

поле 5.3–5.6 м.д. В масс-спектрах аллиловых эфиров **3a-e** присутствуют молекулярные ионы, однако, наибольшую интенсивность имеет осколочный катион с положительным зарядом на кислороде, образовавшийся за счет потери аллильной группы из эфирной части (табл. 2).

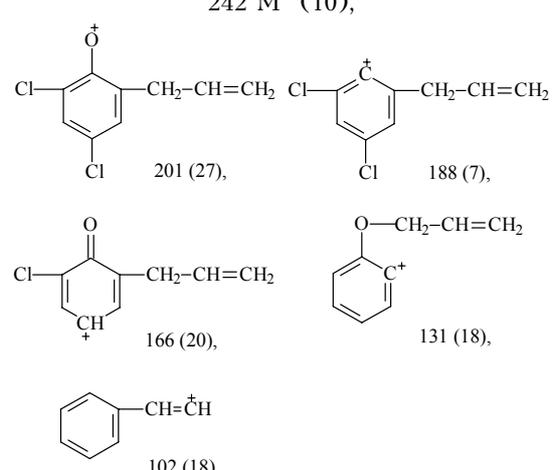
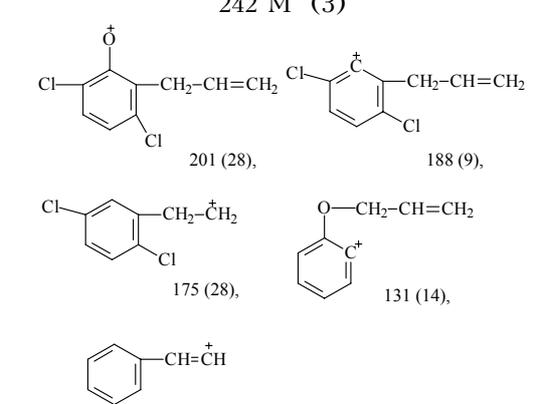
В изученных условиях имеет место практически полная конверсия реагентов **1a-e**. За-

местители в ароматическом кольце исходных фенолов **1a-e** на выход целевых эфиров **3a-e** существенного влияния не оказывают. В то же время при проведении О-алкилирования в условиях межфазного катализа в случае хлорпроизводных **1b, в, e** выход целевых продуктов **3b, в, e** не превышал 50% при конверсии менее 70%.

Таблица 2

Характеристика полученных соединений (3a-e)

Продукты 3a-e	Ткип	ПМР-спектр (CDCl ₃ , δ, м.д.)	Масс-спектр m/e, (I _{отн} , %)
1	2	3	4
3a	90 °C (4 мм)	3.4 – 3.6 (д, 2H, -CH ₂), 4.5 – 4.7 (м, 2H, O-CH ₂ -), 5.1 – 5.2 (м, 2H, =CH ₂), 5.3 – 5.6 (м, 2H, O-CH ₂ -CH=CH ₂), 6.0 – 6.2 (м, 1H, -CH=), 6.8 – 7.3 (м, 4H, Ph)	174 M ⁺ (19)
3в	95–97 °C (8 мм)	2.3 – 2.5 (с, 3H, CH ₃), 3.3 – 3.6 (д, 2H, -CH ₂ -), 4.2 – 4.6 (д, 2H, O-CH ₂), 5.0 – 5.2 (м, 2H, =CH ₂), 5.3 – 5.6 (м, 2H, O-CH ₂ -CH=CH ₂), 5.9 – 6.3 (м, 1H, -CH=), 6.8 – 7.3 (м, 2H, Ph).	188 M ⁺ (14)
3г	135–137 °C (12 мм)	3.3 – 3.5 (д, 2H, -CH ₂ -), 4.5 – 4.6 (м, 2H, O-CH ₂ -), 5.1 – 5.2 (м, 2H, =CH ₂), 5.3 – 5.6 (м, 2H, O-CH ₂ -CH=CH ₂), 5.9 – 6.2 (м, 1H, -CH=), 6.7 – 7.3 (м, 3H, Ph)	208 M ⁺ (16)
3д	119–120 °C (5 мм)	3.4 – 3.6 (д, 2H, -CH ₂ -), 4.4 – 4.7 (с, 2H, O-CH ₂ -), 5.0 – 5.2 (м, 2H, =CH ₂), 5.2 – 5.5 (м, 2H, O-CH ₂ -CH=CH ₂), 5.8 – 6.0 (м, 1H, -CH=), 6.1– 6.3 (м, 1H, O-CH ₂ -CH=), 7.1 – 7.4 (д, 2H, Ph)	242 M ⁺ (10),

1	2	3	4
3д	119–120 °C (5 мм)	3.4 – 3.6 (д, 2H, -CH ₂ -), 4.4 – 4.7 (с, 2H, O-CH ₂ -), 5.0 – 5.2 (м, 2H, =CH ₂), 5.2 – 5.5 (м, 2H, O-CH ₂ - CH=CH ₂) 5.8 – 6.0 (м, 1H, -CH=), 6.1– 6.3 (м, 1H, O-CH ₂ - CH=) 7.1 – 7.4 (д, 2H, Ph)	242 M ⁺ (10),  201 (27), 188 (7), 166 (20), 131 (18), 102 (18)
3е	117–118 °C (4 мм)	3.5 – 3.7 (м, 2H, -CH ₂ -), 4.4 – 4.6 (м, 2H, O-CH ₂ -), 5.0 – 5.2 (м, 2H, =CH ₂), 5.3 – 5.5 (м, 2H, O-CH ₂ - CH=CH ₂), 5.8 – 6.2 (м, 1H, -CH=), 6.9 – 7.3 (м, 2H, Ph)	242 M ⁺ (3),  201 (28), 188 (9), 175 (28), 131 (14), 102 (17)

Полученные и очищенные полинепредельные структуры **3а-е** могут быть с успехом использованы в синтезе карбо- и гетероциклов и для структурирования полимерных материалов и волокон.

Экспериментальная часть

Хроматографический анализ продуктов реакции выполняли на хроматографе «Chrom-5» с пламенно-ионизационным детектором, колонка из нержавеющей стали 1000 × 5мм, в качестве неподвижной жидкой фазы использовали: 1) 5% SE-30 на носителе Chromaton N-AW; 2) СКТФВ-803 на хроматоне N-AW-DMCS, газ-носитель – азот. Спектры ЯМР ¹H регистрировали на спектрометре «Bruker AM-300» (300.3 МГц). Химические сдвиги приведены в шкале δ (м.д.) относительно ТМС как внутреннего стандарта. Расшифровку ЯМР-спектров проводили с помощью программы ACDFull. Хроматомасс-спектрометрический анализ проводили на совмещенном с ЭВМ хроматомасс-спектрометре «HP-5859» с масс-селективным детектором HP-5972A, стеклянной капиллярной колонкой длиной 30 м, 5% фенилметилсиликона на HP-5.

Аллиловые эфиры аллилфенолов (3а-е).

В четырехгорлую колбу, снабженную мешалкой с гидрозатвором, обратным холодильником, капельной воронкой и термометром, загружали 15 моль изопропилового спирта, 1.2 моль NaOH и 1 моль соответствующего фенола. Получение фенолята натрия вели при 40–50 °C и интенсивном перемешивании в течение 1 ч. Затем к полученному раствору в течение 1 ч прикапывали 3 моль хлористого аллила при температуре 50–55 °C при постоянном перемешивании. Реакцию вели 10–12 ч.

При окончании реакции реакционную массу охлаждали до 20–25 °C и отфильтровывали образующийся хлорид натрия. Из фильтра упаривали избыток хлористого аллила и изопропилового спирта, остаток перегоняли в вакууме (табл. 2).

Литература

1. Тарбел Д. С. Перегруппировка Кляйзена // В кн. Органические реакции.— М.: Иностранная литература, 1951.— С. 7.
2. Castro A. M. M. // Chem. Rev.— 2004.— Vol. 104.— P. 2939.
3. Pincock A. L., Pincock J. A., Stfanova R. // J. Am. Chem. Soc.— 2002.— Vol. 124.— P. 9768.