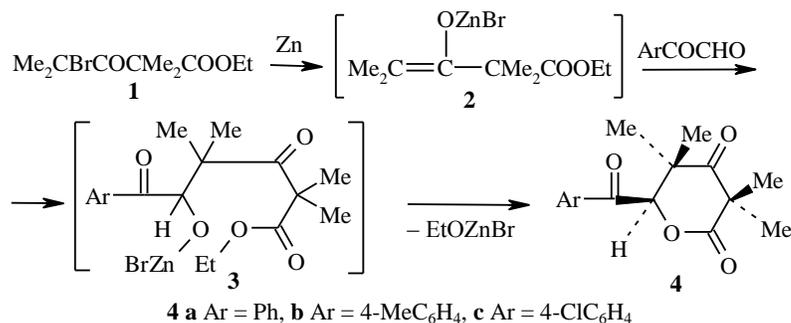


СИНТЕЗ 6-АРОИЛ-3,3,5,5-ТЕТРАМЕТИЛ-2,3,5,6-ТЕТРАГИДРО- ПИРАН-2,4-ДИОНОВ РЕАКЦИЕЙ РЕФОРМАТСКОГО

Ключевые слова: ароилглиоксаль, 6-ароил-3,3,5,5-тетраметил-2,3,5,6-тетрагидропиран-2,4-дионы, этиловый эфир 4-бром-2-оксо-2,2,4-триметилпентановой кислоты, цинк, реакция Реформатского.

В литературе отсутствуют данные о замещенных 2,3,5,6-тетрагидропиран-2,4-дионах, содержащих в положении 6 пиранового кольца ацильную группу [1]. Первые представители этого типа соединений – 6-ароил-3,3,5,5-тетраметил-2,3,5,6-тетрагидропиран-2,4-дионы – получены реакцией Реформатского по схеме:



На первой стадии из этилового эфира 4-бром-3-оксо-2,2,4-триметилпентановой кислоты (**1**) и цинка (эфир–этилацетат, 3 : 1) получен цинкенолят **2**, который вводили в реакцию с арилглиоксалами. В результате селективного взаимодействия реагента **2** с альдегидной группой арилглиоксала первоначально образовывался алкохолит **3**, который самопроизвольно циклизовался, давая целевые продукты **4a-c**.

6-Бензоил-3,3,5,5-тетраметил-2,3,5,6-тетрагидропиран-2,4-дион (4a). Выход 80%. Т. пл. 92–93 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1600, 1680, 1720, 1755. Спектр ЯМР ¹H (500 МГц, ДМСО-d₆), δ , м. д.: 0.83 (3H, с, CH₃); 1.39 (3H, с, CH₃); 1.45 (3H, с, CH₃); 1.50 (3H, с, CH₃); 6.19 (1H, с, –CH–O–); 7.58 (2H, т, C₆H₅); 7.75 (1H, т, C₆H₅); 8.13 (2H, д, C₆H₅). Найдено, %: С 70.16; Н 6.49. С₁₆H₁₈O₄. Вычислено, %: С 70.07; Н 6.57.

6-(4-Метилбензоил)-3,3,5,5-тетраметил-2,3,5,6-тетрагидропиран-2,4-дион (4b). Выход 84%. Т. пл. 124–125 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1615, 1690, 1720, 1755. Спектр ЯМР ¹H (60 МГц, CDCl₃), δ , м. д.: 0.95 (3H, с, CH₃); 1.38 (3H, с, CH₃); 1.45 (3H, с, CH₃); 1.58 (3H, с, CH₃); 2.33 (3H, с, CH₃C₆H₄); 5.53 (1H, с, –CH–O–); 7.23 (2H, д, C₆H₄); 7.80 (2H, д, C₆H₄). Найдено, %: С 70.91; Н 6.75. С₁₇H₂₀O₄. Вычислено, %: С 70.83; Н 6.94.

6-(4-Хлорбензоил)-3,3,5,5-тетраметил-2,3,5,6-тетрагидропиран-2,4-дион (4c). Выход 86%. Т. пл. 125–126 °С. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1595, 1690, 1720, 1765. Спектр ЯМР ¹H (60 МГц, CDCl₃), δ , м. д.: 0.97 (3H, с, CH₃); 1.37 (3H, с, CH₃); 1.43 (3H, с, CH₃); 1.58 (3H, с, CH₃); 5.50 (1H, с, –CH–O–); 7.40 (2H, д, C₆H₄); 7.87 (2H, д, C₆H₄). Найдено, %: С 62.30; Н 5.46. С₁₆H₁₇ClO₄. Вычислено, %: С 62.24; Н 5.51.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В. В. Щепин, Н. Ф. Кириллов, *ХГС*, 1273 (2000).

В. В. Щепин, А. Е. Корзун, Ю. Х. Сажнева, А. Н. Недугов

Пермский государственный университет,
Пермь 614000, Россия
e-mail: info@psu.ru,
Shchepin@imail.ru

Поступило в редакцию 23.12.2000

ХГС. – 2001. – № 3. – С. 402