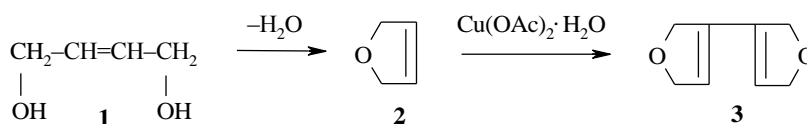


## ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

### 2,5,2',5'-ТЕТРАГИДРО[3,3']БИФУРАНИЛ – НОВАЯ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКАЯ СИСТЕМА НА ОСНОВЕ 2-БУТЕН-1,4-ДИОЛА

**Ключевые слова:** ацетат меди, 2-бутен-1,4-диол, 2,5-дигидрофуран, димеризация, циклодегидратация.

Гидрирование 2-бутин-1,4-диола до 2-бутен-1,4-диола (**1**) на суспендированных палладиевых катализаторах при атмосферном давлении сопровождается образованием побочных продуктов (*n*-бутанол,  $\gamma$ -гидроксимасляный альдегид и др.) [1], однако, основные потери целевого соединения наблюдаются на стадиях отгонки воды и вакуумного фракционирования катализата гидрирования вследствие полимеризации соединения **1**. С целью стабилизации 2-бутен-1,4-диола, в реакционную массу добавляют моногидрат ацетата меди. После чего при ректификации в головных фракциях было неожиданно зафиксировано образование нового побочного продукта, который был выделен и идентифицирован как 2,5,2',5'-тетрагидро[3,3']бифуранил (**3**), возможный механизм образования которого включает стадии циклодегидратации диола **1** и окислительной димеризации 2,5-дигидрофурана (**2**) по типу реакции Глазера [2].



Строение новой гетероциклической системы **3** подтверждено физико-химическими методами и встречным синтезом.

ИК спектр снимали на приборе Specord IR-75 в вазелиновом масле. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  получали на приборе Varian Unity-300 (300 МГц) в  $\text{CDCl}_3$ , отнесение сигналов проведено относительно остаточных протонов сигнала растворителя ( $\delta$  7.26 м. д.). Масс-спектры регистрировали на приборе Varian MAT-3, ЭУ, 70 эВ.

**2,5-Дигидрофуран (2).** К 40 мл (39.8 г, 0.45 моль) 2-бутен-1,4-диола **1** при перемешивании добавляют 0.1 г катализатора – 2% Pd/C. Смесь нагревают выше 100 °С и отгоняют 2,5-дигидрофуран (сырец), пока в колбе не останется ~5 мл жидкости. Затем сырец перегоняют, собирая, фракцию с т. кип. 53–56 °С. Получают 21.4 г (66%) 2,5-дигидрофурана. Вещество идентично соединению, полученному каталитической дегидратацией 2-бутен-1,4-диола **1** [3].

**2,5,2',5'-Тетрагидро[3,3']бифуранил (3).** А. Выдерживают 50 мл головной фракции ректификации соединения **1** в холодильной камере ~ 6 сут. Выпавший осадок отделяют, промывают холодной водой, сушат в вакуум-эксикаторе и получают 1.6 г (3%) соединения **3**.

Т. пл. 94–96 °С (из воды). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1605 (C=C), 997, 985, 946 (C–O). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 4.76 (8H, м,  $\text{CH}_2$ ); 5.79 (2H, м, HC=C). Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): 138 [ $\text{M}^+$ ] (100), 109 [ $\text{M}-\text{COH}^+$ ] (12), 108 [ $\text{M}-\text{CO}^+$ ] (9). Найдено, %: C 69.42; H 23.27.  $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_2$ . Вычислено, %: C 69.55; H 23.16.

Б. Соединение **3** получают также встречным синтезом. Смесь 7.00 г (0.1 моль) соединения **2**, 27.5 г (0.14 моль) моногидрата ацетата меди, 50 мл пиридина и 50 мл метанола нагревают до кипения в течение 2 ч. Темно-синяя суспензия приобретает зеленую окраску. Затем охлажденную смесь подкисляют серной кислотой ( $d = 1.83$ ) при перемешивании и охлаждении и экстрагируют дихлорметаном. Остаток, полученный после упаривания растворителя, перекристаллизовывают из воды. Получают 3.86 г (56%) соединения **3**, т. пл. 95–96 °С. Найдено, %: C 69.62; H 23.25.  $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_2$ . Вычислено, %: C 69.55; H 23.16. Смесь веществ полученных по методикам А и Б не дает депрессии температуры плавления, а ИК и ЯМР  $^1\text{H}$  спектры идентичны.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 04-03-32485).*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Е. В. Пятницyna, М. М. Ельчанинов, А. П. Савостьянов, *Журн. прикл. химии*, **79**, 192 (2006).
2. I. D. Campbell, I. Eglinton, *Org. Syn.*, **45**, 39(1965).
3. R. Paul, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, 668 (1950).

**Е. В. Пятницyna, М. М. Ельчанинов, Б. С. Лукьянов**

*Южно-Российский государственный  
технический университет (НПИ),  
Новочеркасск 346428  
e-mail: [fkoch@org.pnovoch.ru](mailto:fkoch@org.pnovoch.ru)*

*Поступило 15.07.2006*

*<sup>a</sup>Научно-исследовательский институт  
физической и органической химии  
Ростовского государственного университета,  
Ростов-на-Дону 344090, Россия  
e-mail: [bluk@ipoc.rsu.ru](mailto:bluk@ipoc.rsu.ru)*

---