

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.281:546.47:547.384:543.442.3

СТРОЕНИЕ 3,3:6,6-ДИБУТАНО-3*a*-МЕТИЛ-6*a*-ФЕНИЛТЕТРАГИДРОФУРО[3,2-*b*]ФУРАН-2,5-ДИОНАН.Ф. Кириллов¹, П.А. Слепухин², Е.А. Никифорова¹¹Пермский государственный национальный исследовательский университет, Россия

E-mail: kirillov@psu.ru

²Институт органического синтеза им. И.Я. Постовского УрО РАН, Екатеринбург, Россия

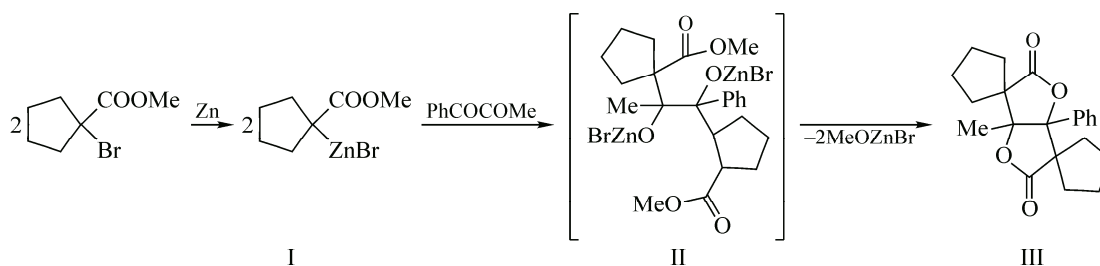
Статья поступила 29 января 2014 г.

С доработки — 21 марта 2014 г.

Взаимодействием метил 1-бромциклопентанкарбоксилата с цинком и 1-фенилпропан-1,2-дионом получен 3,3:6,6-дибутано-3*a*-метил-6*a*-фенилтетрагидрофуоро[3,2-*b*]фуран-2,5-дион, строение которого установлено методом рентгеноструктурного анализа.

Ключевые слова: реакция Реформатского, тетрагидрофуорофурандионы, спирофураноны, синтез, рентгеноструктурный анализ.

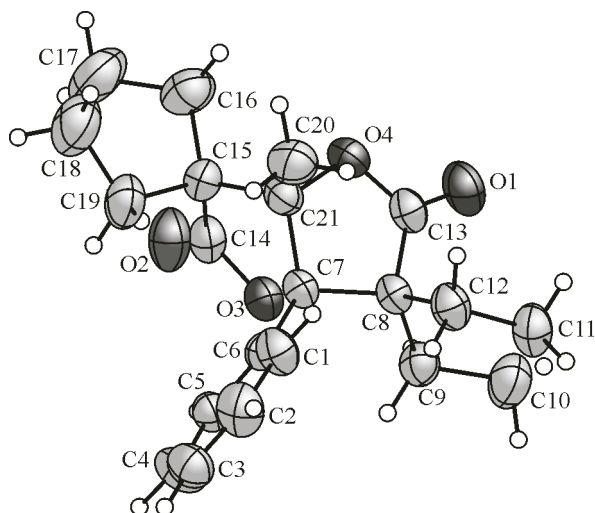
Спирогетероциклические соединения, полученные взаимодействием алициклических реактивов Реформатского с электрофильными реагентами, проявляют анальгетическую активность [1, 2]. С целью получения новых спирогетероциклических соединений нами было проведено взаимодействие реактива Реформатского (I), полученного из метил 1-бромциклопентанкарбоксилата и цинка, с 1-фенилпропан-1,2-дионом. Как показали наши исследования, две молекулы (I) присоединяются к карбонильным группам diketона с образованием интермедиата (II), который в ходе реакции циклизуется с выделением бромцинкметилата, что приводит к получению 3,3:6,6-дибутано-3*a*-метил-6*a*-фенилтетрагидрофуоро[3,2-*b*]фуран-2,5-диона (III) [3].



Строение соединения III подтверждено данными ИК и ЯМР ¹H спектроскопии. В ИК спектре, снятом на Фурье-спектрометре Spectrum Two фирмы PerkinElmer в вазелиновом масле, присутствуют полосы поглощения при 1767 и 1782 см⁻¹, принадлежащие карбонильным группам. В спектре ЯМР ¹H, записанном на спектрометре Mercury Plus-300 (300 МГц) в растворе DMSO-*d*₆, сигналы протонов циклопентановых колец находятся в области 1,05—2,06 м.д., синглет протонов метильной группы — при 1,78 м.д., сигналы ароматических протонов — в области 7,46—7,63 м.д.

Для изучения пространственного строения синтезированного соединения нами было проведено рентгеноструктурное исследование этого соединения.

Набор интенсивностей отражений был получен на автоматическом четырехкружном дифрактометре Xcalibur 3, оборудованном CCD-детектором по стандартной процедуре. Длина



Соединение III по данным РСА в тепловых эллипсоидах 50%-й вероятности

волны используемого излучения — 0,71073 Å (MoK α), графитовый монохроматор, ω -сканирование, шаг сканирования 1°. Поправка на поглощение не вводилась из-за ее малости. Решение и уточнение структур проведено с использованием пакета программ SHELX-97 [4]. Структуры уточнялись с использованием полноматричного МНК по F^2 в анизотропном приближении для неводородных атомов. Атомы водорода добавлены в геометрически рассчитанные положения и включены в уточнение в изотропном приближении в модели на-

ездника с зависимыми тепловыми параметрами. Результаты РСА зарегистрированы в Кембриджском центре кристаллографических данных под номером CCDC № 1021615 и могут быть запрошены по адресу www.ccdc.cam.ac.uk/data_request/cif.

Общий вид молекулы и принятая в эксперименте нумерация атомов показаны на рисунке. Основные параметры структурного эксперимента: сингония моноклинная, пр. гр. $P2_1/c$, $a = 15,5323(10)$ Å, $b = 9,5036(10)$ Å, $c = 12,5003(16)$ Å, $\beta = 106,502(9)^\circ$, $V = 1769,2(3)$ Å 3 , брутто-формула C $_{21}$ H $_{24}$ O $_4$ (для $Z = 4$), $d_{\text{выч}} = 1,278$ г/см 3 , $\mu = 0,087$ мм $^{-1}$. Область сканирования: $26,38 \geq \theta \geq 2,74^\circ$. Отражений собрано 9811, из них независимых 3614 ($R_{\text{int}} = 0,0275$), в том числе 1690 с $I > 2\sigma(I)$, полнота сканирования 99,6 % (для $\theta \leq 26,38^\circ$), число уточняемых параметров 242, $S = 1,001$. Окончательные R -факторы: $R_1 = 0,0408$, $wR_2 = 0,0934$ (по отражениям с $I > 2\sigma(I)$), $R_1 = 0,0868$, $wR_2 = 0,0975$ (по всем отражениям). Пики остаточной электронной плотности: $\Delta e = 0,190$ и $-0,189$ е/Å $^{-3}$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 13-03-96010).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кириллов Н.Ф., Махмудов Р.Р., Гаврилов А.Г., Марданова Л.Г. // Хим.-фарм. журн. – 2012. – **46**, № 5. – С. 9 [Kirillov N.F., Gavrilov A.G., Mardanova L.G., Makhmudov R.R. // Pharm. Chem. J. – 2012. – **46**, N 5. – P. 269].
2. Кириллов Н.Ф., Махмудов Р.Р., Гаврилов А.Г., Марданова Л.Г., Вахрин М.И. // Хим.-фарм. журн. – 2013. – **47**, № 1. – С. 41 [Kirillov N.F., Makhmudov R.R., Gavrilov A.G., Mardanova L.G., Vakhrin M.I. // Pharm. Chem. J. – 2013. – **47**, N 1. – P. 41].
3. Кириллов Н.Ф. Синтез гетероциклических соединений со спироуглеродными атомами на основе реакции Реформатского с участием алкиловых эфиров 1-бромциклоалканкарбоновых кислот. Дис. ... канд. хим. наук. – Пермь: Пермский государственный университет, 2004.
4. Sheldrick G.M. // Acta Crystallogr. – 2008. – **A64**. – P. 112.