

Краткие сообщения

УДК 547.362+547.422.724.07

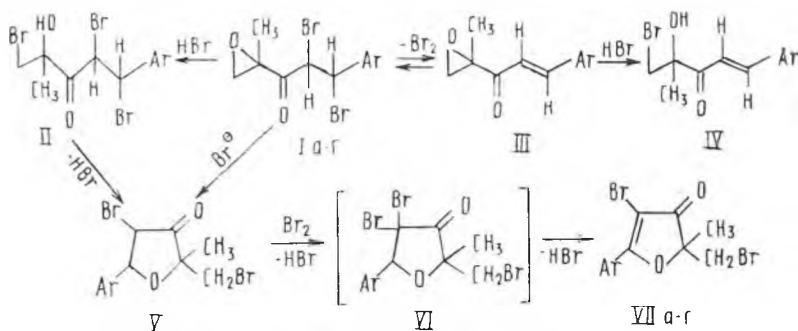
А. М. ЗВОНКО, Ф. С. ПАШКОВСКИЙ, И. Г. ТИЩЕНКО

СИНТЕЗ

5-АРИЛ-4-БРОМ-2-БРОММЕТИЛ-2-МЕТИЛ-(2Н)-ФУРАНОНОВ-3

Взаимодействие 5-арил-4,5-дибром-2-метил-1,2-эпоксипентанов-3 (I а — г) с бромистым натрием в диметилформамиде при 100 °С приводит к образованию с выходом 90—95 % смеси 5-арил-4-бром-2-бромметил-2-метил-(2Н)-фуранонов-3 (VII а — г) и 1-бром-2-гидрокси-2-метилпентен-4-онов-3 (IV) в соотношении 1 : 2. Строение продуктов подтверждено спектрально, данные элементного анализа хорошо коррелируют с теоретическим содержанием С, Н, Вг.

Образование 5-арил-4-бром-2-бромметил-2-метил-(2Н)-фуранонов-3 (VII а — г) протекает, вероятно, через промежуточные 5-арил-4,4-дибром-2-бромметил-2-метилтетрагидрофураноны-3 (VI) по схеме:



I-VII а - Ar = C₆H₅ б - Ar = 4 - C₂H₅OC₆H₄ в - Ar = 4 - CH₃C₆H₄ г - Ar = 4 - BrC₆H₄

Соединения (II — V) зарегистрированы в реакционных смесях с помощью спектроскопии ИК и ПМР, а также методом ТСХ на пластинках Silufol и имели такие же значения R_f, как и ранее синтезированные образцы [1].

Экспериментальная часть

ИК спектры растворов соединений и реакционных смесей в CCl₄ сняты на спектрофотометре Specord 75JR. Спектры ПМР записаны на спектрометре Tesla BS 467A, в растворе CCl₄, внутренний эталон — ТМС.

5-Арил-4-бром-2-бромметил-2-метил-(2Н)-фураноны-3 (VII а — г). К раствору 5 ммоль бромистого натрия в 20 мл диметилформамида прибавляют 5 ммоль дибромиды (I а — г) и смесь нагревают на кипящей водяной бане 60—90 мин. В течение указанного времени реакционная смесь изменяет окраску от желтоватой до темно-коричневой и затем становится желтой. После разбавления водой и обычной обработки получа-

ют продукты в виде масла, которое подвергают хроматографическому разделению на колонке с силикагелем, элюент эфир — гексан 1 : 1. Выделяют 5-арил-4-бром-2-бромметил-2-метил-(2Н)-фураноны-3 (VII а — г) и 1-бром-2-гидрокси-2-метилпентен-4-оны-3 (IV а — г). При использовании избытка бромистого натрия (2,5 моль на 1 моль дибромида) время реакции сокращается до 20—30 мин.

Приведены: Аг; выход продуктов, %; $t_{пл.}$, °С; соотношение соединений IV : VII; найдено, %: С, Н, Br; формула; вычислено, %: С, Н, Br; ИК спектр $см^{-1}$; ПМР спектр, σ м. д. (Н, J Гц). C_6H_5 ; 90; 71—72; 2,0 : 1; 41,31, 2,89, 46,0; $C_{12}H_{10}Br_2O_2$; 41,65, 2,91, 46,18; 1700, 1695, 1590; 1,58 с (3Н), 3,58 с (2Н), 7,58 м, 8,22 м (5Н). 4- $C_2H_5O_6H_4$; 95; 117—118; 1,9 : 1; 42,96, 3,60, 40,7; $C_{14}H_{14}Br_2O_3$; 43,10, 3,62, 40,97; 1705, 1695, 1595; 1,33 т (3Н, J=7,0), 1,50 с (3Н), 3,50 с (2Н), 4,03 к (2Н, J=7,0), 6,92 д, 8,15 д (4Н, J=9,0). 4- $CH_3C_6H_4$; 91; 68—70; 2,0 : 1; 43,21, 3,12, 44,1; $C_{13}H_{12}Br_2O_2$; 43,36, 3,36, 44,38; 1700, 1690, 1595; 1,53 с (3Н), 2,36 с (3Н), 3,46 с (2Н), 7,17 д, 8,00 д (4Н, J=9,0). 4- BrC_6H_4 ; 92; 95—96; 2,1 : 1; 33,72, 2,08, 56,3; $C_{12}H_9Br_3O_2$; 33,98, 2,14, 56,41; 1700, 1695, 1600; 1,56 с (3Н), 3,56 с (2Н), 7,66 д, 8,00 д (4Н, J=9,0).

ЛИТЕРАТУРА

И. Звонок А. М., Кузьменок Н. М., Станишевский Л. С.— ЖОрХ, 1981, т. 17, № 6, с. 1191.