



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **386**

(51)) **МПК(2006) C 07 D**
313/00; 315/00

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1000464

(22) 07.05.2010

(46) Бюл.60 (4), 2010

(71) Бандаев С.Г. (TJ); Гулов Т.Ё. (TJ).

(72) Бандаев С.Г. (TJ); Гулов Т.Ё. (TJ).

(73) Бандаев С.Г. (TJ); Гулов Т.Ё. (TJ).

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 3-ВИНИЛБЕНЗ[С]ИЗОКСАЗОЛОВ**

(56) 1. Bciocchi, in: Patai, Rappoport, The Chemistry of Functional Groups, Supplement D, pt. 2, pp. 1173-1227, Wiley, New York, 1983.

2. Antjn, Grabtree. Дегидрогалогенирование алкилгалогенидов под действием трифенилметилкалия//Tetrahedron Lett, 1983. P.2449

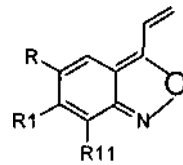
3. Trsheit, Eiter. Liebige Ann. Chmi., 1962. V. 658. P.65 ; Oediger, Kabbe, Moller, Eiter. 1966. V. 99 S/ 2012; Vogel, Klarner, 1968. V. 80. S. 402.

4. Oediger, Moller, Eiter. Обзор по реакциям Дегидрогалогенирование // Synthesis. 1972. P.591.

5. Rimura, Regen. J/ Org. Chm. 1983. V. 48. P/195; Barry, Bram, Decodts/ J. Org. Chm1984.V. 49. p/1183

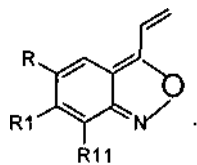
6. Бандаев С.Г. и др. Необычно легкая реакция дегидрогалогенирования 3-((3-галогенэтил)бенз[с]изоксазолов// Докл.АН РТ, 1997,Т.XL, №11-12. С. 32-36.

(57) Изобретение относится к области химии гетероциклических соединений, а именно к усовершенствованному способу получения новых 3-3-винилбенз[с]изоксазолов общей формулы I



где R=H или Cl; R¹=H или Br; R^h=H или Cl.

Изобретение относится к области химии гетероциклических соединений, а именно к усовершенствованному способу получения новых 3-3-винилбенз[с]изоксазолов общей формулы I

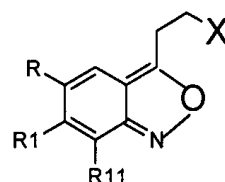


где R=H или Cl; R¹=H или Br; R¹¹=H или Cl.

Найден новый метод отщепления галогидводорода из молекулы (3-галогенэтилбенз[с]изоксазолов) который является эффективным способом синтеза новых, неизвестных ранее класс соединений - 3-винил-бенз[с]изоксазолов, представляющих интерес как в качестве объектов для биологических исследований, так и в качестве полупродуктов для тонкого органического синтеза.

Имеющиеся данные по реакциям дегидрогалогенированием алкилгалогенидов, свидетельствуют о том, что для их протекания необходимы довольно жесткие условия. В качестве основания чаще всего употребляется горячий спиртовой раствор КОН [1], но допускается и использование более сильных оснований [2] (OR, NH₂- и тому подобные). В трудных случаях используются бидциклические амиды, 1,5-дiazобидцикло [3.4.0]нонен-5 [3] и 1,8-дiazобидцикло [5.4.0]ундецен-7 [4]. При проведении реакции с такими основаниями, как OH⁻, был использован межфазный катализ [5]. Что касается реакции дегидрогалогенирование протекающих при хроматографировании на оксиде алюминия, то они изучены значительно меньше, при этом крайне мало работ посвящено превращениям монозамещенных этиленов.

Целью изобретения является расширение ассортимента, ранее неизвестных целевых продуктов реакции I. Поставленная цель достигается тем, что 3-галогенэтилбенз[с]изоксазолы общей формулы II очень легко



где R=H или Cl; R¹=H или Br; R¹¹=H или Cl.

отщепляют галогидводород и превращаются в 3-винилбенз[с]изоксазолы I. Процесс идет на хроматографической колонке с Al₂O₃ (элюент ССЦ) с образованием неизвестного ранее класс соединений - 3-винил-бенз[с]изоксазолов.

Как видно, дегидрогалогенирование протекает настолько легко, что для этого достаточно присутствие такого слабого основания, как оксид алюминия. Важно подчеркнуть, что при попытке очистить на колонках [3-галогенэтилбенз[с]изоксазолы с большими выходами (количественно) превращаются в 3-винилбенз[с]изоксазолы.

Получение 3-винил-бенз[с]изоксазола иллюстрируется следующим примером:

Пример 1. Хроматографическую колонку заполняли Al₂O₃ второй степени активности (элюент - ССЦ) и загружали 2,26 г (10 ммоль) (3-бромэтилбенз[с]изоксазола, растворённого в минимальном количестве CH₂Cl₂ колонку промывают ССЦ и выделяют следы исходного соединения. Затем выделяют 1,42 г (98%) 3-винилбенз[с]изоксазола, масло (лит. дан. масло [6])

В таблице приведены результаты получения по аналогии других 3-винилбенз[с]изоксазолов общей формулы I.

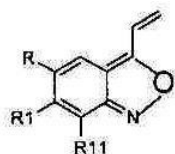
Таким образом, предлагаемый способ позволяет легко получить новый, ранее неизвестный класс соединений - 3-винилбенз[с]изоксазолов, а также существенно расширить их ассортимент путём синтеза новых. Кроме того предлагаемый способ позволяет использовать в качестве исходных веществ более широкий ассортимент 3-винилбенз[с]изоксазолов.

3-Винилбенз[с]-изоксазолы общей формулы I, полученные по предлагаемому способу

Название циклобутана	R	R ¹	R ¹¹	Выход, %	Т.пл °С
3-винилбенз[с]изоксазол	H	H	H	98	масло
6-бром-3-винилбенз[с]изоксазол	H	Br	H	97	41
5-хлор-3-винилбенз[с]изоксазол	Cl	H	H	87	52
7-хлор-3-винилбенз[с]изоксазол	H	H	Cl	83	масло
5-хлор-6-бром-3-винилбенз[с]изоксазол	Cl	Br	H	94	114
6-бром-7-хлор-3-винилбенз[с]изоксазол	H	Br	Cl	88	64

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. 3-винилбенз[с]изоксазол общей формулы



где R = H или Cl; R¹ = H или Br; R¹¹ = H или Cl.

2. Способ получения 3-винилбенз[с]изоксазолов, заключающийся в том, что хроматографическую колонку заполняют Al₂O₃ (элюент – CCl₄) и загружают β-галоген-этилбенз[с]изоксазол, растворенного в минимальном количестве CH₂Cl₂, колонку промывают CCl₄ и выделяют 3-винилбенз[с]изоксазол.

Компьютерный набор: Назарова Дж.Д.

Заказ	Тираж	Подписное
Национальный патентно-информационный центр РТ		
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а.		