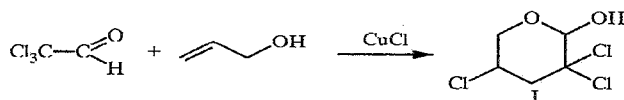


ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

СИНТЕЗ 2-ГИДРОКСИ-3,3,5-ТРИХЛОРТЕТРАГИДРОПИРАНА

При взаимодействии хлораля с аллиловым спиртом в присутствии CuCl образуется не ожидаемый продукт присоединения — 2,2,4-трихлор-5-гидроксипентаналь, а 2-гидрокси-3,3,5-трихлортetraгидропиран (I) в виде двух пар диастереомеров. Строение гетероцикла I подтверждено спектрами ЯМР, а также встречным синтезом: присоединением хлораля к аллилацетату с последующим гидролизом образующегося соединения и внутримолекулярной циклизацией аллилполуацетата хлораля в присутствии CuCl .



Спектр ЯМР вещества показывает отсутствие кольчато-цепной таутомерии.

В стеклянную ампулу помещают 10 мл (0,1 моль) CCl_3CHO , 6,3 мл (0,1 моль) $\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{OH}$, 30 мл ацетонитрила, 1 г (0,01 моль) CuCl . Ампулу выдерживают при 130 °С в течение 10 ч. После охлаждения ампулу вскрывают, растворитель упаривают, остаток растворяют в эфире. Отфильтровывают выпадающий осадок, фильтрат упаривают и перегоняют в вакууме. Получают 6,52 г (32%) желтой вязкой жидкости, $T_{\text{кип}}$ 120 °С (0,12 мм рт. ст.).

Найдено, %: С 29,05; Н 3,62. $\text{C}_5\text{H}_7\text{Cl}_3\text{O}_2$. Вычислено, %: С 29,23; Н 3,44. Спектр ЯМР ^1H : 4,10; 4,15 (2H, м, CH_2O); 3,52; 3,91 (1H, м, CHCl); 3,13; 3,18 (2H, м, CH_2); 4,71; 5,15 (2H, д, CHOH); 4,85 м. д. (1H, с, OH). Спектр ЯМР ^{13}C : 62,56; 70,68 (CH_2O); 50,05; 50,30 (CHCl); 46,73; 52,05 (CH_2); 94,91; 98,45 (CHOH); 87,19; 88,29 м. д. (CCl_2).

К. И. Кобраков, А. В. Иванов, В. К. Королев, А. Б. Терентьев

Московская государственная текстильная академия им. А. Н. Косыгина, Москва 117918

Поступило в редакцию 02.12.97

Институт элементоорганических соединений им. Н. А. Несмеянова РАН, Москва 117813

ХЛОРИРОВАНИЕ ПИРИДИЛАЦЕТИЛЕНОВ
В МЕЖФАЗНО-КАТАЛИТИЧЕСКОЙ СИСТЕМЕ
ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТЫЙ УГЛЕРОД/КОН/18-КРАУН-6

Хлорированные терминальные алифатические и ароматические ацетилены обычно получали хлорированием соответствующих ацетиленов в системах $n\text{-BuLi}/N\text{-хлорсукцинимид}/\text{TГФ}$ [1, 2] или $n\text{-BuLi}/\text{Cl}_2$ [3], а также в присутствии гипохлоридов [4, 5]. Описан межфазно-каталитический метод получения фенилхлорацетилена из фенилацетилена в системе $\text{CCl}_4/50\%$