

## ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ФТАЛИМИДА С АЛКИЛГЛИЦИДИЛМАЛОНОВЫМИ ЭФИРАМИ

Э. Г. МЕСРОПЯН, Г. Б. АМБАРЦУМЯН и М. Т. ДАНГЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 4 XII 1979

Взаимодействием алкилглицидилмалоновых эфиров с фталимидом получен ряд функционально замещенных 4-бутанолидов.

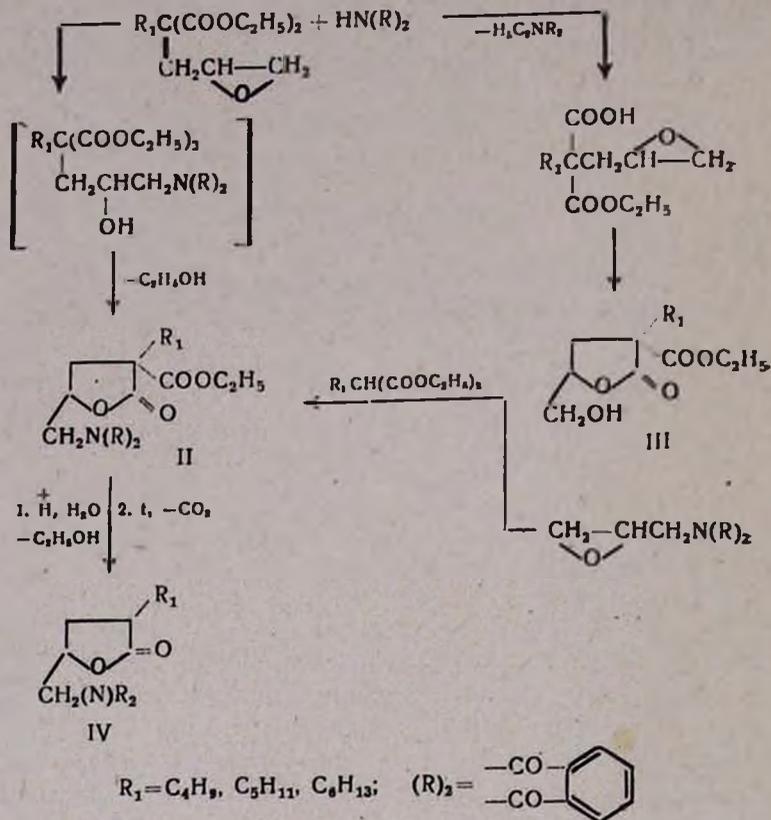
Табл. 1, библиографических ссылок 8.

Ранее нами было показано, что при раскрытии  $\alpha$ -окисного кольца алкилглицидилмалоновых эфиров соединениями с подвижным атомом водорода происходит внутримолекулярная переэтерификация промежуточных веществ с образованием замещенных 4-бутанолидов [1]. По литературным данным,  $\alpha$ -окисное кольцо раскрывается также фталимидом [2].

Настоящая работа посвящена изучению реакции алкилглицидилмалоновых эфиров I с фталимидом при 200°. Показано, что после раскрытия  $\alpha$ -окисного кольца фталимидом по Красускому происходит внутримолекулярная переэтерификация с образованием 2-алкил-2-этоксикарбонил-4-фталидометил-4-бутанолидов (II) в качестве основного продукта (47—60%). Наряду с бутанолидами II выделены также продукты взаимодействия фталимида с этоксикарбонильной группой [5] алкилглицидилмалоновых эфиров—описанные в литературе 2-алкил-2-этоксикарбонил-4-оксиметил-4-бутанолиды (III) [3]. Кислотным гидролизом с последующим декарбоксилированием II ( $R_1 = C_4H_9$ ) получен 2-бутил-4-фталидометил-4-бутанолид (IV,  $R_1 = C_4H_9$ ). Бутанолиды II получены также взаимодействием 2,3-эпоксипропил-N-фталимида с алкилмалоновыми эфирами.

Бутанолиды II представляют собой темно-желтую, очень вязкую массу, хорошо растворимую в эфире, ацетоне, хлороформе, спирте и не растворимую в воде.

Структура бутанолидов II подтверждена физико-химическими константами, данными элементного и ИК спектрального анализов. ИК спектры,  $\nu, \text{см}^{-1}$ : 1600 (фенильная группа), 1730 (сложноэфирная C=O), 1775 (C=O пятичленного лактона), 1720 (фталимидная C=C).



### Экспериментальная часть

Синтез алкилглицидилмалоновых эфиров I описан ранее [4]. Чистота продуктов проверялась ТСХ в системе гексан—ацетон (3 : 2).

2-Алкил-2-этоксикарбонил-4-фталимидометил-4-бутанолиды (II. а) Эквимолярную смесь (по 0,03 моля) фталимида и алкилглицидилмалонового эфира I нагревали 2,5—3 часа при 200°. Непрореагировавший фталимид отфильтровали, а остаток подвергли фракционной перегонке. Первая фракция—0,3—0,7 г (102—106°/0,7 мм), при стоянии кристаллизуется, т. пл. 76° (из петролейного эфира), представляет собой N-этилфталимид, по литературным данным, т. пл. 78° [8]. Вторая фракция—2-алкил-2-этоксикарбонил-4-оксиметил-4-бутанолиды (III): III,  $R_1 = C_4H_9$ , выход 19,6%, т. кип. 125—130°/0,5 мм,  $n_D^{20}$  1,4697; III,  $R_1 = C_5H_{11}$ , выход 13,7%, т. кип. 165—170°/0,5 мм,  $n_D^{20}$  1,4675; III,  $R_1 = C_6H_{13}$ , выход 18,6%, т. кип. 165°/0,5 мм,  $n_D^{20}$  1,4661. Третья фракция—2-алкил-2-этоксикарбонил-4-фталимидометил-4-бутанолиды II (табл.).

б) Из 0,03 моля алкилмалонового эфира, 0,036 моля 2,3-эпокси-пропил-N-фталимида и 0,036 моля этилата натрия по методу [7] получили 2-бутил-2-этоксикарбонил-4-фталимидометил- и 2-амил-2-этоксикарбонил-4-фталимидометил-4-бутанолиды.

2-Алкил-2-этоксикарбонил-4-фталимидометил-4-бутанолиды (II)

Метод получения	R	Выход, %	Т. кип., °C/0,5 .м.м	n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	Найдено/вычислено, %			R <sub>1</sub>
					C	H	N	
а б	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	52	220—222	1,5290	64,00	6,30	3,90	0,61
			199—222	1,5285	64,34	6,10	3,80	
а б	C <sub>5</sub> H <sub>11</sub>	47	229—232	1,5281	65,10	6,60	3,80	0,59
			227—231	1,5280	65,06	6,46	3,60	
а	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	60	235—237	1,5249	66,50	6,80	3,71	0,58
					66,00	6,73	3,49	

2-Бутил-4-фталимидометил-4-бутанолид (IV, R<sub>1</sub>=C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>). Смесь 0,006 моля II (R=C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>) и 9,3 мл 3 н соляной кислоты кипятитли 2 часа, отделили водный слой и экстрагировали этилацетатом. Органический слой и экстракты соединили и обработали поташом до нейтральной реакции. Под вакуумом удалили этилацетат, реакционную массу нагревали при 180—190° до завершения выделения углекислого газа, затем охладили до 60° и добавили 6,3 мл этилового спирта. При охлаждении выпали белые кристаллы IV (R=C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>) с т. пл. 82° (из спирта, по литературным данным, т. пл. 85° [6]).

ԱԿԻԼԳԼԻՑԻԴԻԼՄԱԼՈՆԱԹՔՎԻ ԴԻԷԹԻԼԵՍԹԵՐՆԵՐԻ  
ՓՈՆԱԶԴԵՑՈՒԹՅՈՒՆԸ ՖՏԱԼԻՄԻԴԻ ՀԵՏ

Է. Գ. ՄԵՍՐՈՊՅԱՆ, Գ. Ռ. ՀԱՄԲԱՐՉՈՒՄՅԱՆ և Մ. Տ. ԴԱՆԴՅԱՆ

Ցույց է տրվել, որ էկվիմոլեկուլյար հարաբերությամբ ալկիլգլիցիդիլմալոնատների դիէթիլէսթերների և ֆտալիմիդի փոխազդեցությունից 200° Յ ժամ տաքացնելու պայմաններում ստացվում են 2-ալկիլ-2-էթօքսիկարբոնիլ-4-ֆտալիմիդոմեթիլ-4-բուտանոլիդներ:

CONDENSATION OF DIETHYL ALKYLGLYCIDYLAMALONATES  
WITH PHTHALIMIDE

E. G. MESROPIAN, G. P. AMBARTSOUMIAN and M. T. DANGIAN

Heating for three hours at 200°C a mixture of diethyl alkylglycidyl malonates with equimolecular amounts of phthalimide leads to the formation of 2-alkyl-2-ethoxycarbonyl-H-phthalimidomethyl-4-butanolides.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Э. Г. Месропян, Г. Б. Амбарцумян, Ю. А. Бунятыан, М. Т. Дангян, Арм. хим. ж., 27, 950 (1974)
2. В. Baker, Marie V. Querry, R. Poltkoff, J. Org. Chem., 17, 68 (1952).
3. С. В. Аракелян, М. Т. Дангян, Науч. тр. ЕГУ, ХН, 44, 35 (1954); 60, 17 (1957).
4. Э. Г. Месропян, Э. Т. Карапетян, М. Т. Дангян, Арм. хим. ж., 22, 904 (1969); Э. Г. Месропян, Э. Т. Карапетян, Ю. А. Бунятыан, М. Т. Дангян, Арм. хим. ж., 23, 713 (1970).
5. Л. А. Саакян, Канд. дисс., Ереван, 1969 г.
6. С. В. Аракелян, М. Т. Дангян, М. Г. Залинян, С. Л. Саркисян, Изв. АН Арм. ССР, ХН, 15, 439 (1962); С. В. Аракелян, Ж. Т. Бояджян, М. С. Крамер, М. Т. Дангян, Арм. хим. ж., 19, 810 (1966).
7. Titus, Craig, Golumbic, Migton, Wempeh, Elderfield, J. Org. Chem., 13, 50 (1948).
8. Словарь органических соединений, т. III, ИЛ, М., 1949, стр. 476.