

Нами показано, что в тех же условиях изоциануровая кислота (IV) образует с ДМСО также продукт II с выходом 58%. Это обстоятельство позволяет полагать, что кислота IV является во всех указанных выше случаях промежуточным продуктом при синтезе соединения II, а низкие выходы последнего, очевидно, прежде всего связаны с незначительным образованием этой кислоты. Синтез продукта II скорее всего происходит по типу перегруппировки Пуммерера с участием диметилсульфоксида [5] и изоциануровой кислоты.

Строение соединений II и III подтверждено спектральными данными.

1,3,5-трис(метилгидрометил)изоциануровая кислота (II, $C_9H_{15}N_3O_3S_3$). $T_{пл}$ 98...99 °C. ИК спектр: 1698 см^{-1} (C=O). Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$, δ): 2,32 (9H, с, 3 CH_3), 5,01 м. д. (6H, с, 3 CH_2). Спектр ЯМР ^{13}C (ДМСО- D_6 , δ): 49,40 (CH_2), 151,21 м. д. (C=O).

2-Фенилизотиоциануровая кислота (III). $T_{пл}$ 269...270 °C (лит. 270 °C [4]). ИК спектр: 1700 (C=O), 3320 (NH), 3390 см^{-1} (NH). Спектр ЯМР 1H (ДМСО- D_6 , δ): 5,75 (1H, с, CH), 8,35 (2H, с, 2NH), 9,60 (1H, с, NH), 7,62 (5H, м, Наром).

Данные элементного анализа соединений II и III на C, H, N соответствуют расчетным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Traynelis V. J., Hergenrother W. Z. // J. Org. Chem. — 1964. — Vol. 29. — P. 221.
2. Santosusso T. M., Swern D. // Tetrah. Lett. — 1974. — N 48. — P. 4255.
3. Cruba W., Sedzik-Hibner D. // Zasz. nauk. U. Y. Acta Chim. — 1991. — N 35. — P. 57.
4. Das-Gupta Y. M. // J. Chem. Soc. — 1933. — Vol. 10. — P. 111.
5. Russel G. A., Mikol G. Y. Mechanisms of Molecular Migration / Ed. B. S. Thuagarajan. Intersc. Publishers. — New York, 1968. — Vol. 1. — P. 157.

А. А. Бакибаев, А. Ю. Яговкин, В. В. Перминов

Томский политехнический университет,
химико-технологический факультет,
Томск 634004

Поступило в редакцию 31.08.94

ХГС.— 1995. — № 1. — С. 134.

2(5H)-ФУРАНОН В РЕАКЦИИ ВИЛЬСМЕЙЕРА—ХААКА

Взаимодействием 2(5H)-фуранона со смесью ДМФА— $POCl_3$ в условиях реакции Вильсмейера—Хаака с последующей обработкой реакционной смеси концентрированной $HClO_4$ получена резонансно-стабилизированная соль (I). Последняя в условиях щелочного гидролиза (рН 8) превращается в 5-формилфуранон (II). При взаимодействии с сильной СН кислотой — кислотой Мельдрума — соль I и енаминоальдегид II образуют производное 5-гидрокси-2,4-фурандикарбальдегида (III).

Структура соединений II и III доказана методом РСА.

3-(N,N-Диметиламиноэтилиден)-5-(N,N-диметиламиноэтилиден)-2(3H)-фуранон перхлорат (I, $C_{10}H_{15}ClN_2O_6$). Выход 75%, $T_{пл}$ 245 °C (разл.). ИК спектр (нуйол): 1740 и 1725 см^{-1} . Спектр ПМР (CF_3COOD): 3,43 (3H, с, CH_3-N), 3,47 (3H, с, CH_3-N), 3,53 (3H, с, CH_3-N), 3,57 (3H, с, CH_3-N), 7,50 (1H, с, CH), 7,85 (1H, с, CH), 8,02 м. д. (1H, с, CH).

3-(N,N-Диметиламиноэтилиден)-5-формил-2(3H)-фуранон (II, $C_8H_9NO_3$). Выход 70%. $T_{пл}$ 194 °C (разл.). УФ спектр (вода), λ_{max} (lg ϵ): 290 (3,84), 384 нм (4,53). ИК спектр (нуйол): 1650 и 1720 см^{-1} . Спектр ПМР ($CDCl_3$): 3,26 (3H, с, CH_3-N), 3,46 (3H, с, CH_3-N), 6,46 (1H, с, CH), 7,66 (1H, с, CH), 9,56 м. д. (1H, с, CHO).

