

1-二茂铁磺酰基-2-长链烷基苯并咪唑的 合成、表征及晶体结构

张俊珍 杨秉勤* 杨亚婷 张秉林

(西北大学化学系,陕西省物理无机化学重点实验室 西安 710069)

摘要 以二茂铁磺酰氯和苯并咪唑衍生物为原料,二氯甲烷或三氯甲烷为溶剂,在四正丁基氯化铵和NaOH的作用下,合成了6种未见文献报道的1-二茂铁磺酰基-2-长链烷基苯并咪唑,收率约为80%。用IR、¹H NMR、元素分析和MS测试技术对其结构进行了表征,并采用X射线衍射方法测定了化合物a₁的晶体结构。化合物a₁(C₂₃H₂₆FeN₂O₂S)属于单斜晶系,空间群C2/c,晶胞参数:a = 2.825 2(2) nm, b = 0.976 96(7) nm, c = 1.648 28(12) nm, α = 90°, β = 92.053(2)°, γ = 90°, V = 4.546 6(6) nm³, Z = 8, F(000) = 2 024, M_r = 481.40, D_c = 1.407 g/cm³, μ = 0.784 mm⁻¹, R₁ = 0.049 5, wR₂ = 0.151 7。结果表明,含有活泼氢的2-烷基苯并咪唑能与二茂铁磺酰氯生成相应的1-二茂铁磺酰基-2-烷基苯并咪唑,并有较好的收率。

关键词 二茂铁磺酰基苯并咪唑,合成,表征,晶体结构

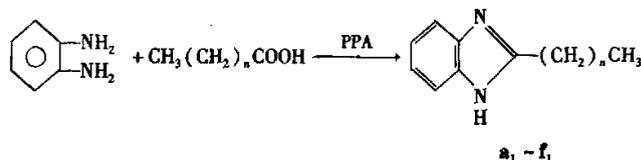
中图分类号:O626. 2

文献标识码:A

文章编号:1000-0518(2007)11-1273-06

近年来,苯并咪唑衍生物,特别是2-烷基苯并咪唑,在高性能复合材料、金属表面处理、生物和医药等领域获得了广泛应用^[1]。2-烷基苯并咪唑在硝酸银亚相上可形成稳定有序的L-B膜^[2],短碳链衍生物可形成规整的层状结构,其单层L-B膜具有均一、平整的形貌,而长碳链取代的苯并咪唑只能形成多层膜,是一种新型金属表面处理剂^[3],可以在铜表面形成致密的保护膜,防止铜表面被腐蚀氧化^[4],并且具有良好的热稳定性^[5-7];因具有较高的机械强度和热变形温度,可用于耐热性的印刷电路配线板及电气绝缘材料。可做环氧树脂固化剂^[8,9],随着2-烷基取代咪唑取代基碳链长度的增加,环氧树脂混合物的凝胶化时间显著增加,适用期延长。作为缓蚀剂^[10,11],在化工、石油、电力、机械、金属加工、交通运输、核能及航天等领域中起着极其重要的作用^[12]。苯并咪唑类化合物具有低毒性^[13],可作为杀虫剂,随着2位取代基碳链增长,杀虫活性增大,但超过6个C时随着碳链的增长活性反而下降^[14]。二茂铁及其衍生物在聚合物、电化学、液晶材料领域^[15,16]及在抗癌、杀菌、杀虫、抗炎及调节植物生长功能^[17]均受到关注,但长期使用会产生抗药性^[18],迫切需要寻找高效、新型的杀菌剂。

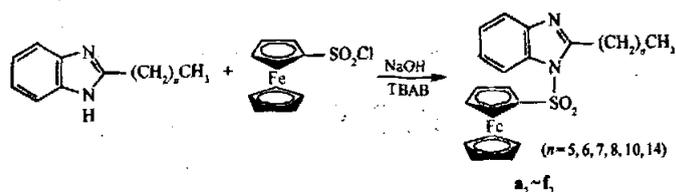
曾报道^[19]了吡啶、吗啉、咪唑、苯并三唑、哌嗪等十多种氮杂环化合物与2位取代甲基、乙基、丙基、丁基的苯并咪唑与二茂铁磺酰氯反应,分别以常规法和微波辐射法制得相应的含氮杂环二茂铁磺酰胺类化合物,发现部分化合物有良好的生物活性。针对2-取代苯并咪唑和二茂铁及其衍生物在应用中存在问题,本文将2位取代苯并咪唑衍生物与二茂铁磺酰氯反应制得系列1-二茂铁磺酰基-2-长链烷基苯并咪唑化合物,并对其结构进行了表征。其合成路线如Scheme 1所示:



2006-12-30 收稿,2007-04-06 修回

国家自然科学基金(20572085)和陕西省自然科学基金(2005B20)资助项目

通讯联系人:杨秉勤,女,教授,博士生导师; E-mail: yangbq@nwu.edu.cn; 研究方向:二茂铁环蕃化合物的合成及模拟酶



Scheme 1 Synthetic route of 1-ferrocenesulfonyl-2-alkylbenzimidazole

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

XT-4 型显微熔点仪(温度未经校正);德国 BRUKER EQUINOX-55 型红外光谱仪, KBr 压片;德国 VARIOELCHNOS III 型元素分析仪;美国 VARIAN INOVA-400 型核磁共振仪, CDCl_3 为溶剂, TMS 为内标;MALDI-TOF 质谱仪;柱分离用粒径 90 ~ 120 μm 的硅胶;反应过程用 TLC 监测。所用溶剂和试剂均为分析纯。

1.2 二茂铁磺酰氯的合成

按文献[20]方法,将 12.4 g (0.067 mol) 二茂铁搅拌悬浮到 100 mL 无水乙醚中,然后在冰浴冷却下,在约 2.5 h 内滴加 4.7 mL (0.073 mol) 氯磺酸。滴毕,室温搅拌 40 h,得深蓝色反应液,再在冰浴中约 2 h 内滴加 13.5 mL (0.15 mol) 三氯化磷,凉毕,室温搅拌 24 h。减压蒸除溶剂,残余物用石油醚(60 ~ 90 $^{\circ}\text{C}$)提取,将提取液室温放置析出橙红色的针状晶体,再用石油醚(30 ~ 60 $^{\circ}\text{C}$)重结晶,得橙红色针状晶体二茂铁磺酰氯 10.9 g,产率 56%, mp 99 ~ 101 $^{\circ}\text{C}$ 。

1.3 取代苯并咪唑的合成

在 100 mL 三颈瓶中加入 5.4 g (0.05 mol) 邻苯二胺, 6.5 g (0.05 mol) 庚酸和 10 mL 多聚磷酸(PPA), 搅拌下缓慢加热到 170 $^{\circ}\text{C}$, 恒温搅拌 1 h, 升温至 220 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 1.5 h, 停止加热, 降温至 80 $^{\circ}\text{C}$ 倒入热乙醇中。滴加质量分数为 10% 的 NaOH 溶液, 调溶液 pH 值为 8 ~ 9。降至室温, 析出晶体, 抽滤, 用乙醇-水溶液重结晶, 活性炭脱色, 得无色片状结晶 a_1 。按类似方法合成了 b_1 、 c_1 、 d_1 、 e_1 和 f_1 。熔点与文献值^[21]一致。

1.4 1-二茂铁磺酰基-2-长链烷基苯并咪唑的合成

在 50 mL 圆底烧瓶中加入 10 mL 氯仿, 30 mg 四正丁基溴化铵(TBAB)和 0.5 g NaOH, 在冰水浴及搅拌下加入 1.2 g (6 mmol) 2-己基苯并咪唑, 滴加含有 1.4 g (5 mmol) 二茂铁磺酰氯的氯仿溶液 5 mL, 继续搅拌 25 min, 加入氯仿 5 mL, 缓慢升温到 40 $^{\circ}\text{C}$, 搅拌 5 h。蒸除氯仿, 水洗, 用三氯甲烷萃取水相, 合并有机相, 蒸除氯仿, 得黑褐色黏状物, 柱层析纯化(洗脱剂为氯仿), 得橙黄色结晶物 a_2 。按类似方法合成了化合物 b_2 、 c_2 、 d_2 、 e_2 和 f_2 。

2 结果与讨论

2.1 目标化合物的表征

化合物 a_2 (1-二茂铁磺酰基-2-己基苯并咪唑): 产率 80%; 橙黄色晶体; mp 110 ~ 113 $^{\circ}\text{C}$; IR (KBr), σ/cm^{-1} : 2 951, 1 377, 1 134; $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3), δ : 0.90 (t, 3H, CH_3 , $J = 6.8$ Hz), 1.34 (t, 4H, CH_2 , $J = 3.6$ Hz), 1.47 (s, 2H, CH_2), 1.90 (t, 2H, CH_2 , $J = 7.4$ Hz), 3.12 (t, 2H, CH_2 , $J = 7.6$ Hz), 4.42 ~ 4.77 (s, 9H, Fc), 7.30 (t, 2H, C_6H_4 , $J = 4.2$ Hz), 7.63 (t, 1H, C_6H_4 , $J = 4.2$ Hz), 7.93 (t, 1H, C_6H_4 , $J = 4.6$ Hz); MS, m/z : 450 (M^+); 元素分析 $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{FeN}_2\text{O}_2\text{S}$, 实测值(计算值)/%: C 61.39 (61.33), H 5.86 (5.78), N 6.01 (6.22)。

化合物 b_2 (1-二茂铁磺酰基-2-庚基苯并咪唑): 产率 78%; 橙黄色晶体; mp 109 ~ 110 $^{\circ}\text{C}$; IR (KBr), σ/cm^{-1} : 2 950, 1 377, 1 141; $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3), δ : 0.90 (t, 3H, CH_3 , $J = 7.2$ Hz), 1.34 (m, 6H, CH_2 , $J = 5.2$ Hz), 1.46 (s, 2H, CH_2), 1.91 (s, 2H, CH_2), 3.12 (t, 2H, CH_2 , $J = 7.2$ Hz), 4.22 ~ 4.77 (s, 9H, Fc),

7.30(t, 2H, C₆H₄, J = 3.8 Hz), 7.64(d, 1H, C₆H₄, J = 8 Hz), 7.93(t, 1H, C₆H₄, J = 4.6 Hz); MS, m/z: 464 (M⁺); 元素分析 C₂₄H₂₈FeN₂O₂S, 实测值(计算值)/%: C 62.17(62.07), H 6.01(6.03), N 6.11(6.03)。

化合物 c₂(1-二茂铁磺酰基-2-辛基苯并咪唑): 产率 87%; 橙黄色晶体; mp 96 ~ 97 °C; IR (KBr), σ/cm^{-1} : 2955, 1377, 1141; ¹H NMR (CDCl₃), δ : 0.89(s, 3H, CH₃), 1.29(s, 8H, CH₂), 1.46(s, 2H, CH₂), 1.90(s, 2H, CH₂), 3.12(s, 2H, CH₂), 4.42 ~ 4.77(s, 9H, Fc), 7.30(s, 2H, C₆H₄), 7.64(s, 1H, C₆H₄), 7.93(d, 1H, C₆H₄, J = 6.4 Hz); MS, m/z: 478 (M⁺); 元素分析 C₂₅H₃₀FeN₂O₂S, 实测值(计算值)/%: C 62.83(62.76), H 6.42(6.28), N 5.65(5.86)。

化合物 d₂(1-二茂铁磺酰基-2-壬基苯并咪唑): 产率 85%; 橙黄色晶体; mp 95 ~ 97 °C; IR (KBr), σ/cm^{-1} : 2951, 1377, 1137; ¹H NMR (CDCl₃), δ : 0.89(t, 3H, CH₃, J = 6.6 Hz), 1.28(m, 10H, CH₂, J = 10 Hz), 1.46(d, 2H, CH₂, J = 6.8 Hz), 1.90(t, 2H, CH₂, J = 6.6 Hz), 3.12(t, 2H, CH₂, J = 7.6 Hz), 4.40 ~ 4.77(m, 9H, Fc), 7.30(m, 2H, C₆H₄, J = 2.3 Hz), 7.63(m, 1H, C₆H₄, J = 2.8 Hz), 7.93(m, 1H, C₆H₄, J = 2.9 Hz); MS, m/z: 492 (M⁺); 元素分析 C₂₆H₃₂FeN₂O₂S, 实测值(计算值)/%: C 63.52(63.41), H 6.42(6.50), N 5.35(5.69)。

化合物 e₂(1-二茂铁磺酰基-2-十一烷基苯并咪唑): 产率 83%; 橙黄色晶体; mp 79 ~ 81 °C; IR (KBr), σ/cm^{-1} : 2958, 1377, 1140; ¹H NMR (CDCl₃), δ : 0.89(s, 3H, CH₃), 1.27(s, 14H, CH₂), 1.46(s, 2H, CH₂), 1.90(s, 2H, CH₂), 3.12(s, 2H, CH₂), 4.42 ~ 4.77(s, 9H, Fc), 7.30(s, 2H, C₆H₄), 7.65(s, 1H, C₆H₄), 7.93(d, 1H, C₆H₄, J = 6.0 Hz); MS, m/z: 520 (M⁺); 元素分析 C₂₈H₃₆FeN₂O₂S, 实测值(计算值)/%: C 64.36(64.62), H 6.75(6.92), N 5.35(5.39)。

化合物 f₂(1-二茂铁磺酰基-2-十五烷基苯并咪唑): 产率 85%; 橙黄色晶体; mp 76 ~ 78 °C; IR (KBr), σ/cm^{-1} : 2959, 1377, 1140; ¹H NMR (CDCl₃), δ : 0.88(t, 3H, CH₃, J = 6.4 Hz), 1.26(s, 22H, CH₂), 1.46(s, 2H, CH₂), 1.90(s, 2H, CH₂), 3.12(s, 2H, CH₂), 4.36 ~ 4.77(m, 9H, Fc), 7.30(d, 2H, C₆H₄, J = 8.0 Hz), 7.63(s, 1H, C₆H₄), 7.93(d, 1H, C₆H₄, J = 8.0 Hz); MS, m/z: 576 (M⁺); 元素分析 C₃₂H₄₄FeN₂O₂S, 实测值(计算值)/%: C 66.23(66.67), H 7.38(7.64), N 4.93(4.86)。

2.2 熔点分析

随着苯并咪唑 2 位取代基碳链增长, 熔点下降。下降原因可能是随着取代基碳原子数的增加, 咪唑环间氢键缔合变弱^[22]。

2.3 化合物 a₂(C₂₃H₂₆FeN₂O₂S) 的晶体结构

化合物 a₂ 经硅胶柱层析纯化, 乙酸乙酯溶解, 再加乙醇和石油醚, 置于小烧杯中放置 6 week, 得橙黄色单晶。选取尺寸为 0.34 mm × 0.26 mm × 0.18 mm 的单晶, 置于 Bruker Smart APEX II 型 X 射线单晶衍射仪上, 用单色化的 MoK α 射线($\lambda = 0.071\ 073\ \text{nm}$) 为光源, 以 $\omega(2\theta)$ 扫描方式, 在室温 296(2) K, $4.42^\circ \leq 2\theta \leq 50.10^\circ$ 范围内收集了 11 048 个衍射点, 其中 4 022 [$R(\text{int}) = 0.030\ 1$] 个独立点, 所有计算由 SHELXL297 程序包解出, 非氢原子坐标和各向异性温度因子经全矩阵最小二乘法修正, 数据经 LP 因子及经验吸收校正。晶体结构由直接法和 Fourier 合成解出, 最终偏差因子 $R_1 = 0.049\ 5$, $wR_2 = 0.151\ 7$, $\text{GOF} = 1.066$ 。精修参数为 283 个, 最终差值在 Fourier 上的最大残余峰为 $0.336 \times 10^3\ \text{e}/\text{nm}^3$, 最小残余峰为 $-0.570 \times 10^3\ \text{e}/\text{nm}^3$ 。

化合物属于单斜晶系, 空间群 C2/c, 晶胞参数: $a = 2.825\ 2(2)\ \text{nm}$, $b = 0.976\ 96(7)\ \text{nm}$, $c = 1.648\ 28(12)\ \text{nm}$, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 92.053(2)^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, $V = 4.546\ 6(6)\ \text{nm}^3$, $Z = 8$, $F(000) = 2\ 024$,

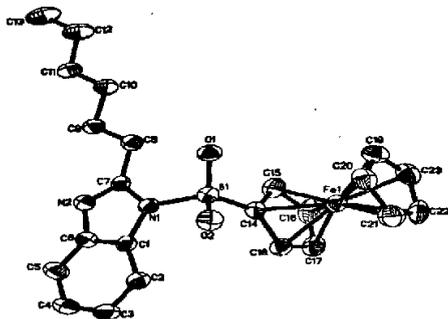


图 1 化合物 a₂ 的分子结构

Fig. 1 Crystal structure of compound a₂

$M_r = 481.40$, $D_c = 1.407 \text{ g/cm}^3$, $\mu = 0.784 \text{ mm}^{-1}$, $R_1 = 0.0495$, $wR_2 = 0.1517$ 。

单晶衍射实验所得其单晶衍射数据及化合物部分键长键角数据分别列于表1和表2。其分子结构

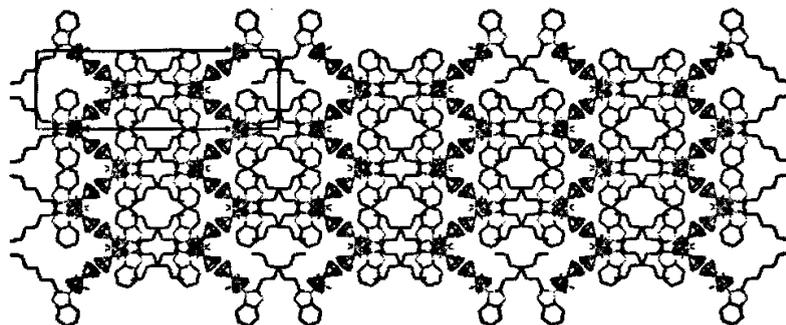


图2 化合物 a_2 的晶胞堆积图

Fig. 2 Molecular packing of the title compound a_2

表1 化合物 a_2 的 X 单晶衍射具体测试条件及相关参数

Table 1 Crystal data and structure refinement for compound a_2

Empirical formula	$C_{23}H_{26}FeN_2O_2S$	Crystal size/mm	$0.34 \times 0.26 \times 0.18$
Formula mass	450.13	Theta range for data collection	2.21 to 25.05°
Temperature/K	$296(2)$ K	Limiting indices	$-30 \leq h \leq 33$, $-11 \leq k \leq 8$, $-18 \leq l \leq 19$
Wavelength/nm	0.071073	Reflections collected/unique	$11048/4022$ [$R(\text{int}) = 0.0301$]
Crystal system	Monoclinic	Completeness to theta ≈ 25.05	99.9%
space group	$C2/c$	Absorption correction	None
Unit cell dimensions	$a = 0.28252(2)$ nm, $\alpha = 90^\circ$ $b = 0.97696(7)$ nm, $\beta = 92.053(2)^\circ$ $c = 1.64828(12)$ nm, $\gamma = 90^\circ$	Max. and min. transmission	0.8705 and 0.7760
Volume/nm ³	$4546.6(6)$	Data/restraints/parameters	$4022/0/283$
Z	8	Goodness-of-fit on F^2	1.066
$D_c/(g \cdot \text{cm}^{-3})$	1.407	Final R indices [$I > 2\sigma(I)$]	$R_1 = 0.0495$, $wR_2 = 0.1517$
Absorption coefficient/mm ⁻¹	0.784	R indices (all data)	$R_1 = 0.0658$, $wR_2 = 0.1687$
$F(000)$	2024	Refinement method	Full-matrix least-squares on F^2
		Extinction coefficient	$0.00008(13)$
		Largest diff. peak/hol(e/nm^3)	0.336 and -0.570

表2 化合物 a_2 的部分键长 (nm) 和键角 ($^\circ$)

Table 2 Selected bond lengths (nm) and angles ($^\circ$) for the compound a_2

Fe(1)—C(14)	0.1997(4)	Fe(1)—C(19)	0.2048(4)
Fe(1)—C(15)	0.2035(4)	Fe(1)—C(20)	0.2036(4)
Fe(1)—C(16)	0.2042(4)	Fe(1)—C(21)	0.2024(5)
Fe(1)—C(17)	0.2055(4)	Fe(1)—C(22)	0.2015(4)
Fe(1)—C(18)	0.2038(4)	Fe(1)—C(23)	0.2030(4)
S(1)—O(1)	0.1418(3)	S(1)—O(2)	0.1424(3)
N(1)—S(1)—C(14)	103.19(16)	C(7)—N(1)—S(1)	128.5(2)
C(1)—N(1)—S(1)	123.8(2)	C(6)—C(1)—N(1)	104.3(3)
C(2)—C(1)—C(6)	122.1(4)	C(2)—C(3)—C(4)	121.3(4)
C(3)—C(2)—C(1)	117.0(4)	C(4)—C(5)—C(6)	117.7(4)
C(5)—C(4)—C(3)	121.6(4)	C(1)—C(6)—N(2)	111.2(3)
C(1)—C(6)—C(5)	120.3(4)	C(18)—C(14)—C(15)	109.0(4)
N(2)—C(7)—N(1)	111.8(3)	C(17)—C(16)—C(15)	110.4(4)
C(16)—C(15)—C(14)	104.8(4)	C(17)—C(18)—C(14)	107.3(4)
C(16)—C(17)—C(18)	108.5(4)	C(19)—C(20)—C(21)	108.7(4)
C(20)—C(19)—C(23)	108.4(4)	C(21)—C(22)—C(23)	107.5(4)
C(20)—C(21)—C(22)	107.9(5)	C(19)—C(23)—C(22)	106.6(4)

及晶胞堆积图如图 1 和图 2 所示(氢原子及其编号未列出)。由表 2 可以看出在二茂铁结构中,2 个茂环是不完全平行的,其偏离平面的平均距离为 0.001 46 nm (C14—C18)和 0.000 91 nm (C19—C23)。 \angle C14—S—N1 的键角为 103.19°, S—N1—C7—N2 和 S—C14—C15—C16 的扭曲角为 169.2° 和 -179.0°,表明二茂铁和苯并咪唑环接近于平行。晶胞结构表明每个分子之间是通过微弱的范德华力相连。

2.4 反应条件对收率的影响

反应需要在加热下进行。有文献^[19]报道,在冰水浴下二茂铁磺酰氯和含氮杂环化合物反应生成氮杂环二茂铁磺酰胺时,搅拌 16~24 h 反应才能结束。实验发现,2 位取代长碳链苯并咪唑与二茂铁磺酰氯在冰水浴下几乎不反应,当温度升到 40~50 °C 时,4~4.5 h 反应即可完成,且有较好收率。与含氮杂环化合物相比,2 位取代长碳链苯并咪唑难于反应。但在适当温度,反应快速进行。

随着 2 位取代基碳链的增长,反应活性降低,在相同时间内,合成化合物 **a**₂ 所需温度为 40 °C,而合成化合物 **f**₁ 所需温度为 45 °C。这可能是由于:(1)随着碳链增长,取代基体积增大,空间效应增大,钝化了活化中心;(2)在反应过程中,其活性中心呈正电性,烷基碳链数增加,供电能力增加,活性中心被钝化。由此可见,随着 2 位取代基碳链的增长,反应温度升高,收率提高。

上述结果表明,含有活泼氢的苯并咪唑衍生物能与二茂铁磺酰氯反应生成相应的 1-二茂铁磺酰基-2-长链烷基苯并咪唑,并有较好的收率。所得 6 种化合物均未见文献报道,其核磁共振及红外光谱吸收特征明显,元素分析及飞行质谱数据与理论计算值基本一致。

参 考 文 献

- 1 Sirtori V, Lombardi L, Redaelli G. *J Electronic of Mater* [J], 1997, (5): 459
- 2 WU Yi-Tian (吴一天), LIU Ming-Hua (刘鸣华). *Chinese J Inorg Chem* (无机化学学报) [J], 2004, 20(5): 449
- 3 Takao O, Shinichi A. JP 09 176 871 [P], 1997
- 4 George M W, Donald A M, Parker J L. IPC PRINTED CIRCUITS EXPO [P], 1994
- 5 SHI Zi-Xing (史子兴), PANG Zheng-Zhi (庞正智). *Chem J Chinese Univ* (高等学校化学学报) [J], 2000, 21(4): 586
- 6 Yoshida S, Ishida H. *Appl Surface Sci* [J], 1995, 89: 39
- 7 Hideeki Y. US 5 275 694 [P], 1994
- 8 LU Yan-Hua (卢艳华), PANG Zheng-Zhi (庞正智), WANG Lei (王磊), SHI Zi-Xing (史子兴). *Thermosetting Resin* (热固性树脂) [J], 2003, 18(6): 1
- 9 PAN Yu-Yi (潘煜怡). *Thermosetting Resin* (热固性树脂) [J], 2001, 16(4): 21
- 10 AO Jian-Ping (敖建平), SUN Guo-Zhong (孙国忠), ZENG Wei-Min (曾为民). *J Nanchang Inst Aeronautical Tech* (南昌航空工业学院学报) [J], 2000, 14(1): 50
- 11 ZHOU Xiao-Xiang (周晓湘), LIU Jian-Ping (刘建平). *Ind Water Treatment* (工业水处理) [J], 2002, 22(1): 16
- 12 ZHENG Jia-Sang (郑家桑), HUANG Kui-Yuan (黄魁元). *Mater Prot* (材料保护) [J], 2000, 33(5): 11
- 13 Stupnisek E L, Loncaric A. *Corrosion* [J], 1998, (9): 713
- 14 Lahou M, Weliou M, Salem M, Hajji M S. *Annales Pharmaceutiques Francaises* [J], 2003, 61(1): 57
- 15 Edwards E I, Epton R, Marr G. *J Organomet Chem* [J], 1976, 107(3): 351
- 16 Robert D, Julio S. *Tetrahedron Lett* [J], 1994, 35(14): 2 169
- 17 Dombrowski K E, Baldwin W, Sheats J E. *J Org-met Chem* [J], 1986, 302: 281
- 18 SI Nai-Guo (司乃国), ZHANG Zong-Jian (张宗俭), LIU Jun-Li (刘君丽), LI Zhi-Nian (李志念), ZHANG Dong-Ming (张冬明), CHEN Liang (陈亮), WANG Li-Zhong (王力钟). *Chinese J Pesticides* (农药) [J], 2004, 43(1): 16
- 19 LI Min (李敏), YANG Bing-Qin (杨秉勤), ZHU Ai-Lin (朱爱林), BAI Yin-Juan (白银娟), LU Jun (路军), SHI Zhen (史真). *J Northwest Univ* (Nat Sci Edi) (西北大学学报) [J], 2004, 34(6): 680
- 20 Slocum D W, Achermann W. *Synth React Inorg Met-Org Chem* [J], 1982, 12(4): 397
- 21 Pool W O, Harwood H J, Ralston A W. *J Am Chem Soc* [J], 1937, 59: 128
- 22 SUO Rong (索荣), WANG Gang (王刚), PANG Zheng-Zhi (庞正智). *J Beijing Univ Chem Tech* (北京化工大学学报) [J], 1999, 26(1): 27

Synthesis, Characterization and Crystal Structure of 1-Ferrocenesulfonyl-2-long Carbon Chain Alkyl Benzimidazole

ZHANG Jun-Zhen, YANG Bing-Qin*, YANG Ya-Ting, ZHANG Bing-Lin

(Department of Chemistry, Northwest University, Xi'an 710069)

Abstract Six new 1-ferrocenesulfonyl-2-benzimidazole derivatives were prepared from the reaction of ferrocenesulfonylchloride with benzimidazole derivatives in the presence of dichloromethane and *n*-tetrabutylammonia chloride. The yields of six new ferrocenesulfonyl benzimidazole derivatives were about 80%. The structures were confirmed by IR, ¹H NMR, elemental analysis and MS. Its crystal structure was determined via X-ray single crystal diffraction. The title compound **a**₂ belongs to the monoclinic system with space group C2/c, and the unit cell parameters are *a* = 2.825 2(2) nm, *b* = 0.976 96(7) nm, *c* = 1.648 28(12) nm, $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 92.053(2)^\circ$, $\gamma = 90^\circ$, *V* = 4.546 6(6) nm³, *Z* = 8, *F*(000) = 2 024, *M_r* = 481.40, *D_c* = 1.407 g/cm³, $\mu = 0.784 \text{ mm}^{-1}$, *R*₁ = 0.049 5, *wR*₂ = 0.151 7. The results show that the reactions of 2-alkylbenzimidazoles with ferrocenesulfonyl chloride give 1-ferrocenesulfonyl-2-alkylbenzimidazoles in good yields.

Keywords ferrocenesulfonyl benzimidazole, synthesis, characteristic, crystal structure

第十届世界生物传感器大会 Biosensors2008 暨纳米生物传感器国际专题研讨会

第十届世界生物传感器大会 Biosensors2008 暨纳米生物传感器国际专题研讨会将于 2008 年 5 月 13 ~ 16 日在上海召开。

摘要截止日期:2007 年 10 月 30 日。

世界生物传感器大会(The World Congress on Biosensors)是规模 and 影响最大,内容最广泛的生物传感器学术会议,每两年举办一次。第十届世界生物传感器大会 Biosensors2008 将是该会议首次在中国举行,由世界著名 Elsevier 科学出版公司以及 Biosensors & Bioelectronics 学术期刊组织和主办,中国生物物理学会,中国化学会,中国科学院生物物理研究所,英国 Cranfield 大学等协助主办。届时还将举办“纳米生物传感器(Nanobiosensors)国际专题研讨会”。预期参加会议的外国代表 600 多名,包括许多著名学者。这是一次极好的交流、学习、展示和建立国际合作的机会,欢迎国内同行积极在线提交论文摘要并参加。详情请访问大会网站并注册:www.biosensors-congress.elsevier.com

Biosensors2008 中国工作委员会