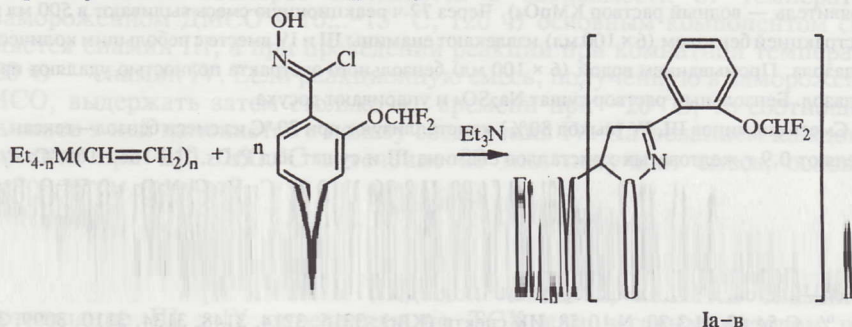


МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ СИЛИЛ(ГЕРМИЛ)ЗАМЕЩЕННЫХ o-ДИФТОРМЕТОКСИФЕНИЛИЗОКСАЗОЛИНОВ

Ранее было показано [1], что реакции [2+3]-циклоприсоединения оксидов нитрилов к непредельным силанам приводят к образованию силилзамещенных изоксазолинов-2. С целью получения новых потенциально биологически активных гетероциклов, содержащих гермилный заместитель и дифторметоксифенильную группу, нами разработан препаративный метод синтеза гермилзамещенных *o*-дифторметоксифенилизоксазолинов-2 путем циклоприсоединения окиси *o*-дифторметоксифенилнитрида к триэтилвинилсилану (герману) и диэтилдвинилгерману.



I а M = Si, n = 1; б M = Ge, n = 1; в M = Ge, n = 2

Оксид нитрила получают *in situ* дегидрогалогенированием хлорангидрида *o*-дифторметоксифенилнитрида в присутствии эквивалентного количества триэтиламина. Реакция проходит региоселективно с образованием 5-Ge-замещенных изоксазолинов-2 с хорошими выходами (67...80%). К сожалению, полученные соединения Ia—в являются бесцветными маслами и при контакте с воздухом и влагой, а также при стоянии осмоляются, меняя цвет от светло-желтого до буро-красного. Поэтому дальнейшее их использование как биологически активных субстанций крайне ограничено.

3-(*o*-Дифторметоксифенил)-5-триэтилсилилизоксазолин-2 (Ia). Раствор 0,02 моль хлорангидрида *o*-дифторметоксифенилнитрида в 20 мл сухого эфира при интенсивном перемешивании медленно добавляют к смеси эквивалентного количества триэтилвинилсилана и триэтиламина в 30 мл эфира при комнатной температуре в течение 2 ч. Почти сразу после начала реакции выпадает осадок гидрохлорида триэтиламина. Осадок отфильтровывают, раствор упаривают, остаток хроматографируют на силикагеле (элюент гексан—этилацетат, 5 : 1). Выход 80%. Масс-спектр (m/z , относительная интенсивность, %): 327 (M^+ , 7), 150 (35), 129 (100), 101 (75), 87 (51), 59 (56). Спектр ПМР ($CDCl_3$): (0,73 (6H, д, $J = 8,1$ Гц); 1,04 (9H, т, $J = 8,1$ Гц); 3,27 (1H, д, $J = 10,6$, $J = 17,2$ Гц); 3,57 (1H, д, д, $J = 10,6$, $J = 17,2$ Гц); 4,2 (1H, д, д, $J = 10,6$, $J = 17,2$ Гц); 6,61 (1H, с); 7,41 (1H, м); 7,49 (1H, д, $J = 2$ Гц); 7,84 (1H, д, $J = 2$ Гц); 7,92 (1H, д, $J = 2$ Гц).

3-(*o*-Дифторметоксифенил)-5-триэтилгермиллизоксазолин-2 (Iб). Масс-спектр (m/z , относительная интенсивность, %): 373 (M^+), 330 (18), 161 (100), 133 (45), 101 (37). Выход 72%. Спектр ПМР ($CDCl_3$): 0,82...1,25 (15H, м); 3,21 (1H, д, д, $J = 15,6$, $J = 15,6$ Гц); 3,63 (1H, д, д, $J = 10,2$, $J = 15,6$ Гц); 4,44 (1H, д, д, $J = 10,2$, $J = 15,6$ Гц); 6,58 (1H, с); 7,19 (3H, м); 7,82...7,94 (1H, м).

Бис-5-(3-*o*-дифторметоксифенилизоксазолино-2)диэтилгерман (Iв). Выход 67%. Спектр ПМР ($CDCl_3$): 1,02...1,25 (10H, м); 3,36...3,64 (4H, м); 4,52 (2H, д, д, $J = 10,1$, $J = 15,2$ Гц); 6,52 (2H, с); 7,09...7,41 (6H, м); 7,64...7,80 (2H, м).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lukevics E., Dirnens V., Popelis J., Ketme A. // J. Organomet. Chem. — 1996. — Vol. 521. — P. 235.

Э. Лукевиц, П. Арсенян

Латвийский институт органического синтеза,
Рига LV-1006

Поступило в редакцию 15.04.98

e-mail: lukevics@osi.lanet.lv

ХГС. — 1998. — № 4. — С. 564