

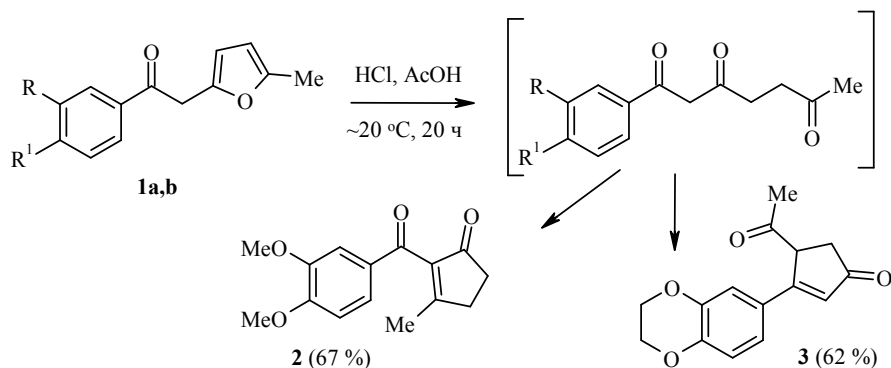
## ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

### СИНТЕЗ НОВЫХ ЦИКЛОПЕНТЕНОВ НА ОСНОВЕ ФЕНАЦИЛФУРАНОВ

**Ключевые слова:** фенацилфураны, фураны, циклопентеноны, рециклизация.

Замещенные циклопентеноны известны как предшественники модифицированных простагландинов [1, 2] и соединения, проявляющие различные виды биологической активности [3]. Несмотря на многочисленность способов получения циклопентенонов, описанные методы синтеза подобных систем, содержащих ацильную группу, не столь разнообразны [4–6]. В качестве исходных соединений нередко выступают 1,4-дикарбонильные соединения (в 1 стадии) или производные фурана (в 2 стадии) [7]. Примеров получения циклопентенонов из фуранов в одну стадию известно крайне мало [6, 8, 9]. Мы предположили, что для этих целей вполне могут быть использованы полученные нами недавно фенацилфураны **1** [10].

Действительно, мы нашли, что выдерживание фенацилфуранов **1a,b** в смеси уксусной и соляной кислот приводит к циклопентенонам **2** и **3**. Реакция протекает при комнатной температуре с хорошим выходом. Согласно спектрам ЯМР  $^1\text{H}$  неочищенной смеси продуктов, в каждом случае образуется смесь изомерных циклопентенонов типа **2** и **3**. Однако преобладание одного из соединений и их различная растворимость позволили нам выделить в чистом виде лишь по одному изомеру. Дальнейшее изучение факторов, влияющих на направление реакции, и модифицирование методики позволят разработать удобный метод синтеза циклопентенонов, представляющих интерес в качестве соединений с антибактериальными и другими полезными свойствами.



ИК спектры зарегистрированы на спектрометре ФСМ-1202 в вазелиновом масле. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  записаны на приборе Bruker DPX 250 (250 и 62.6 МГц соответственно) в растворе  $\text{CDCl}_3$ , внутренний стандарт ТМС. Масс-спектры получены на спектрометре Kratos MS-30 методом ЭУ (ионизирующее напряжение 70 эВ, температура камеры ионизации 200 °С).

Исходные соединения **1** получали согласно описанной методике [10].

**Синтез циклопентенонов 2 и 3** (общая методика). Раствор 0.01 моль соответствующего соединения **1a,b** в смеси 12.5 мл ледяной уксусной кислоты и 7.5 мл конц.  $\text{HCl}$  перемешивают при комнатной температуре 20 ч. Смесь выливают в 100 мл воды, нейтрализуют  $\text{NaHCO}_3$  до pH ~7 и экстрагируют  $\text{CHCl}_3$  ( $3 \times 30$  мл). Органический слой отделяют, сушат безводным  $\text{CaCl}_2$  и упаривают на водяной бане. Остаток перекристаллизовывают из этанола.

**2-(3,4-Диметоксибензоил)-3-метилциклопент-2-ен-1-он (2)**. Выход 167 мг (67%), бежевые кристаллы, т. пл. 143–145 °С (EtOH). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1694, 1646, 1625, 1581, 1539, 1463, 1394, 1357, 1276, 1163, 1053, 900. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.17 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2.59–2.63 (2H, м,  $\text{CH}_2$ ); 2.74–2.78 (2H, м,  $\text{CH}_2$ ); 3.96 (6H, с,  $2\text{OCH}_3$ ); 6.88 (1H, д,  $J = 8.4$ , H-5); 7.32 (1H, д, д,  $J = 1.8$ ,  $J = 8.4$ , H-6); 7.54 (1H, д,  $J = 1.8$ , H-2). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 19.0; 33.0; 35.7; 56.4 (2C); 110.4; 110.8; 126.0; 130.4; 142.1; 149.7; 154.5; 178.8; 192.3; 205.5. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 260  $[\text{M}]^+$  (100), 259 (33), 245 (24), 230 (17), 229 (85), 217 (27), 201 (27), 187 (41), 165 (98), 138 (85), 123 (74), 77 (26), 67 (26), 59 (24), 43 (26). Найдено, %: C 69.07; H 6.23.  $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_4$ . Вычислено, %: C 69.22; H 6.20.

**4-Ацетил-3-(2,3-дигидро-1,4-бензодиоксин-6-ил)циклопент-2-ен-1-он (3)**. Выход 160 мг (62%), бежевые кристаллы, т. пл. 155–158 °С (EtOH). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1706, 1677, 1572, 1510, 1458, 1317, 1287, 1192, 1068, 898. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 2.02 (3H, с,  $\text{CH}_3$ ); 2.47 (1H, д, д,  $J = 2.2$ ,  $J = 18.6$ ) и 2.82 (1H, д, д,  $J = 7.6$ ,  $J = 18.6$ ,  $\text{CH}_2$ ); 4.21–4.32 (5H, м,  $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$  и  $\text{CH}$ ); 6.56 (1H, д,  $J = 2.0$ , H-5); 6.89 (1H, д,  $J = 8.8$ , H-8); 7.08 (1H, д, д,  $J = 2.0$ ,  $J = 8.8$ , H-7); 7.10 (1H, с,  $\text{CH}$ ). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м. д.: 26.2; 39.4; 55.3; 64.6; 65.0; 116.7; 118.5; 121.5; 126.7; 128.4; 144.3; 147.3; 171.4; 206.0; 207.0. Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 258  $[\text{M}]^+$  (100), 217 (22), 216 (98), 215 (50), 160 (13), 149 (11), 136 (74), 115 (30), 103 (16), 102 (16), 77 (24), 59 (15), 44 (33). Найдено, %: C 69.89; H 5.51.  $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_4$ . Вычислено, %: C 69.76; H 5.46.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Совета по грантам при Президенте РФ для молодых российских ученых (грант МК-2367.2011.3) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант 10-03-00254-а).*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. C. Fionda, F. Nappi, M. Piccoli, L. Frati, A. Santoni, M. Cippitelli, *Mol. Pharmacol.*, **72**, 1246 (2007).
2. E. Cernuda-Morollón, E. Pineda-Molina, F. J. Cañada, D. Pérez-Sala, *J. Biol. Chem.*, **276**, 35530 (2001).
3. K. Tonari, K. Machiya, I. Ichimoto, H. Ueda, *Agric. Biol. Chem.*, **45**, 295 (1981).
4. R. D'Ascoli, M. D'Auria, C. Iavarone, G. Piancatelli, A. Scettri, *J. Org. Chem.*, **45**, 4502 (1980).
5. Y. Liu, R.-J. Song, J.-H. Li, *Synthesis*, 3663 (2010).
6. E. Holtz, V. Köhler, B. Appel, P. Langer, *Eur. J. Org. Chem.*, 532 (2005).
7. G. Piancatelli, M. D'Auria, F. D'Onofrio, *Synthesis*, 867 (1994).

8. F. D'Onofrio, G. Piancatelli, M. Nicolai, *Tetrahedron*, **51**, 4083 (1995).
9. G. Csáky, M. Mba, J. Plumet, *Tetrahedron Asymm.*, **15**, 647 (2004).
10. В. Т. Абаев, К. В. Босикова, О. В. Сердюк, А. В. Бутин, *XTC*, 772 (2009). [*Chem. Heterocycl. Comp.*, **45**, 611 (2009)].

**О. В. Сердюк<sup>\*</sup>, В. Т. Абаев<sup>а</sup>, А. В. Бутин<sup>б\*</sup>**

*Южный федеральный университет,  
химический факультет, пр. Стачки, 194/2,  
Ростов-на-Дону 344090, Россия  
e-mail: oserduke@mail.ru*

*Поступило 27.06.2011*

*<sup>а</sup>Северо-Осетинский государственный университет,  
ул. Ватутина, 46, Владикавказ 362025, Россия*

*<sup>б</sup>НИИ XTC Кубанского государственного  
технологического университета,  
ул. Московская, 2, Краснодар 350072, Россия  
e-mail: alexander\_butin@mail.ru*

---