

В имеющихся работах по частичному гидрированию реакция осуществлялась в температурном интервале от -10 до -15° .

С целью повышения выхода целевого продукта нами был испробован широкий температурный интервал и показано, что при -5° получаются самые большие выходы продуктов (67—82% по ГЖХ).

Интересно было изучить влияние α -алкильных, а также δ -арокси(этоксиг)заместителей в γ -валеролактоне на выход продуктов реакции. Установлено, что чем объемистее заместители, тем больше выходы оксисальдегидов.

В ИК спектрах найдена характерная для ОН группы частота колебаний в области $3225\text{---}3462\text{ см}^{-1}$.

Экспериментальная часть

2-Алкил-4-оксипентанали. К раствору 0,078 моля α -алкил- γ -валеролактона в 30 мл сухого тетрагидрофурана (ТГФ) при $-4\text{---}-5^\circ$ и перемешивании быстро прибавлялось 0,0195 моля АГЛ в 40 мл безводного ТГФ. Перемешивание продолжалось 30—40 мин. Приблизительно 2/3 растворителя выпаривалось в вакууме, кашеобразный остаток выливался в смесь 3,7 г серной кислоты и 14 г льда. Органический слой отделялся от водного. Последний 3 раза экстрагировался эфиром. Соединенные эфирные вытяжки промывались насыщенным раствором Na_2SO_4 и высушивались. После отгонки растворителя остаток перегонялся в вакууме (табл.).

Таблица

4-Замещенные 4-оксипентанали

R	R'	Т. кип., °С/мм	Выход, %	n_D^{20}	d_4^{20}	С, %		Н, %		Т. пл., °С ДНФГ, °С (из спирта)
						вычис- лено	найде- но	вычис- лено	найде- но	
C_2H_5	H	117/6	68,9	1,4396	0,9321	64,61	64,25	10,76	10,70	97—980
<i>изо</i> - C_3H_7	H	136—140/10	68,1	1,4460	0,9355	69,76	70,11	11,62	11,59	109—112
$\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2$	H	162—164/5	69,3	1,5168	0,9677	75,00	74,89	8,33	8,24	116—11
C_3H_7	$\text{C}_6\text{H}_5\text{O}$	191—195/3	82,6	1,5064	1,0504	72,70	72,53	9,00	9,14	119—127
<i>изо</i> - C_3H_7	<i>м</i> - $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{O}$	215—217/6	85,2	1,5028	1,0156	80,00	79,68	9,30	8,87	129
C_3H_7	$\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$	142—145/2	69,7	1,4520	0,9653	66,60	67,01	11,1	11,26	—
C_3H_7	$\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$	93—98/2	69,5	1,4400	0,9643	63,7	63,81	10,6	10,21	115

2-Алкил-4,4-оксипарокси(этоксиг)пентанали. Получены по вышеприведенному методу в мольном соотношении 1:0,3.

2-Изоамилпентандиол-1,4. 2 г (0,11 моля) 2-изоамил-4-оксипентаналь в 25 мл сухого эфира прибавлялось к 0,11 г (0,0027 моля) АГЛ в 30 мл сухого эфира. Константы полученного продукта совпали с литературными данными [1].

Этилацеталь 2-изоамил-4-оксипентанала. Получен по [4]. Выход (по ГЖХ) 84,85%, т. кип. 141—143°/10 мм, n_D^{20} 1,4542, d_4^{20} 0,9286. M_{R_D} 58,32, выч. 58,73. Найдено %: С 72,00; Н 12,00. $C_{12}H_{24}O_3$. Вычислено %: С 71,88; Н 12,29.

ЛИТЕРАТУРА

1. С. В. Аракелян, С. М. Акопян, М. Т. Дангян, Уч. зап. ЕГУ, № I, 1974, стр. 134.
2. G. E. Ath, J. Am. Chem. Soc., 75, 2413 (1953).
3. L. R. Morgan, J. Org. Chem., 27, 343 (1962).
4. Вейсэнд-Хильбергаг, Методы эксперимента в органической химии. Изд. «Химия», 1969, стр. 355.