), 244 [$\text{M}]^+$ (100), 243 (2), 228 (2), 216 (9), 214 (7), 198 (7), 170 (2), 157 (1), 149 (3), 136 (16), 122 (5), 115 (4), 106 (9), 90 (36), 80 (16), 76 (10), 63 (30), 55 (8), 50 (8), 41 (10), 39 (24), 30 (32), 27 (6).

Разложение 1-изопропилазо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептана (1d). Из 339 мг (1.09 ммоль) азиридина **1d** получают 119 мг (75%) фталимида и 56 мг (31%) 2-изопропил-4,5,6,7-тетрагидро-2H-бензо-1,2,3-триазола (**3d**), зеленовато-желтая вязкая жидкость, R_f 0.43 (эфир). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.49 (6H, д, $J = 6.6$, 2CH_3); 1.78 (4H, м, H-5,6); 2.64 (4H, м, H-4,7); 4.67 (1H, с, $J = 6.7$, CH). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 21.7 ($\text{C}_{(5,6)}$); 22.4 (2CH_3); 23.1 ($\text{C}_{(4,7)}$); 56.4 (CH); 142.9 ($\text{C}_{(3a,7a)}$). Масс-спектр, m/z (I , %): 165 [$\text{M}]^+$ (25),

164 (23), 151 (12), 150 (100), 123 (1), 122 (10), 110 (3), 109 (15), 104 (5), 95 (8), 94 (9), 82 (4), 76 (5), 67 (23), 56 (5), 55 (10), 54 (12), 53 (10), 52 (8), 50 (3), 43 (25), 42 (50), 41 (43), 40 (10), 39 (23).

Разложение 1-(1-ацетоксициклогексил)азо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептана (1e). Анализ проб реакционной смеси методом спектроскопии ЯМР ^1H через 2 и 5 сут показал, что разложения азиридина **1e** (98 мг, 0.24 ммоль) не происходит. Повышение температуры реакционной смеси до 50 °С (отбор проб через 2, 5, 24, 48 ч) также не вызывает разложения азиридина. В раствор добавляют 5 мл силикагеля, растворитель упаривают в вакууме. Силикагель с нанесенным на него азоазиридином оставляют на 7 сут при комнатной температуре, а затем несколько раз экстрагируют эфиром. По данным ТСХ, экстракт содержит только азоазиридин **1e**. Эфир упаривают в вакууме, азоазиридин (92 мг) растворяют в подкисленном хлороформе и нагревают при 50 °С, контролируя степень конверсии методом ТСХ. Через 4 сут интенсивность пятна азоазиридина уменьшается, однако появляются признаки осмоления реакционной смеси, заметно усилившиеся еще через 1 сут. Растворитель отгоняют в вакууме, маслообразный остаток делят на 10 г силикагеля, используя в качестве элюента смесь гексан–эфир, 5:1. Выделяют 47 мг азоазиридина **1e** и 7 мг фталимида; смолообразный остаток сдвигается со старта неоформившимся пятном. Образование бициклического 1,2,3-триазола зафиксировано не было.

Разложение 6-фенилазо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептан-2-она (1f). Из 174 мг (0.48 ммоль) азиридина **1f** получают 50 мг (71%) фталимида и 76 мг (74%) 2-фенил-2,5,6,7-тетрагидро-4Н-бензо-1,2,3-триазол-4-она (**3f**), белые иглы, т. пл. 107–108 °С, R_f 0.50 (хлористый метилен). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.25 (2H, кв, $J = 6.4$, H-6); 2.71 (2H, т, $J = 6.2$, H-7); 3.04 (2H, т, $J = 6.2$, H-5); 7.40 (1H, т, $J = 7.3$, C_6H_5 , H-4); 7.49 (2H, т, $J = 7.7$, C_6H_5 , H-3,5); 8.14 (2H, д, $J = 8.1$, C_6H_5 , H-2,6). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 22.4 ($\text{C}_{(6)}$); 23.8 ($\text{C}_{(7)}$); 40.3 ($\text{C}_{(5)}$); 120.4 (C_6H_5 , $\text{C}_{(2,6)}$); 129.4 (C_6H_5 , $\text{C}_{(4)}$); 130.0 (C_6H_5 , $\text{C}_{(3,5)}$); 140.0 (C_6H_5 , $\text{C}_{(1)}$); 143.3 ($\text{C}_{(7a)}$); 155.6 ($\text{C}_{(3a)}$); 192.7 ($\text{C}_{(4)}$). Масс-спектр, m/z (I , %): 214 (8), 213 [M] $^+$ (48), 186 (2), 185 (12), 184 (2), 156 (0.5), 128 (2), 118 (5), 105 (16), 91 (33), 77 (100), 76 (8), 65 (6), 64 (14), 63 (6), 55 (7), 51 (25), 41 (11), 39 (11).

Разложение 6-(4-нитрофенил)азо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептан-2-она (1g). Из 141 мг (0.35 ммоль) азиридина **1g** получают 20 мг (39%) фталимида и 38 мг (42%) 2-(4-нитрофенил)-2,5,6,7-тетрагидро-4Н-бензо-1,2,3-триазол-4-она (**3g**), оранжевые пластинки, т. пл. 209 °С, R_f 0.40 (хлористый метилен). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 2.29 (2H, кв, $J = 6.3$, H-6); 2.76 (2H, т, $J = 6.7$, H-7); 3.09 (2H, т, $J = 5.9$, H-5); 8.36 (4H, м, C_6H_4). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 22.4 ($\text{C}_{(6)}$); 23.7 ($\text{C}_{(7)}$); 40.5 ($\text{C}_{(5)}$); 120.8 (Ar, $\text{C}_{(2,6)}$); 125.9 (Ar, $\text{C}_{(3,5)}$); 143.9 и 144.5 (Ar, $\text{C}_{(1,4)}$); 148.0 ($\text{C}_{(7a)}$); 156.5 ($\text{C}_{(3a)}$); 192.4 ($\text{C}_{(4)}$). Масс-спектр, m/z (I , %): 259 (16), 258 [M] $^+$ (100), 243 (2), 230 (20), 212 (2), 183 (2), 150 (14), 136 (3), 123 (5), 122 (65), 106 (3), 96 (5), 93 (6), 92 (12), 90 (7), 76 (18), 75 (17), 68 (6), 64 (8), 63 (12), 55 (21), 50 (10), 41 (12), 39 (12), 30 (8).

Разложение 4,4-диметил-6-фенилазо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептан-2-она (1h). Из 276 мг (0.71 ммоль) азиридина **1h** получают 66 мг фталимида (64%) и 107 мг (63%) 6,6-диметил-2-фенил-2,5,6,7-тетрагидро-4Н-бензо-1,2,3-триазол-4-она (**3h**), белые пластинки, т. пл. 113.5 °С (116–118 °С [11]). Спектр ЯМР ^1H , δ , м. д. (J , Гц): 1.16 (6H, с, 2 CH_3); 2.57 (2H, м, H-7); 2.90 (2H, м, H-5); 7.39 (1H, т, $J = 7.2$, C_6H_5 , H-4); 7.49 (2H, т, $J = 7.7$, C_6H_5 , H-3,5); 8.14 (2H, д, $J = 8.2$, C_6H_5 , H-2,6). Спектр ЯМР ^{13}C , δ , м. д.: 29.1 (2 CH_3); 36.2 ($\text{C}_{(6,7)}$); 54.2 ($\text{C}_{(5)}$); 120.3 (C_6H_5 , $\text{C}_{(2,6)}$); 129.4 (C_6H_5 , $\text{C}_{(4)}$); 130.0 (C_6H_5 , $\text{C}_{(3,5)}$); 140.1 (C_6H_5 , $\text{C}_{(1)}$); 142.6 ($\text{C}_{(7a)}$); 154.6 ($\text{C}_{(3a)}$); 192.2 ($\text{C}_{(4)}$). Найдено, %: C 69.72; H 6.13; N 17.61. $\text{C}_{14}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}$. Вычислено, %: C 69.69; H 6.26; N 17.41.

Разложение 2-метил-3-(1-фенилазо-7-азабицикло[4.1.0]гепт-7-ил)хиназолин-4(3H)-она (2b). Из 177 мг (0.49 ммоль) азиридина **2b** получают 57 мг хиназолинона (72%) и 83 мг (85%) 2-фенил-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-бензо-1,2,3-триазола (**3b**), т. пл. 93.5 °С.

Разложение 2-метил-3-(1-(4-нитрофенил)азо-7-азабицикло[4.1.0]гепт-7-ил)хиназолин-4(3H)-она (2c). Из 78 мг (0.19 ммоль) азиридина **2c** получают 18 мг хиназолинона (58%) и 22 мг (47%) 2-(4-нитрофенил)-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-бензо-1,2,3-триазола (**3c**).

Разложение 3-(1-изопропилазо-7-азабицикло[4.1.0]гепт-7-ил)-2-метилхиназолин-4(3H)-она (2d). Из 363 мг (1.12 ммоль) азиридина **2d** получают 103 мг (58%) хиназолинона и 168 мг (91%) 2-изопропил-4,5,6,7-тетрагидро-2Н-бензо-1,2,3-триазола (**3d**).

Разложение 1-изопропилазо-6-фталимидо-6-азабицикло[3.1.0]гексана (1a) на силикагеле. Раствор 78 мг (0.26 ммоль) азиридина **1a** в эфире смешивают с 1 г силикагеля, растворитель упаривают в вакууме. Силикагель с нанесенным на него азиридином

оставляют на 1 сут при комнатной температуре. Смесь продуктов реакции несколько раз экстрагируют эфиром, растворитель отгоняют в вакууме, маслообразный остаток делят на колонке с 5 г силикагеля, используя в качестве элюента смесь петролейный эфир–эфир, 7:1, постепенно увеличивая долю последнего до 5:1. Выделяют 7 мг (18%) 2-изопропил-2,4,5,6-тетрагидроциклопента-1,2,3-триазола (**3a**), жидкость. Спектр ЯМР ¹H, δ, м. д. (*J*, Гц): 1.53 (6H, д, *J* = 6.7, 2CH₃); 2.48 (2H, кв, *J* = 7.1, H-5); 2.73 (4H, т, *J* = 7.3, H-4,6); 4.72 (1H, септ, *J* = 6.7, CH).

Разложение 1-изопропилазо-7-фталимидо-7-азабицикло[4.1.0]гептана (1d**) на силикагеле (1 ммоль).** Раствор 312 мг (1 ммоль) азиридина **1d** в эфире смешивают с 2 г силикагеля, растворитель упаривают в вакууме. Реакционную смесь выдерживают 4 сут при комнатной температуре. Смесь продуктов реакции несколько раз экстрагируют эфиром, растворитель отгоняют в вакууме, маслообразный остаток растворяют в минимальном количестве эфира, образовавшийся осадок отфильтровывают (фталимид, 79 мг). Остаток делят на колонке с 10 г силикагеля, используя в качестве элюента смесь гексан–эфир, 5:1. Получают 20 мг (общий выход 99 мг (67%)) фталимида и 153 мг (93%) соединения **3d**.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. М. А. Кузнецов, Л. М. Кузнецова, Й. Г. Шантль, *ЖОрХ*, **36**, 836 (2000).
2. M. A. Kuznetsov, L. M. Kuznetsova, J. G. Schantl, K. Wurst, *Eur. J. Org. Chem.*, 1309 (2001).
3. М. А. Кузнецов, В. Н. Белов, С. М. Бучака, *ЖОрХ*, **41**, 214 (2005).
4. С. М. Бучака, М. А. Кузнецов, Й. Г. Шантль, *XTC*, 1043 (2004).
5. T. Laue, A. Plagens, *Namen- und Schlagwort-Reaktionen der Organischen Chemie*, B. G. Teubner, Stuttgart, 1995, S. 309.
6. J. March, *Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanisms, and Structure*, Wiley, New York, 4th Ed., 1992, p. 1128.
7. В. Н. Белов, А. Н. Бландов, М. А. Кузнецов, *ЖОХ*, **66**, 658 (1996).
8. K. Fries, W. Franke, W. Bruns, *Justus Liebigs Ann. Chem.*, **511**, 241 (1934).
9. R. N. Butler, L. M. Wallace, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, **24**, 4335 (2000).
10. R. N. Butler, A. M. Evans, E. M. Mac Neela, G. A. O'Hallovan, P. D. O'Shea, *J. Chem. Soc., Perkin Trans. 1*, **9**, 2527 (1990).
11. S. Lefkopolou, J. Stephanidou-Stephanatou, C. Tsoleridis, N. E. Alexandrou, *Helv. Chim. Acta*, **68**, 1748 (1985).

Санкт-Петербургский государственный
университет,
Санкт-Петербург 198504, Россия
e-mail: mak@org.chem.lgu.spb.su

Поступило в редакцию 16.08.2004

^aInstitut für Organische Chemie,
Universität Innsbruck,
Innsbruck A-6020, Austria
e-mail: Joachim.Schantl@uibk.ac.at