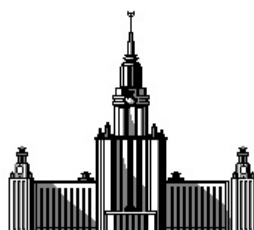


Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Химический факультет

Кафедра органической химии
Лаборатория супрамолекулярной химии и нанотехнологии органических
материалов



Отчет.

Научный руководитель:
к.х.н., доц. Нуриев В.Н.

Москва
2016

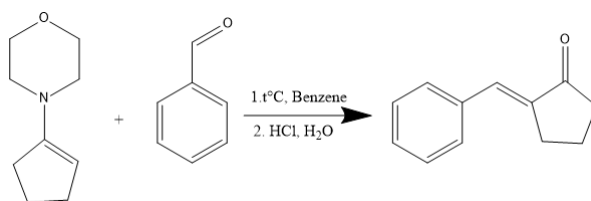
Содержание

1 Синтез 2-бензолиденциклопентанона.	1
2 Синтез 2-бензолиден-5-(4-метоксибензолиден)циклопентанона.	1
3 Синтез 2-бензолиден-5-(пиридин-3-илметилен)циклопентанона.	2
4 Синтез бензол-1,4-диил-диметилидендициклопентанона.	2

Аннотация

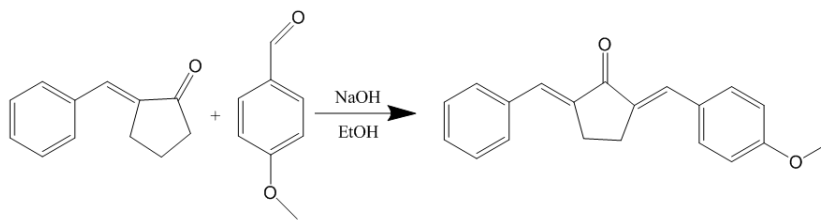
Abstract.

1 Синтез 2-бензолиденциклопентанона.



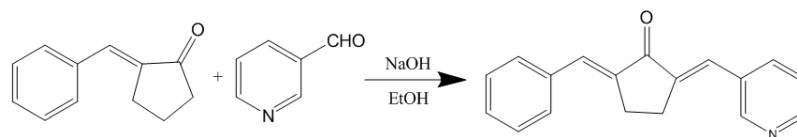
11.45г (74.84 ммоль) N-циклопентанилморфолина, 6.61г (62.36 ммоль) свежеперегнанного бензальдегида и 60 мл бензола помещают в круглодонную колбу и нагревают с насадкой Дина-Старка в течение 20 часов. За ходом реакции следят при помощи ТСХ (элюент – петролейный эфир : этилацетат, 4 : 1). Затем раствор охлаждают до комнатной температуры и при перемешивании добавляют 43.5 мл 6М HCl. После перемешивания в течение 2 часов органический слой отделяют и промывают водой до нейтрального pH, оставляют сушиться над Na₂SO₄ на ночь. Затем смесь фильтруют и отгоняют бензол на ротаторном растворителе. Остаток охлаждают и кристаллизуют. Очистку производят перекристаллизацией из смеси этанол - циклогексан.

2 Синтез 2-бензолиден-5-(4-метоксибензолиден)циклопентанона.



172 мг моноенона, 136 мг анисового альдегида, 230 мкл 2N NaOH и 1.5мл EtOH помещают в круглодонную колбу и перемешивают в течение часа. Реакция протекает при комнатной температуре, за ходом реакции следят при помощи ТСХ. Реакция сопровождается выпадением грязно-желтого осадка диенона. После окончания реакции реакционную смесь переносят на фильтр со стеклянным фильтрующим дном, осадок промывают небольшими количествами воды, сушат в пистолете Фишера. Выход: 40.69% (от теории). $T = 165 - 166^\circ$. Спектр ¹H-NMR (CDCl₃): 3.12 (4H, m, cpp), 3.87 (3H, s, Me), 6.99 (2H, d, δ-H), 7.37 (1H, m, benz.), 7.45 (2H, m, benz. + vinyl), 7.60 (6H, m, benz. + vinyl).

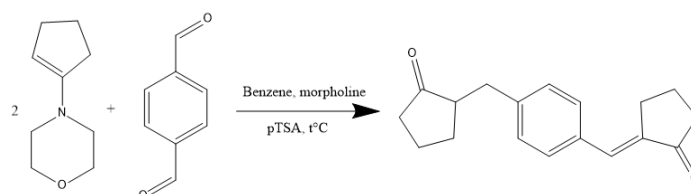
3 Синтез 2-бензолиден-5-(пиридин-3-илметилен)циклопентанона.



172 мг моноенона, 107 мг 3-пиридинкарбальдегида, 330 мкл 2N NaOH и 1.5 мл EtOH помещают в круглодонную колбу и перемешивают в течение часа. Реакция протекает при комнатной температуре, за ходом реакции следят при помощи ТСХ. Реакция сопровождается выпадением оранжево-желтого осадка диенона. После окончания реакции реакционную смесь переносят на фильтр со стекляннным фильтрующим дном, осадок промывают небольшими количествами воды, сушат в пистолете Фишера. Выход: 44.83% (от теории). $T = 187 - 188^\circ$.

Спектр $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ 3.15 (4H, s, crr), 7.42 (4H, m, benz., pyr.), 7.56 (1H, s, vinyl), 7.65 (3H, m, benz.), 7.91 (1H, d, $J = 8.1$ Гц, vinyl), 8.61 (1H, d, $J = 4.5$ Гц, δ -pyr.), 8.86 (1H, s, β -pyr.)

4 Синтез бензол-1,4-диил-диметилидендициклопентанона.



К раствору 50 ммоль 1-морфолиноциклопентена в 50 мл бензола добавляют 2-3 капли морфолина и 50 мг п-толуолсульфокислоты. Смесь кипятят с насадкой Дина-Старка до прекращения выделения воды (30-60 минут). Затем к смеси добавляют 25 ммоль терефталевого альдегида, интенсивно перемешивают и кипятят с азеотропной отгонкой воды 12-14 часов, в результате чего получается черная смолообразная смесь. После охлаждения к смеси прибавляют 20 мл конц. HCl и перемешивают при 20° в течение 3 часов. Продукт экстрагируют CH_2Cl_2 , объединенные вытяжки сушат над Na_2SO_4 и упаривают в роторном испарителе. Затем готовят смесь остатка с минимальным количеством силикагеля (до получения пересыпчатого порошка) и проводят флэш-хроматографию с элюентом EtOAc - C_6H_{14} (с плавным возрастанием полярности от 1:5 до 3:1). Получают 34.89% целевого диенона.

$T = 181 - 184^\circ$.

Спектр $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3): δ 2.04 (4H, m, $2 \times \text{C4-H}_2$), 2.40 (4H, t, $J = 7.9$ Гц, $2 \times \text{C5-H}_2$), 2.96-3.00 (4H, m, $2 \times \text{C3-H}_2$), 7.35 (2H, t, $J = 2.57$ Гц, винильные H), 7.56 (4H, s, арильные H).