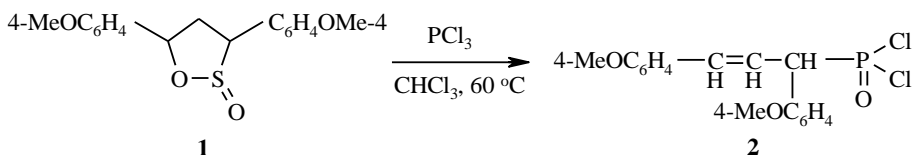


РЕАКЦИЯ 3,5-БИС(4-МЕТОКСИФЕНИЛ)-1,2-ОКСАТИОЛАН-2-ОКСИДА С ТРИХЛОРИДОМ ФОСФОРА

Ключевые слова: 3,5-диарил-1,2-оксатиолан-2-оксид, трихлорид фосфора, дихлорангидрид 1,3-бис(4-метоксифенил)аллилфосфоновой кислоты.

В ходе изучения реакционной способности 3,5-диарил-1,2-оксатиолан-2-оксидов (γ -сульфинов) нами впервые показано, что кипячение 3,5-бис(4-метоксифенил)-1,2-оксатиолан-2-оксида (**1**) [1] с избытком треххлористого фосфора (1 : 4) в хлороформе в течение 8 ч приводит к образованию дихлорангидрида 1,3-бис(4-метоксифенил)аллилфосфоновой кислоты (**2**) с выходом 80 %.



Реакцию проводят добавлением раствора 0.38 г (2.7 ммоль) треххлористого фосфора в безводном хлороформе к раствору 0.22 г (0.68 ммоль) сульфидина **1** в хлороформе и кипятят 8 ч. Смесь охлаждают, выливают в воду, экстрагируют хлороформом, промывают насыщенным раствором бикарбоната натрия, водой, сушат хлористым кальцием, упаривают и получают 0.2 г (80 %) соединения **2** в виде розово-красного масла, которое перекристаллизовывают из смеси хлороформ–гексан и выделяют 0.17 г соединения **2** в виде светло-розовых кристаллов с т. пл. 147 °С. ИК спектр (вазелиновое масло), ν , см⁻¹: 1617(C=C), 1255 (P=O). Спектр ЯМР ¹H (400 МГц, CDCl₃, 30 °С), δ , м. д., J (Гц): 3.81, 3.82 (6H, 2с, CH₃O); 4.46 (1H, д. д., ³J_{HH} = 9.4; ²J_{HP} = 18.2, СНР); 6.39 (1H д. т., ³J_{HH} = 15.6; ³J_{HH} = 9.4; ³J_{HP} = 9.4; СН=); 6.72 (1H, д. д., ³J_{HH} = 15.6; ⁴J_{HP} = 7.6; АгСН=); 6.88, 6.96 (4H, 2д., ³J_{HH} = 8.8; СН_{Ar}); 7.37 (2H, д., ³J_{HH} = 8.8, СН_{Ar}); 7.43 (2H, д. д., ³J_{HH} = 8.8, ⁴J_{HP} = 3.4, СН_{Ar}). Спектр ЯМР ¹³C (100 МГц, CDCl₃, 30 °С), δ , м. д., J (Гц): 55.42 (CH₃O), 63.20 (д., ¹J_{CP} = 89, СНР); 114.22 (СН_{Ar}); 114.73 (д., ⁴J_{CP} = 3, СН_{Ar}); 117.93 (д., ²J_{CP} = 9.8, СН=); 124.43 (д., ²J_{CP} = 7.5; C_{Ar}); 128.20 (д., ⁵J_{CP} = 3, СН_{Ar}), 128.58 (д., ⁴J_{CP} = 4.5, C_{Ar}); 130.63 (д., ³J_{CP} = 9, СН_{Ar}); 137.26 (д., ³J_{CP} = 19.5, СН=); 160.03, 160.08 (C_{Ar}). Спектр ЯМР ³¹P (161.9 МГц, CDCl₃, 30 °С), δ , м. д.: 47.1. Найдено, % : С 54.93; Н 4.54. С₁₇Н₁₇Cl₂O₃P. Вычислено, % : С 55.01; Н 4.62.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. О. Б. Бондаренко, А. В. Бувевич, Т. И. Воеводская, Л. Г. Сагинова, Ю. С. Шабаров, *ЖОрХ*, **24**, 1937 (1988).

Е. В. Григорьев, Л. Г. Сагинова

Московский государственный университет
им. М. В. Ломоносова, Москва 119899, Россия
e-mail : saginoval@org.chem.msu.ru
e-mail : evg@org.chem.msu.ru

Поступило в редакцию 15.11.2000