



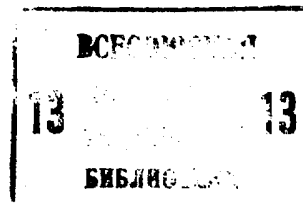
СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1167184 A

(51)4 C 07 D 345/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

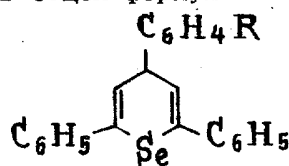
**ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ**  
**К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ**



- (21) 3636934/23-04
- (22) 29.06.83
- (46) 15.07.85. Бюл. № 26
- (72) В.Г.Харченко и Б.И.Древко
- (71) Научно-исследовательский институт химии Саратовского ордена Трудового Красного Знамени государственного университета им. Н.Г.Чернышевского
- (53) 547.661.719.3.07(088.8)
- (56) Degani L., Vincengi C., Boll Sci Fac. Chem. Bologna. 1967, 25, p. 51-60.

Харченко В.Г., Древко Б.И. Реакции дикетонов с селеноводородом. - ЖОХ, 1982, № 18, № 12, с. 2595.

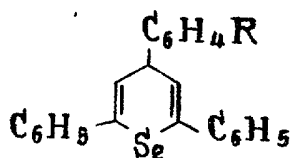
(54) (57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 4-Н-СЕЛЕНОПИРАНОВ общей формулы



где R - H или OCH<sub>3</sub>-группа, путем взаимодействия раствора 1,3,5-трифенил- или 1,5-дифенил-3-(4-метоксифенил)-пентадиона-1,5 с селеноводородом в присутствии раствора хлористого водорода, в среде органического растворителя, в атмосфере инертного газа, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода и расширения ассортимента целевых продуктов, хлористый водород используют в виде 3-5 н. раствора в метаноле, в качестве органического растворителя используют хлороформ и процесс ведут при 10-25°C.

(19) SU (11) 1167184 A

Изобретение относится к улучшенному способу получения 4-Н-селенопиранов общей формулы



где R=H или OCH<sub>3</sub> группа, представляющие интерес в качестве полупродуктов при синтезе лекарственных веществ, красителей и средств защиты растений, компонентов при создании фотогальванических элементов.

Целью изобретения является увеличение выхода и расширение ассортимента целевых продуктов путем увеличения растворимости реагентов.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

**Пример 1.** 2,4,6-трифенил-4-Н-селенопиран.

50 мл 5 н. раствора HCl в абсолютном метаноле в атмосфере аргона насыщают селеноводородом и в течение 1 ч прикапывают раствор 3,28 г (0,01 моль) 1,3,5-трифенил-пентадиона-1,5 в 5 мл сухого хлороформа, после чего, не прекращая тока селеноводорода, перемешивают еще 5 ч, поддерживая температуру реакционной смеси 15-17°C. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают абсолютным метанолом 2-5 мл, сушат, растворяют в эфире и пропускают через колонку с Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3·10 см) элюент - эфир для удаления элементарного селена, получают 3,32 г (89,1%) 4-Н-селенопирана. Маточный раствор разбавляют эфиром и тщательно промывают водой, сушат, эфир упаривают, выделившееся масло делят на колонке с Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> элюент - гексан:эфир - 4:1. Общий выход 3,47 г (93%). Т.пл. 107-109°C.

Вычислено, %: С 74,0; Н 4,9.

C<sub>23</sub>H<sub>18</sub>Se

Найдено, %: С 74,2; Н 4,8.

ИМР-спектр CCl<sub>4</sub>(C<sub>6</sub>D<sub>6</sub>) м.д. 6.11 (д, 2H); 4,19 (т, 1H) 7,05-7,52 (м, 15H).

**Пример 2.** 2,4,6-трифенил-4-Н-селенопиран.

Проводят аналогично примеру 1, используя 3,2 н. раствор HCl в мета-

ноле. Выход 87%, т. пл. 107-109°C, проба смешения с достоверным образцом депрессии т. пл. не дала.

**Пример 3.** 2,4,6-трифенил-4-Н-селенопиран.

Синтез проводят аналогично примеру 1, используя 3,8 н. раствор HCl в метаноле и увеличивая время реакции до 8 ч. Выход 88%. Т.пл. 107,5-109°C, проба смешения с достоверным образцом депрессии т. пл. не дала.

**Пример 4.** 2,4,6-трифенил-4-Н-селенопиран.

Синтез проводят аналогично примеру 1, используя 2,2 н. раствор HCl в метаноле. Получают после обработки маслянистый продукт. После предварительной очистки выход целевого продукта составляет 50%. Выход хроматографически чистого селенопирана 16%. Т.пл. 107-109°C, проба смешения с достоверным образцом депрессии т. пл. не дала.

**Пример 5.** 2,4,6-трифенил-4-Н-селенопиран.

Синтез проводят аналогично примеру 1, используя 6 н. раствор HCl в метаноле. Выход 85%. Усиленный ток H<sub>2</sub>Se ввиду легкости разложения последнего необходим для проведения реакции. Т. пл. 106-108°C, проба смешения с достоверным образцом депрессии т. пл. не дала.

**Пример 6.** 2,6-дифенил-4-(п-метоксифенил)-4-Н-селенопиран.

40 мл 5 н. раствора HCl в абсолютном метаноле в атмосфере аргона насыщают селеноводородом и в течение 30 мин прикапывают раствор 2,87 г (0,008 моль) 1,5-дифенил-3-(п-метоксифенил)-пентадиона-1,5 в 6 мл сухого хлороформа, после чего, не прекращая тока селеноводорода, размешивают еще 6 ч, поддерживая температуру реакционной смеси 15-17°C. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают метанолом, сушат, растворяют в эфире и пропускают через колонку с Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> размером 3·10 см (элюент - эфир). Получают 2,59 г (80%) целевого продукта. Маточный раствор разбавляют эфиром и тщательно промывают дистиллированной водой, сушат, эфир упаривают, выделившееся масло делят на колонке с Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (элюент - гексан:эфир - 4:1), общий выход 2,78 г (86%). Т. пл. 104-105°C.

Вычислено, %: С 71,5; Н 5,0.

$C_{24}H_{20}SeO$

Найдено, %: С 71,7; Н 5,3.

ИМР-спектр  $OC_{14}(C_6D_6)$  м.д. 3,75  
(С; 3Н), 4,16 (Т.1Н), 6,11 (Д, 2Н),  
6,73-6,53 (М 14Н).

Пример 7. Синтез проводят аналогично примеру 1 при 25°C. Выход достигает 71%.

Пример 8. Синтез проводят аналогично примеру 1 при 10°C. Выход достигает 75%.

Редактор М.Недолуженко      Составитель О.Минаева  
Техред М.Кузьма      Корректор М.Самборская

Заказ 4387/26

Тираж 384

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4