

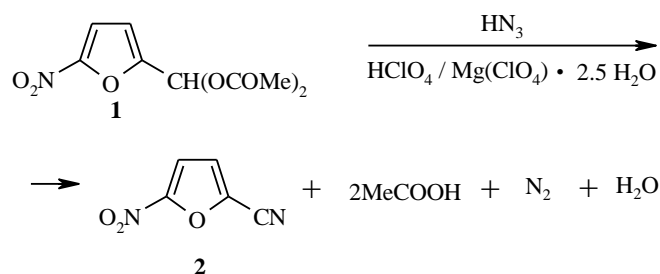
СИНТЕЗ 5-НИТРО-2-ЦИАНОФУРАНА

Ключевые слова: азотистоводородная кислота, "ангидрон", 5-нитрофур-фуролдиацетат, 5-нитро-2-цианофуран.

Разработан новый способ получения 5-нитро-2-цианофурана из 5-нитро-фуффулдиацетата на основе реакции Шмидта.

Синтез 5-нитрофурфузола осуществляется по трехстадийной схеме, включающей превращение фуффузола в диацетат, нитрование последнего и гидролиз полученного 5-нитрофурфулдиацетата (**1**). Без предварительной защиты альдегидной группы (ацилирование) невозможно провести нитрование фуффузола, а снятие защитной группы проводят обработкой ацетата **1** концентрированными водными растворами серной кислоты при повышенной температуре с последующей многократной отмывкой от серной кислоты [1].

Сопоставление условий дезацилирования диацетата **1** с разработанными нами условиями проведения реакции Шмидта при синтезе разнообразных фурановых нитрилов из соответствующих им альдегидов позволило предположить, что с учетом повышенной реакционной способности 5-нитрофурфузола при взаимодействии с азотистоводородной кислотой [2, 3] возможно получение 5-нитро-2-цианофурана (**2**) непосредственно из нитродиацетата **1**.



Предложенный вариант – снятие защитной группировки и одновременное введение нитрильной группы – оказался высокоэффективным в пре-паративном синтезе 5-нитро-2-цианофурана (**2**). В результате удалось сократить синтез на одну весьма трудоемкую стадию сернокислотного гидролиза диацетата **1** и отмывки серной кислоты. При этом увеличивается выход нитрила **2** в расчете на исходный фуффузол.

К смеси 24.4 г (0.1 моль) нитродиацетата **1**, 0.11 моль хлороформного раствора азотистоводородной кислоты и 25.0 г (0.1 моль) $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ ("ангидрона") при $\sim 20^\circ\text{C}$ и перемешивании добавляют 3–5 капель 72% HClO_4 . Через 3–5 мин начинает выделяться N_2 . Поддерживая температуру реакционной смеси не выше $30\text{--}35^\circ\text{C}$ (ледяная баня), медленно вводят 1.4 мл (0.01 моль) 72% HClO_4 . По окончании выделения азота (40–45 мин) реакционную массу обрабатывают водой, фильтруют, отделяют хлороформный слой, промывают его еще три раза водой, обесцвечивают активированным углем, фильтруют, удаляют хлороформ при пониженном давлении и получают 13.5 г (98%) 5-нитро-2-цианофурана (**2**), т. пл. 65°C .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A. Jurašek, A. Martnov, *Zaklady organické synthesy*, Praha, 1975, 406.
2. П. А. Павлов, В. Г. Кульневич, *ХГС*, 181 (1986).
3. В. Г. Кульневич, П. А. Павлов, Г. Д. Крапивин, *ХГС*, 1169 (1986).

П. А. Павлов

Кубанский государственный университет,
Краснодар 350040, Россия
e-mail: NMR ESR@chem.kubsu.ru

Поступило в редакцию 21.06.2000