

УДК 547.786 + 544.25

В. С. БЕЗБОРОДОВ, Н. Н. КОВГАНКО, В. И. ЛАПАНИК

СИНТЕЗ МЕЗОМОРФНЫХ СОЕДИНЕНИЙ,
СОДЕРЖАЩИХ ДВА 2-ИЗОКСАЗОЛИНОВЫХ ЦИКЛА

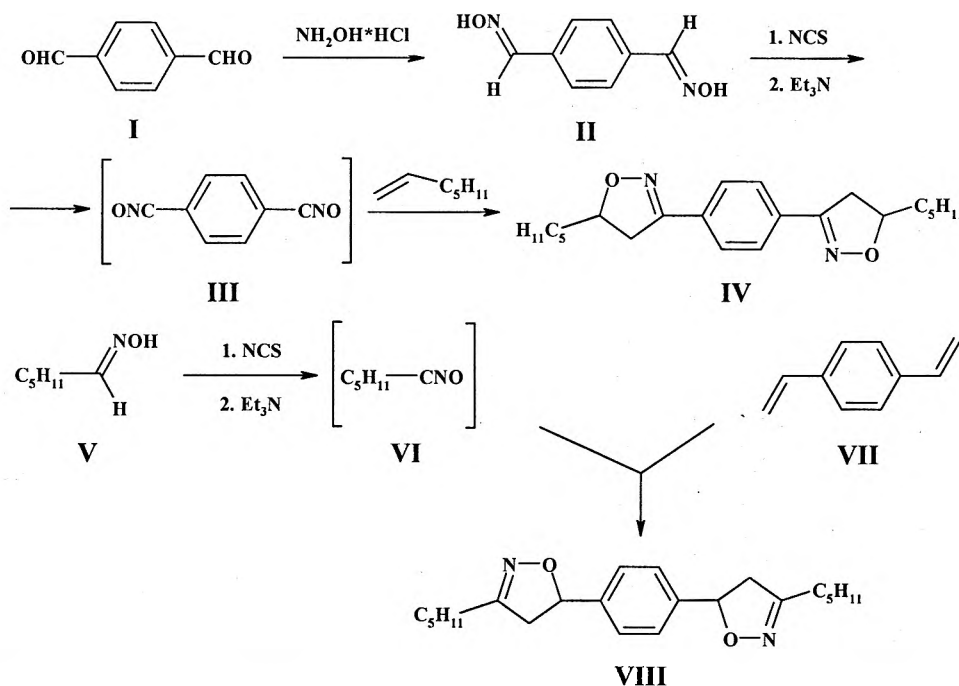
НИИ прикладных физических проблем им. А. Н. Севченко Белгосуниверситета

(Поступила в редакцию 29.10.2003)

Ранее нами разработаны методы синтеза соединений, содержащих в своей структуре 2-изоксазолиновый цикл и обладающих мезоморфными свойствами [1–5]. Ключевой стадией при получении данных соединений является реакция 1,3-диполярного циклоприсоединения нитрилоксидов, получаемая из соответствующих хлорангидридов гидроксамовых кислот, к соответствующим терминальным алкенам.

В продолжение данных исследований представляло интерес синтезировать новые мезоморфные соединения, содержащие в молекулах наряду с другими структурными фрагментами два гетероциклических 2-изоксазолиновых кольца, и изучить закономерности изменения температур фазовых переходов этих веществ в зависимости от строения молекул.

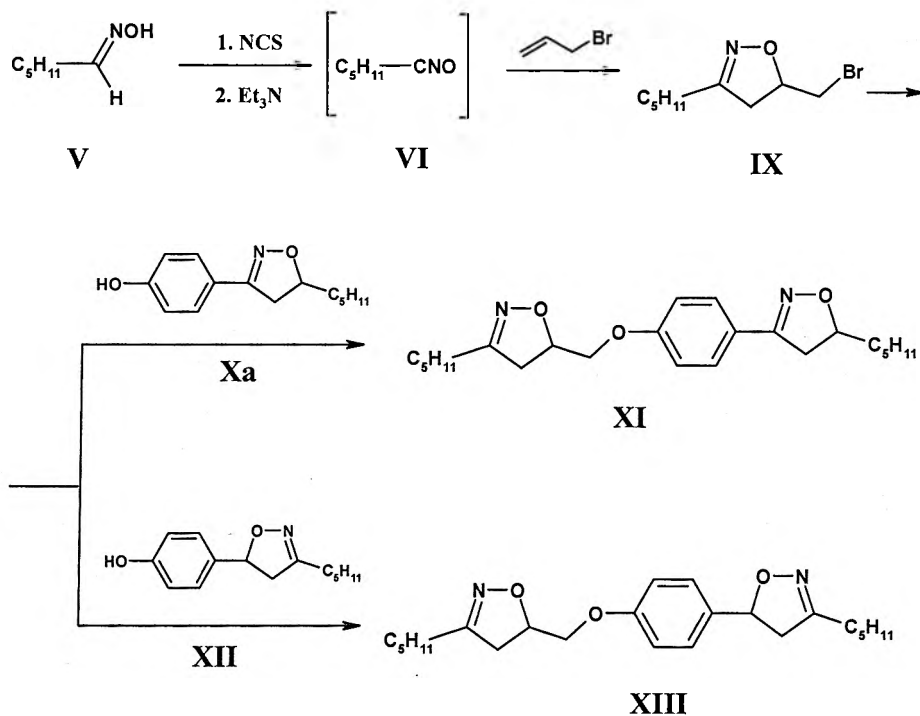
Симметричные бис-изоксазолины **IV** и **VIII** синтезировали по приведенной схеме (см. ниже) взаимодействием бис-нитрилоксида **III** с гепт-1-еном или дивинилбензола **VII** с нитрилоксидом **VI** с выходами 12 и 41% соответственно. Бис-нитрилоксид **III** был получен обработкой диоксима терефталевого альдегида **I** *N*-хлорсукцинимидом и затем дегидрохлорированием дихлорангидрида гидроксамовой кислоты в присутствии триэтиламина. Аналогичные превращения использовали для синтеза нитрилоксида **VI** из оксима гексаналя **V**.



Строение бис-изоксазолинов **IV** и **VIII** подтверждено спектральными данными. Так, в спектре ПМР бис-изоксазолина **IV** имеются характерные сигналы протонов изоксазолинового кольца: два дублета дублета в области δ 2.96 и 3.39 м.д. и мультиплет в области 4.67–4.83 м.д.,

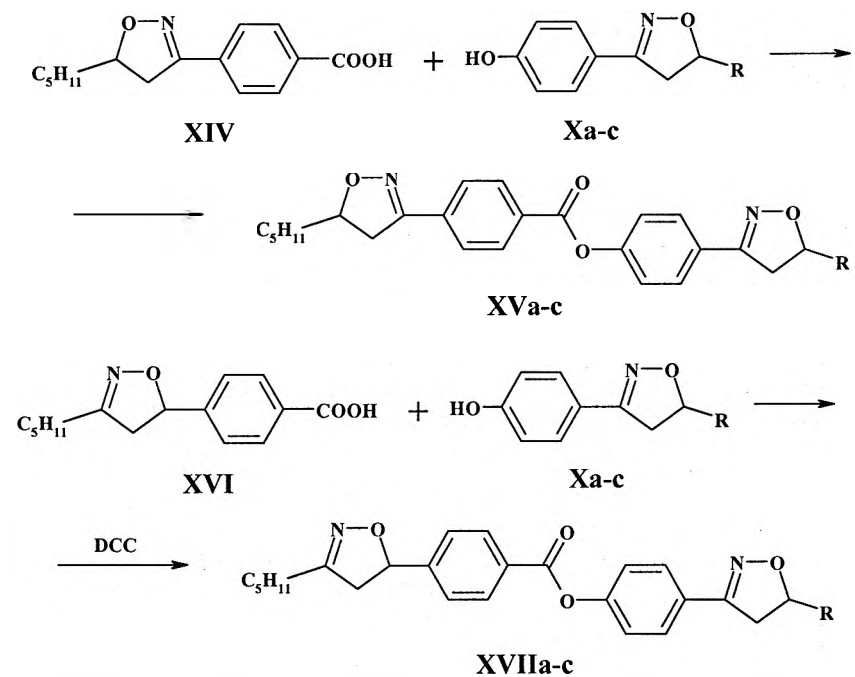
принадлежащие протонам 4-CH₂- и 5-CH соответственно. Присутствующий в спектре синглет с δ 7.69 м.д. соответствует протонам ароматического кольца. Отсутствие расщепления у данного сигнала указывает на симметричное строение полученного вещества. Сигналы ароматических протонов в спектре ПМР бис-изоксазолина VIII наблюдаются в виде синглета в области δ 7.31 м.д.

Нами также был предпринят синтез трехкольчатых соединений XI и XIII с двумя 2-изоксазолиновыми циклами, один из которых присоединен к бензольному циклу через мостиковую CH₂O-группу. Для этого вначале в результате реакции 1,3-диполярного циклоприсоединения пентилнитрилоксида VI к аллилбромиду с выходом 73% синтезировали 2-изоксазолин IX, который далее использовали в качестве реагента для алкилирования фенолов Xa и XII. При этом было установлено, что реакция алкилбромида IX с фенолом Xa в кипящем ацетоне или диметилформамиде при комнатной температуре в течение длительного времени в присутствии карбоната калия не приводит к образованию требуемого продукта, в реакционной смеси остаются лишь исходные соединения. Лучшие результаты были получены при проведении реакции соединения IX с фенолами Xa и XII в кипящем водном метаноле в присутствии гидроксида натрия в течение 48 ч. В данных условиях необходимые трехкольчатые соединения XI и XIII были синтезированы с выходами 9.5 и 4.5% соответственно. Строение указанных веществ подтверждено данными ИК и ПМР спектров. Отсутствие в ИК спектрах колебаний гидроксильной группы, характерной для исходных фенолов, свидетельствует об образовании продуктов — простых эфиров XI и XIII. В спектрах ПМР каждого из данных соединений присутствуют сигналы протонов двух разных 2-изоксазолиновых циклов, а также сигналы алкильных и ароматических протонов. Следует отметить, что в спектре ПМР исходного бромида IX сигнал CH₂-группы, gemинальной к атому брома, наблюдается в виде двух дублетов дублета, что свидетельствует о неэквивалентности двух ее протонов. Данный факт можно объяснить образованием закрепленной конформации, исключающей свободное вращение этой группы в соединении IX. Отметим также, что в спектрах ПМР простых эфиров XI и XIII сигнал данной CH₂-группы также присутствует в виде двух дублетов дублета.



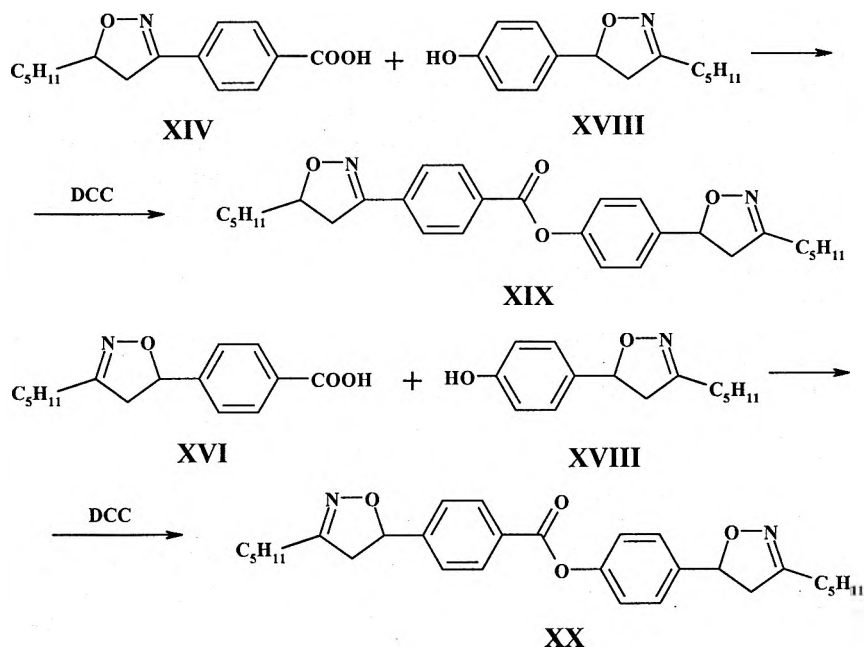
Для синтеза четырехкольчатых соединений с двумя изоксазолиновыми циклами нами была использована реакция этерификации полученных ранее карбоновых кислот XIV [2] и XVI [1] с фенолами Xa-c [3, 4] и XVIII [5] в присутствии *N, N'*-дихлоргексилкарбодиимида и 4-*N, N*-диметиламинопиридина. В результате были синтезированы соответствующие сложные эфиры XVa-c с выходами 33—50%. Аналогичное взаимодействие карбоновой кислоты XVI с теми же фенолами позволило получить сложные эфиры XVIIa-c с выходами 59, 77.5 и 42% соот-

енно; реакция карбоновой кислоты **XIV** с фенолом **XVIII** привела к образованию *бис*-2-изолина **XIX** с выходом 62%. Этот же фенол был использован нами для этерификации **XVI**. При этом с выходом 39.5% был получен *бис*-2-изоксазолин **XX**.



R = C₅H₁₁ (**Xa**, **XVa**, **XVIIa**), CN (**Xb**, **XVb**, **XVIIb**), COOOct* (**Xc**, **XVc**, **XVIIc**)

Oct* = (*S*)-1-метилгептил



Строение полученных сложных эфиров **XVa-c**, **XVIIa-c**, **XIX** и **XX** подтверждено данными ИК и ПМР спектров. В ИК спектрах этих соединений присутствуют характерные полосы колебаний сложноэфирной группировки в областях 1720—1740, 1225—1260 и 1010—1070 см⁻¹. В спектрах ПМР данных веществ в дополнение к сигналам протонов исходных кислот наблюдаются сигналы, отвечающие протонам фенольной части сложных эфиров.

Из экспериментальных данных следует, что синтезированные соединения с двумя 2-изоксазолиновыми циклами характеризуются довольно высокими температурами плавления (см. таблицу). Мезоморфные свойства наблюдаются только у *бис*-изоксазолинов (**XVa-XVc** и **XIX**),

имеющих характерный 3-арил-5-алкил-2-изоксазолиновый фрагмент. При этом диалкильные производные (XVa, XVc, XIX) образуют только смектическую фазу А, а нитрильный аналог (XVb) — нематическую фазу [6].

Температуры фазовых переходов синтезированных соединений

Соединение	Температура плавления, °С	Жидкокристаллическая фаза*	Температура просветления, °С
IV	214	—	—
VIII	100	—	—
XI	126	—	—
XIII	74	—	—
XVa	237	СМА	269
XVb	205	Н	218
XVc	132	СМА	174
XVIIa	193	—	—
XVIIb	151	—	—
XVIIc	103	—	—
XIX	162	СМА	174
XX	113	—	—

* СМА — смектическая фаза А, Н — нематическая фаза.

Отсутствие жидкокристаллических свойств у соединений IV, VIII, XIII, XVIIa-c и XX, по-видимому, обусловлено искажением стержнеобразной формы молекул, которая вызывает ослабление межмолекулярных взаимодействий и нарушает ориентационную упорядоченность молекул друг относительно друга.

Экспериментальная часть. Температуры плавления и фазовых переходов определены на нагревательном столике, соединенном с поляризационным микроскопом. ИК спектры получены в растворе на приборе Specord 75 IR. Спектры ЯМР растворов записаны на ЯМР-спектрометрах Tesla BS-567A (80 МГц), Tesla BS-567 (100 МГц) и Bruker Avance 400 (400 МГц); внутренний стандарт ГМДСО.

Диоксим терефталевого альдегида (II) и оксим гексанала (V) получены по методике [7].

1,4-Бис(5-пентил-2-изоксазолин-3-ил)бензол (IV). К раствору 3.0 г диоксима терефталевого альдегида (II) в 40 мл хлороформа и 60 мл диметилформамида добавили 3 капли пиридина и затем порциями за 2.5 ч 5.4 г *N*-хлорсукцинимид. Реакционную смесь перемешивали дополнительно 1 ч при комнатной температуре, затем охладили до 0 °С, добавили 11.0 мл гептена-1 и затем в течение 2.5 ч раствор 7.2 мл триэтиламина в 100 мл хлороформа. Реакционную смесь перемешивали при комнатной температуре в течение 8 ч, затем обработали разбавленной соляной кислотой (1:5). Органический слой отделили, водный дополнительно экстрагировали хлороформом. Объединенный органический слой промыли дважды насыщенным раствором хлорида натрия, сушили сульфатом натрия. Растворитель удалили при пониженном давлении, остаток кристаллизовали из 2-пропанола. Получили 0.8 г бис-изоксазолина IV. Выход 12.3%. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 3030, 3015 (C-H_{аром.}), 2960, 2935, 2860 (C-H_{алкил.}), 1585 (C = N). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м. д.): 0.90 (6H, т, J 6.5 Гц, CH₃), 1.25–1.89 (16H, м, CH₂-группы), 2.96 (2H, дд, J₁ 8.5 Гц, J₂ 16.5 Гц, 4-CH), 3.39 (2H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 16.5 Гц, 4-CH), 4.67–4.83 (2H, м, 5-CH), 7.69 (4H, с, аром. протоны).

Аналогичным образом синтезированы следующие соединения.

1,4-Бис(3-пентил-2-изоксазолин-5-ил)бензол (VIII). Выход 40.5%. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 3030, 3010 (C-H_{аром.}), 2960, 2930, 2860 (C-H_{алкил.}), 1620 (C = N), 1500 (C = C_{аром.}). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м. д.): 0.89 (6H, т, J 7.0 Гц, CH₃), 1.25–1.38 (8H, м, CH₂-группы), 1.57 (4H, квинтет, J 7.0 Гц, CH₂-группы), 2.35 (4H, т, J 7.5 Гц, CH₂-группы), 2.85 (2H, дд, J₁ 8.0 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.35 (2H, дд, J₁ 11.0 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 5.51 (2H, дд, J₁ 8.0 Гц, J₂ 11.0 Гц, 5-CH), 7.31 (4H, с, аром. протоны).

5-Бромметил-3-пентил-2-изоксазолин (IX). Выход 73.2%. Т. кип. 135–136 °С/2 мм. рт. ст. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 2960, 2925, 2860 (C-H_{алкил.}), 1620 (C = N). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м. д.): 0.90 (3H, т, J 6.5 Гц, CH₃), 1.23–1.37 (4H, м, CH₂), 1.56 (2H, квинтет, J 7.5 Гц, CH₂), 2.35 (2H, т, J 7.5 Гц, CH₂), 2.88 (1H, дд, J₁ 6.5 Гц, J₂ 17.5 Гц, 4-CH), 3.12 (1H, дд, J₁ 10.0 Гц, J₂ 17.5 Гц, 4-CH), 3.33 (1H, дд, J₁ 8.0 Гц, J₂ 10.5 Гц, CHBr), 3.48 (1H, дд, J₁ 4.5 Гц, J₂ 10.5 Гц, CHBr), 4.71–4.87 (1H, м, 5-CH).

(3-Пентил-2-изоксазолин-5-ил)метил-4-(5-пентил-2-изоксазолин-3-ил)фениловый эфир (XI).

Смесь 0.3 г фенола **Ha**, 0.3 г алкилбромиды **IX** и 0.2 г гидроксида натрия кипятили в 12 мл 15%-ного метанола в течение 48 ч. Продукт реакции экстрагировали дважды эфиром. Объемный эфирный слой последовательно промыли 10%-ным раствором гидроксида натрия и дважды насыщенным раствором хлорида натрия. Растворитель удалили при пониженном давлении, остаток кристаллизовали из 2-пропанола. Получили 0.047 г бис-изоксазолина **XI**. Выход 9.5%. ИК спектр (CHCl_3 , cm^{-1}): 3025, 3005 ($\text{C-H}_{\text{аром.}}$), 2955, 2930, 2830 ($\text{C-H}_{\text{алкил.}}$), 1600, 1510 ($\text{C} = \text{C}_{\text{аром.}}$), 1245, 1040 (C-O). Спектр ПМР (CDCl_3 , δ , м. д.): 0.86 (6H, т, J 6.5 Гц, CH_3 -группы), 1.15—1.82 (14H, м, CH_2 -группы), 2.32 (2H, т, J 7.5 Гц, CH_2 -группа), 2.87 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 2.88 (1H, дд, J_1 6.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4'-CH), 3.06 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4'-CH), 3.30 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 3.94 (1H, дд, J_1 5.5 Гц, J_2 10.0 Гц), 4.04 (1H, дд, J_1 5.0 Гц, J_2 10.0 Гц) (CH_2O), 4.55—4.73 (1H, м, 5-CH), 4.80—4.94 (1H, м, 5'-CH), 6.85 (2H, д, J 9.0 Гц, аром. протоны), 7.54 (2H, д, J 9.0 Гц, аром. протоны).

(3-Пентил-2-изоксазолил-5-ил)метил-4-(3-пентил-2-изоксазолин-5-ил)фениловый эфир (XIII)

получен аналогично. Выход 4.5%. ИК спектр (CHCl_3 , cm^{-1}): 3015, 3005 ($\text{C-H}_{\text{аром.}}$), 2955, 2925, 2855 ($\text{C-H}_{\text{алкил.}}$), 1610, 1505 ($\text{C} = \text{C}_{\text{аром.}}$), 1245 (C-O). Спектр ПМР (CDCl_3 , δ , м. д.): 0.89 (6H, т, J 6.5 Гц, CH_3 -группы), 1.15—1.65 (12H, м, CH_2 -группы), 2.36 (4H, т, J 7.5 Гц, CH_2 -группа), 2.85 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 17.0 Гц, 4-CH), 2.92 (1H, дд, J_1 7.0 Гц, J_2 17.0 Гц, 4'-CH), 3.10 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 17.0 Гц, 4'-CH), 3.30 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 17.0 Гц, 4-CH), 3.93 (1H, дд, J_1 5.5 Гц, J_2 10.0 Гц), 4.05 (1H, дд, J_1 5.0 Гц, J_2 10.0 Гц) (CH_2O), 4.82—4.96 (1H, м, 5'-CH), 5.47 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 10.5 Гц 5-CH), 6.87 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.23 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны).

4-(5-Пентил-2-изоксазолин-3-ил)фениловый эфир 4-(5-пентил-2-изоксазолин-3-ил)бензойной кислоты (XVa).

К смеси 0.100 г кислоты **XIV**, 0.098 г фенола **Ha** и 0.088 г *N, N'*-дициклогексилкарбодиимида в 7 мл метиленхлорида добавили каталитические количества 4-*N, N*-диметиламинопиридина. Реакционную смесь перемешивали в течение 15 ч, затем профильтровали через слой оксида алюминия, осадок дополнительно промыли метиленхлоридом. Растворитель удалили при пониженном давлении, остаток перекристаллизовали из смеси 2-пропанола с метилэтилкетонем. Получили 0.046 г сложного эфира **XVa**. Упариванием и кристаллизацией маточного раствора получили дополнительно 0.015 г бис-изоксазолина **XVa**. Выход 33.4%. ИК спектр (CHCl_3 , cm^{-1}): 3025, 3015 ($\text{C-H}_{\text{аром.}}$), 2960, 2935, 2860 ($\text{C-H}_{\text{алкил.}}$), 1730, 1260, 1075 (COOAr), 1600, 1500 ($\text{C} = \text{C}_{\text{аром.}}$). Спектр ПМР (CDCl_3 , δ , м. д.): 0.91 (6H, т, J 6.5 Гц, CH_3 -группы), 1.27—1.87 (16H, м, CH_2 -группы), 2.97 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4'-CH), 3.01 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 3.41 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4'-CH), 3.44 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 4.67—4.87 (2H, м, 5- и 5'-CH), 7.27 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.75 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.81 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 8.21 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны).

Аналогичным образом получены соединения.

4-(5-Циано-2-изоксазолин-3-ил)фениловый эфир 4-(5-пентил-2-изоксазолин-3-ил)бензойной кислоты (XVb).

Выход 50.3%. ИК спектр (CHCl_3 , cm^{-1}): 3025 ($\text{C-H}_{\text{аром.}}$), 2965, 2930, 2855 ($\text{C-H}_{\text{алкил.}}$), 1725, 1255, 1070 (COOAr), 1600, 1505 ($\text{C} = \text{C}_{\text{аром.}}$). Спектр ПМР (CDCl_3 , δ , м. д.): 0.91 (3H, т, J 6.5 Гц, CH_3), 1.27—1.91 (8H, м, CH_2 -группы), 3.01 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 3.44 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 3.77 (1H, д, J 7.0 Гц, 4'-CH), 3.78 (1H, д, J 10.0 Гц, 4'-CH), 4.73—4.89 (1H, м, 5-CH), 5.40 (1H, дд, J_1 7.0 Гц, J_2 10.0 Гц, 5'-CH), 7.34 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.76 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.81 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 8.21 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны).

1-Метилгептиловый эфир 3-{4-[4-(5-пентил-2-изоксазолин-3-ил)-бензоилокси]фенил}-2-изоксазолин-5-карбоновой кислоты (XVc).

Выход 50.2%. ИК спектр (CHCl_3 , cm^{-1}): 3030, 3010 ($\text{C-H}_{\text{аром.}}$), 2955, 2935, 2855 ($\text{C-H}_{\text{алкил.}}$), 1730, 1255, 1075 (COOAr), 1600, 1505 ($\text{C} = \text{C}_{\text{аром.}}$). Спектр ПМР (CDCl_3 , δ , м. д.): 0.87 (3H, т, J 7.0 Гц, CH_3), 0.91 (3H, т, J 7.0 Гц, CH_3), 1.19—1.92 (18H, м, CH_2 -группы), 1.25 (3H, д, J 6.5 Гц, CH_3), 3.01 (1H, дд, J_1 8.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 3.43 (1H, дд, J_1 10.5 Гц, J_2 16.5 Гц, 4-CH), 3.63 (2H, д, J 9.5 Гц, 4'-CH), 4.71—4.89 (1H, м, 5-CH), 5.01 (1H, секстет, J 6.5 Гц, OCH (алкил)), 5.16 (1H, т, J 9.5 Гц, 5'-CH), 7.29 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.75 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.81 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 8.22 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны).

4-(5-Пентил-2-изоксазолин-3-ил)фениловый эфир 4-(3-пентил-2-изоксазолин-5-ил)бензойной кислоты (XVIIa).

Выход 59.2%. ИК спектр (CHCl_3 , cm^{-1}): 3025, 3010 ($\text{C-H}_{\text{аром.}}$), 2955, 2925, 2855 ($\text{C-H}_{\text{алкил.}}$), 1730, 1265, 1075 (COOAr), 1600, 1505 ($\text{C} = \text{C}_{\text{аром.}}$). Спектр ПМР (CDCl_3 , δ , м.д.): 0.89 (3H, т, J 6.5 Гц, CH_3), 0.91 (3H, т, J 6.5 Гц, CH_3), 1.27—1.85 (14H, м, CH_2 -группы),

2.39 (2H, т, J 7.5 Гц, CH₂-группа), 2.89 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 2.97 (1H, дд, J₁ 8.5 Гц, J₂ 16.5 Гц, 4'-CH), 3.43 (1H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.45 (1H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 16.5 Гц, 4'-CH), 4.67—4.83 (1H, м, 5'-CH), 5.64 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 10.5 Гц, 5-CH), 7.25 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.48 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.73 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 8.19 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны).

4-(5-Циано-2-изоксазолин-3-ил)фениловый эфир 4-(3-пентил-2-изоксазолин-5-ил)бензойной кислоты (XVIIb). Выход 77.5%. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 2950, 2925, 2850 (C-H_{алкил}), 1735, 1260, 1075 (COOAr), 1600, 1505 (C = C_{аром}). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м. д.): 0.89 (3H, т, J 6.5 Гц, CH₃), 1.25—1.37 (4H, м, CH₂-группы), 1.51—1.63 (2H, квинтет, J 7.5 Гц, CH₂-группа), 2.38 (2H, т, J 7.5 Гц, CH₂-группа), 2.89 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.46 (1H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.77 (1H, д, J 7.5 Гц, 4'-CH), 3.78 (1H, д, J 10.0 Гц, 4'-CH), 5.41 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 10.0 Гц, 5'-CH), 5.65 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 10.5 Гц, 5-CH), 7.31 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.49 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.74 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 8.17 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны).

1-Метилгептиловый эфир 3-{4-[4-(3-пентил-2-изоксазолин-5-ил)бензоилокси]фенил}-2-изоксазолин-5-карбоновой кислоты (XVIIc). Выход 41.8%. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 3030, 3010 (C-H_{аром}), 2955, 2930, 2860 (C-H_{алкил}), 1730, 1255, 1070 (COOAr), 1600, 1505 (C = C_{аром}). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м. д.): 0.85 (3H, т, J 6.5 Гц, CH₃), 0.89 (3H, т, J 6.5 Гц, CH₃), 1.19—1.39 (12H, м, CH₂-группы), 1.27 (3H, д, J 6.5 Гц, CH₃), 1.49—1.67 (4H, м, CH₂-группы), 2.39 (2H, т, J 7.5 Гц, CH₂), 2.89 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.45 (1H, дд, J₁ 11.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.63 (2H, д, J 9.5 Гц, 4'-CH₂), 5.01 (1H, секстет, J 6.5 Гц, OCH (алкил)), 5.17 (1H, т, J 9.5 Гц, 5'-CH), 5.63 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 11.5 Гц, 5-CH), 7.29 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.49 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 7.76 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны), 8.19 (2H, д, J 8.5 Гц, аром. протоны).

4-(3-Пентил-2-изоксазолин-5-ил)фениловый эфир 4-(5-пентил-2-изоксазолин-3-ил)бензойной кислоты (XIX). Выход 62.4%. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 3015 (C-H_{аром}), 2955, 2925, 2855 (C-H_{алкил}), 1730, 1260, 1075 (COOAr), 1595, 1505 (C = C_{аром}). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м.д.): 0.90 (3H, т, J 7.0 Гц, CH₃), 0.91 (3H, т, J 7.0 Гц, CH₃), 1.15—1.91 (14H, м, CH₂-группы), 2.39 (2H, т, J 7.5 Гц, CH₂-группа), 2.91 (1H, дд, J₁ 8.0 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4'-CH), 3.00 (1H, дд, J₁ 8.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 3.38 (1H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4'-CH), 3.43 (1H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 4.72—4.88 (1H, м, 5-CH), 7.21 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.40 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.79 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 8.21 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны).

4-(3-Пентил-4,5-дигидроизоксазол-5-ил)фениловый эфир 4-(3-пентил-2-изоксазолин-5-ил)бензойной кислоты (XX). Выход 39.5%. ИК спектр (CHCl₃, см⁻¹): 3010 (C-H_{аром}), 2955, 2930, 2860 (C-H_{алкил}), 1730, 1265, 1075 (COOAr), 1610, 1500 (C = C_{аром}). Спектр ПМР (CDCl₃, δ, м.д.): 0.90 (6H, т, J 7.0 Гц, CH₃-группы), 1.25—1.37 (8H, м, CH₂-группы), 1.51—1.67 (4H, м, CH₂-группы), 2.39 (4H, т, J 7.5 Гц, CH₂-группы), 2.87 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 2.93 (1H, дд, J₁ 8.0 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4'-CH), 3.37 (1H, дд, J₁ 10.5 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4'-CH), 3.45 (1H, дд, J₁ 11.0 Гц, J₂ 17.0 Гц, 4-CH), 5.57 (1H, дд, J₁ 8.0 Гц, J₂ 10.5 Гц, 5'-CH), 5.63 (1H, дд, J₁ 7.5 Гц, J₂ 11.0 Гц, 5-CH), 7.19 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.39 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 7.47 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны), 8.18 (2H, д, J 8.8 Гц, аром. протоны).

Литература

1. Минько А. А., Безбородов В. С., Ковганко Н. Н., Лапаник В. И. // Вестн. БГУ. Сер. 1. 2002. № 3. С. 44—50.
2. Безбородов В. С., Ковганко Н. Н., Лапаник В. И. // Вестн. НАН Беларуси. Сер. хим. наук. 2003. № 1. С. 48—52.
3. Безбородов В. С., Ковганко Н. Н., Лапаник В. И. // Вестн. БГУ. Сер. 2. 2003. № 2. С. 3—7.
4. Безбородов В. С., Ковганко Н. Н., Лапаник В. И. // Вестн. НАН Беларуси. Сер. хим. наук. 2003. № 3. С. 76—79.
5. Безбородов В. С., Ковганко Н. Н., Лапаник В. И. // Вестн. НАН Беларуси. Сер. хим. наук. 2004. № 4. С. 68—71.
6. Handbook of Liquid Crystals. Vol. 1—3. Eds. Demus D., Goodby J. W., Gray G. W., Spiess H.-W., Vill V. Wiley-VCH, Weinheim, 1998.
7. Holland H. L., Kumaresan S., Tan L., Njar V. C. O. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1. 1992. N 5. P. 585—587.

BEZBORODOV V. S., KAUHANKA M. M., LAPANIK V. I.

SYNTHESIS OF NOVEL MESOMORPHIC COMPOUNDS CONTAINING TWO 2-ISOXAZOLINE RINGS

Summary

The synthesis of new 2-isoxazoline derivatives with two isoxazoline rings has been described. Among those, four substances possess liquid crystal properties. The mesomorphic characteristics of these compounds are given.