

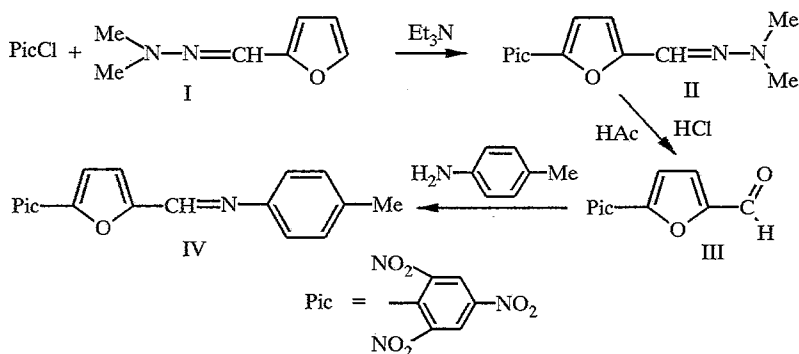
ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

5-(2,4,5-ТРИНИТРОФЕНИЛ)ФУРФУРОЛ

5-Арилфурфуролы синтезируют по реакции Зандмейера [1]. Однако по этой реакции невозможно осуществить синтез тринитрофенильных производных фурфура ввиду нестабильности 2,4,6-тринитрофенилдиазонийхлорида. Вместе с тем синтез данного класса соединений был интересен благодаря их потенциальной высокой биологической активности [2].

Для осуществления синтеза данных соединений мы выбрали метод, разработанный для синтеза 5-фосфорилированных производных фурфура [3], заключающийся в активировании фуранового цикла путем превращения формильной группы в *N,N*-диметилгидразонную.

Действительно, мы показали, что пикрилхлорид взаимодействует с *N,N*-диметилгидразоном фурфура (I) с образованием *N,N*-диметилгидразона 5-(2,4,6-тринитрофенил)фурфура (II) с хорошим выходом.



Регенерируют карбонильную группу модифицированным методом кислого гидролиза с удовлетворительным выходом.

Из альдегида III получают азометин IV [4].

N,N-Диметилгидразон 5-(2,4,6-тринитрофенил)фурфура (II). Смесь 0,01 моль *N,N*-диметилгидразона фурфура и 0,01 моль пикрилхлорида и 0,01 моль триэтиламина в 25 мл сухого бензола кипятят 8 ч. По охлаждении осадок отделяют, фильтрат упаривают в вакууме. Остаток кристаллизуют из гексана. Выход 89%. $T_{\text{пл}} 152^\circ\text{C}$. Спектр ПМР (Varian VXR-300, ТМС, CDCl_3): 3,053 (6H, с, N—Me); 6,61 (1H, д, $J_{34} = 3,8$ Гц, 3-Н); 6,95 (1H, д, $J_{43} = 3,8$ Гц, 4-Н); 7,01 (1H, с, CH=N); 8,66 м. д. (2H, с, Ar). Найдено, %: С 44,71; Н 3,3; N 19,89. $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_5\text{O}_7$. Вычислено, %: С 44,70; Н 3,15; N 20,06.

5-(2,4,6-Тринитрофенил)фурфурол (III). Раствор 0,014 моль гидразона II в 20 мл уксусной кислоты, нагревают до 60°C и при постоянном перемешивании вливают 50 мл 15% раствора соляной кислоты. Перемешивают 10 ч при 70°C . По охлаждении осадок отфильтровывают и кристаллизуют из гексана. Выход 56%. $T_{\text{пл}} 159^\circ\text{C}$. Спектр ПМР (Varian VXR-300, ТМС, CDCl_3): 6,94 (1H, д, $J_{34} = 3,6$ Гц, 3-Н); 7,37 (1H, д, $J_{43} = 3,6$ Гц, 4-Н); 8,96 (2H, с, Ar); 9,73 м. д. (1H, с, CH=O). Найдено, %: С 43,01; Н 1,64; N 13,63. $\text{C}_{11}\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_8$. Вычислено, %: С 42,99; Н 1,63; N 13,68.

5-(2,4,6-Тринитрофенил)фурил-2-(*n*-толил)альдимин (IV). Смесь 0,01 моль альдегида III и 0,01 моль *n*-толуидина в 30 мл спирта кипятят 2 ч. Спирт упаривают в вакууме, остаток кристаллизуют из октана. Выход 94%. $T_{пл}$ 188 °С. Спектр ПМР (Varian VXR-300, TMS, $CDCl_3$): 2,37 (3H, с, CH₃); 6,98 (1H, д, $J_{34} = 3,9$ Гц, 3-H); 7,15 (1H, д, $J_{43} = 3,9$ Гц 4-H); 7,17...7,22 (4H, м, Ar); 8,31 (1H, с, CH=N); 8,84 м. д. (2H, с, Ar). Найдено, %: С 54,61; Н 3,04; N 14,18. $C_{18}H_{12}N_4O_7$. Вычислено, %: С 54,55; Н 3,03; N 14,14.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Malinowski S.* // *Roczn. Chem.* — 1953. — Vol. 27. — P. 54.
2. Pat. 3062706 USA / *Kohu Gustaw K.* // РЖХИМ. — 1964. — 15Н363п.
3. *Ivonin S. P., Anischenko A. A., Kurochkin A. F., Tolmachev A. A.* // *Heteroatom Chem.* — 1998. — Vol. 9. — P. 461.
4. *Sisler H. H., Omietanski G. M.* // *Chem. Rev.* — 1957. — Vol. 57. — P. 1021.

С. П. Ивонин, А. А. Анищенко, М. В. Воевудский,
Л. В. Дмитрикова

Днепропетровский государственный
университет, Днепропетровск 320625,
Украина

Поступило в редакцию 23.09.98

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ НАТРИЕВОЙ СОЛИ 2-ОКСО-4-(2-ТИЕНИЛ)БУТЕНОВОЙ КИСЛОТЫ С ГИДРОКСИЛАМИНОМ

Взаимодействие солей и эфиров 4-замещенных 2-оксобутеновых и соответствующих производных 2-оксобутановых кислот с гидроксиламином мало исследовано, хотя полученные при этом оксимы являются ценными полупродуктами в синтезе модифицированных аминокислот; гидроксамовые кислоты являются перспективными биологически активными соединениями [1]. Нами установлено, что при взаимодействии этилового эфира 2-оксо-4-фенилбутановой кислоты с гидроксиламином в нейтральном растворе (рН 7) и кислой среде (рН 1) основным продуктом реакции является этиловый эфир 2-гидроксиимино-4-фенилбутановой кислоты, а в щелочной среде соответствующий гидроксамат 2-оксо-4-фенилбутановой кислоты [2]. В продуктах реакции оксим гидроксамовой кислоты не был обнаружен.

При взаимодействии натриевой соли 2-оксо-4-(2-тиенил)бутеновой кислоты с гидроксиламином в метанольном растворе в качестве основного продукта реакции выделен оксим гидроксамовой кислоты:

