

ВЕСЦІ

НАЦЫЯНАЛЬНАЯ АКАДЭМІЯ НАВУК БЕЛАРУСІ

СЕРЫЯ ХІМІЧНЫХ НАВУК 2015 № 2

ИЗВЕСТИЯ

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ

СЕРИЯ ХИМИЧЕСКИХ НАУК 2015 № 2

ЗАСНАВАЛЬНІК – НАЦЫЯНАЛЬНАЯ АКАДЭМІЯ НАВУК БЕЛАРУСІ

Часопіс выдаецца са студзеня 1965 г.

Выходзіць чатыры разы ў год

ЗМЕСТ

НЕАРГАНІЧНАЯ ХІМІЯ

- Клындюк А. И., Мацукевич И. В. Синтез, структура и свойства твердых растворов на основе слоистого кобальтита кальция..... 5
- Гайдук Ю. С., Ломоносов В. А., Савицкий А. А. Физико-химические свойства композиции $WO_3-Co_3O_4$, полученной золь-гель методом..... 9

КАЛОЇДНАЯ ХІМІЯ

- Бусел Д. А., Кошевар В. Д., Шкадрцова В. Г., Кажуро И. П. Стабилизация водной дисперсии оксидного олигомера микрочастицами различной химической природы и морфологии 14

АНАЛІТЫЧНАЯ ХІМІЯ

- Рахманько Е. М., Матвейчук Ю. В., Ясинецкий В. В., Станишевский Л. С. Влияние нейтрального переносчика на функционирование оксалат- и сульфат-селективных электродов 19
- Лещев С. М., Онищук А. В., Антончик В. В., Окаев Е. Б. Экстракция полиароматических углеводов метанольными растворами органических солей 25

ФІЗІЧНАЯ ХІМІЯ

- Кравченко Е. С., Махнач Л. В., Бассат Ж.-М., Усенко А. Е., Паньков В. В. Синтез перовскитоподобных оксидов в системе Sr–Ni–Ta–O 30

АРГАНІЧНАЯ ХІМІЯ

- Хлебус М. В., Рубинов Д. Б., Лахвич Ф. А. Реакция фталимидсодержащих 2-ацилциклогексан-1,3-дионов с бифункциональными нуклеофилами 33

| | |
|--|----|
| Ковганко В. Н., Ковганко Н. Н., Симоненко Л. И., Слабко И. Н. Замещенные 3-арил-3-кетоксиэфиры в синтезе микобактерицидов | 39 |
| Дегтярик М. М., Войтехович С. В., Григорьев Ю. В., Матулис Вадим Э., Кокозей В. Н., Ивашкевич О. А., Лесникович А. И. Синтез и строение тетразолсодержащих оснований Шиффа | 43 |
| Михаленок С. Г., Островерхов В. В., Безбородов В. С. Синтез 3,6-дизамещенных циклогексенонов и мезоморфные свойства их ароматических производных | 49 |
| Клецков А. В., Бумагин Н. А., Петкевич С. К., Зверева Т. Д., Жуковская Н. А., Курман П. В., Поткин В. И. Замещенные N-[изоксазол(изотиазол)-3-ил(метил)ен]метил]ариламины: синтез, комплексы с палладием и их каталитическая активность в водных средах | 54 |
| Ковганко Н. В., Ананич С. К., Чернов Ю. Г., Кашкан Ж. Н., Баханович Л. В. Синтез и инсектицидная активность новых 1,2-диацил-1-алкилгидразинов, содержащих фрагменты метил- и метоксибензойных кислот | 63 |

БІЯАРГАНІЧНАЯ ХІМІЯ

| | |
|--|----|
| Василькевич А. И., Плющевская П. А., Биричевская Л. Л., Лузина Е. Б., Кисель М. А., Зинченко А. И. ³¹ P-ЯМР-спектроскопический контроль получения фосфолипидов при катализе фосфолипазой D | 68 |
| Абакшонок А. В., Еремин А. Н., Синютин Ю. В., Игнатович Ж. В. Ассоциация амидов 2-ариламинопиридина и фолиевой кислоты с наноккомпозитами на основе сульфида цинка и магнетита | 72 |

ХІМІЯ ВЫСОКАМАЛЕКУЛЯРНЫХ ЗЛУЧЭННЯЎ

| | |
|---|----|
| Филиппович С. Д., Шункевич А. А., Грачек В. И. Синтез и свойства нового волокнистого анионита на основе нитрона и N, N-диметилдипропилентриамина | 82 |
|---|----|

ГЕАХІМІЯ

| | |
|--|----|
| Соколик Г. А., Овсянникова С. В., Иванова Т. Г., Попеня М. В., Войникова Е. В. Характеристики дерново-подзолистых почв после внесения биоугля | 87 |
|--|----|

ТЭХНІЧНАЯ ХІМІЯ І ХІМІЧНАЯ ТЭХНАЛОГІЯ

| | |
|--|-----|
| Белоус Н. Х., Родцевич С. П., Опанасенко О. Н., Крутько Н. П., Лукша О. В., Жигалова О. Л., Смычник А. Д. Влияние модифицированных парафиновых эмульсий на свойства портландцементных бетонов | 95 |
| Гордейко С. А., Черная Н. В. Проклейка макулатурной массы димерами алкилкетенов в присутствии стирол-акрилатной дисперсии и катионного полиэлектролита | 101 |

АГЛЯДЫ

| | |
|--|-----|
| Соколов Ю. А. Пептидные элиситоры | 105 |
|--|-----|

ВУЧОНЫЯ БЕЛАРУСІ

| | |
|--|-----|
| Федор Адамович Лахвич (К 70-летию со дня рождения) | 116 |
| Владимир Федорович Логинов (К 75-летию со дня рождения) | 121 |

ИЗВЕСТИЯ НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ 2015 № 2

Серия химических наук

на русском, белорусском и английском языках

Журнал зарегистрирован в Министерстве информации Республики Беларусь,
свидетельство о регистрации № 390 от 18.05.2009

Тэхнічны рэдактар В. А. Тоўстая
Камп'ютарная вёрстка Л. І. Кудзёрка

Здадзена ў набор 31.03.2015. Падапісана ў друк 04.05.2015. Выхад у свет 25.05.2015. Фармат 60×84¹/₈.
Папера афсетная. Друк лічбавы. Ум. друк. арк. 14,88. Ул.-выд. арк. 16,4. Тыраж 74 экз. Заказ 69.
Кошт нумару: індывідуальная падпіска – 70 150 руб., ведамасная падпіска – 169 991 руб.

Выдавец і паліграфічнае выкананне:

Рэспубліканскае ўнітарнае прадпрыемства «Выдавецкі дом «Беларуская навука». Пасведчанне аб дзяржаўнай
рэгістрацыі выдаўца, вытворцы, распаўсюджвальніка друкаваных выданняў № 1/18 ад 02.08.2013.
ЛП № 02330/455 ад 30.12.2013. Вул. Ф. Скарыны, 40, 220141, Мінск.

© Выдавецкі дом «Беларуская навука».
Весці НАН Беларусі. Серыя хімічных навук, 2015

УДК 547.539.1,615.012.1

В. Н. КОВГАНКО¹, Н. Н. КОВГАНКО², Л. И. СИМОНЕНКО², И. Н. СЛАБКО²

ЗАМЕЩЕННЫЕ 3-АРИЛ-3-КЕТОЭФИРЫ В СИНТЕЗЕ МИКОБАКТЕРИЦИДОВ

¹Белорусский государственный технологический университет

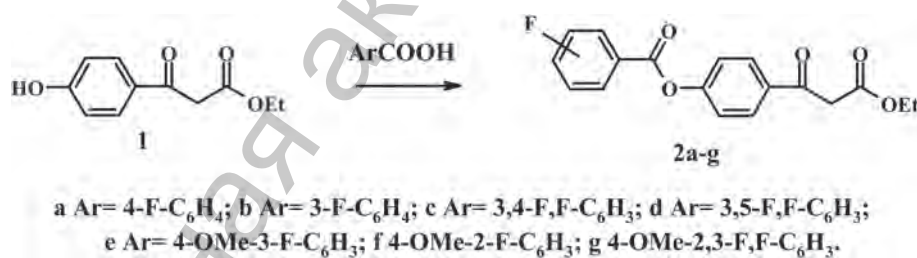
²Белорусский государственный медицинский университет

(Поступила в редакцию 23.09.2015)

Замещенные 3-арил-3-кетоефиры являются ценными полупродуктами при получении различных биологически активных соединений [1–3]. Так, фторсодержащие 3-арил-3-кетоефиры используются в синтезе лекарственных веществ группы фторхинолонов, которые незаменимы при терапии многих инфекционных заболеваний [1–3]. Следует указать, что наличие в структуре 3-фторарил-3-кетокрбоксильного фрагмента является достаточно важным для проявления хороших противобактериальных свойств у препаратов ряда фторхинолонов.

На протяжении последних лет наша исследовательская группа занимается синтезом фторсодержащих веществ с микобактерицидной активностью [4–6]. В осуществленных ранее исследованиях нами, в частности, использовались превращения 3-фторарил-3-кетоефиров в различные гетероциклические соединения [6]. При этом для некоторых из использованных полупродуктов ряда 3-фторарил-3-кетоефиров неожиданно была обнаружена достаточно высокая микобактерицидная активность [6]. Поэтому в развитие наших исследований нами решено целенаправленно получить ряд фторсодержащих кетоефиров и исследовать их микобактерицидную активность.

В качестве первоначальных объектов исследования нами выбраны фторсодержащие 3-арил-3-кетоефиры **2a-g**. Эти соединения синтезированы из фенола **1**, который получен ранее в четыре стадии исходя из 4-гидроксibenзойной кислоты [7].



Для синтеза целевых бензоатов **2a-g** использована этерификация соединения **1** фторбензойными кислотами в присутствии дициклогексилкарбодиимида и диметиламинопиридина.

Строение синтезированных фторбензоатов доказано в результате интерпретации данных УФ, ИК, ЯМР ¹H и ¹³C спектров. Так, в ИК-спектрах соединений **2a-g** присутствуют полосы колебаний карбонильных групп арилбензоатного и кетоефирного фрагментов. В частности, для соединения **2a** колебаниям указанных групп соответствуют полосы при 1741, 1639 и 1620 см⁻¹.

В спектрах ЯМР ¹H соединений **2a-g** идентифицированы сигналы протонов двух ароматических циклов и кетоефирной группы. Следует отметить, что для растворов кетоефиров **2a-g** характерна кето-енольная таутомерия. По данным спектров ЯМР ¹H во всех случаях преобладает кетонная форма.

Для изучения микобактериальных свойств полученных соединений **2a-g** по отношению к *Mycobacterium terrae* 15755 использован метод разведений в плотной питательной среде (Middlebrook

7H9 Broth with Glycerol) в чашках Петри. Раствор образца в диметилсульфоксиде добавляли в питательную среду, в которой высевали культуру микобактерий. В параллельных экспериментах в качестве эталонов использовали изониазид и пиразинамид, которые обладают антимикобактериальным действием и используются для лечения туберкулеза [5]. Минимальную ингибирующую концентрацию (МИК) определяли как концентрацию, при которой роста микобактерий в чашке Петри не наблюдалось. Результаты определения антимикобактериальных свойств соединений **2a-g** приведены в таблице.

Антимикобактериальные свойства синтезированных веществ и эталонов

| Соединение | МИК, мкг/мл | Соединение | МИК, мкг/мл |
|------------|-------------|-------------|-------------|
| 2a | 100 | 2f | 12,5 |
| 2b | 100 | 2g | 200 |
| 2c | > 200 | Эталон | |
| | | Циклосерин | 100 |
| 2d | 100 | Пиразинамид | > 200 |
| 2e | > 200 | Изониазид | 200 |

Из данных таблицы видно, что среди синтезированных соединений есть вещества, активность которых выше, чем антимикобактериальная активность эталонных циклосерина, пиразинамида и изониазида. Наиболее активным оказался кетоэфир **2f**, содержащий атом фтора в *орто*-положении к карбоксилатной группе. Также из данных таблицы видно, что на активность фторсодержащих кетоэфиров **2a-g** влияет не только количество атомов фтора в бензоатном фрагменте, но и их относительное расположение в ароматическом цикле. Так, 4- и 3-фторбензоаты **2a,b** обладают одинаковой активностью, сопоставимой с активностью противотуберкулезного препарата циклосерина. В то же время 3,4-дифторбензоат **2c** не обладает существенными антимикобактериальными свойствами. В свою очередь 3,5-дифторбензоат **2d** проявляет неплохую микобактерицидную активность.

В заключение следует отметить, что синтезированные соединения содержат 3-кетоэфирную группировку, химические превращения которой могут быть использованы для направленного синтеза соединений с фармакофорными функциональными группами. Полученные данные микробиологических исследований несомненно будут полезны для проведения направленного синтеза фторсодержащих микобактерицидов.

Экспериментальная часть. Температуры плавления определены на приборе SMP11 (Stuart). ИК-спектры записаны на ИК-Фурье спектрометре Nexus (Thermo) в области 4000–400 см⁻¹, УФ-спектры – в этаноле на спектрофотометрах Specord M500 и Solar PB2201 в области 220–900 нм. Спектры ЯМР записаны на приборе Bruker Avance 500 (рабочая частота 500,13 МГц для ¹H и 125,75 МГц для ¹³C) в растворах дейтерированных растворителей. Химические сдвиги приведены относительно ТМС как внутреннего стандарта. Ход реакций и чистоту полученных соединений контролировали с помощью пластин Kieselgel 60 F₂₅₄ фирмы Merck.

Этил 3-(4-(4'-фторбензоилокси)фенил)-3-кетопропионат 2a. К раствору 0,543 г (2,61 ммоль) этил[3-кето-3-(4-гидроксифенил)пропионата **1** [7], 0,404 г (2,89 ммоль) 4-фторбензойной кислоты и 0,607 г (2,95 ммоль) *N,N'*-дициклогексилкарбодиимида в 40 мл метилхлорида добавляли каталитические количества *N,N*-диметиламинопиридина. Реакционную смесь перемешивали в течение 24 ч. Выпавший осадок отделяли фильтрованием через слой оксида алюминия, сорбент дополнительно промывали метилхлоридом. Объединенный фильтрат упаривали при пониженном давлении, остаток перекристаллизовывали из 2-пропанола. Выход сложного эфира **2a** 0,582 г (68%). Т.пл. 88–89°C (2-пропанол). УФ-спектр, λ_{max}, нм (этанол): 242. ИК-спектр, см⁻¹ (KBr): 3115, 3078, 2978, 2937 (C-H), 1741, 1639, 1620 (C=O), 1603, 1581, 1508 (C=C_{аром.}). Спектр ЯМР ¹H (дейтеродиоксан, δ, м.д.): кетонная форма 1.21 (3H, т, J 7 Гц, CH₃), 4.15 (2H, кв, J 7 Гц, OCH₂) {OC₂H₅}; 4.04 (2H, с, COCH₂CO), 7.33 (2H, д, J 8.5 Гц), 7.38 (2H, д, J 8.5 Гц), 8.06 (2H, д, J 8.5 Гц), 8.25 (2H, дд, J₁ 5.5 Гц, J₂ 8.5 Гц) {аром. протоны}; енольная форма: 1.29 (3H, т, J 7 Гц, CH₃), 4.25 (2H, кв, J 7 Гц, OCH₂) {OC₂H₅}; 5.82 (1H, с, 2-CH_{винил}), 7.27–7.35 (4H, м), 7.93 (2H, д, J 9 Гц) {аром. протоны}, 12.65

(1H, с, ОН-енол). Спектр ЯМР ^{13}C (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 14.23 (CH_3); 46.08 (C^2H_2); 61.43 (OCH_2); 116.50 (д, $J_{\text{C-F}}$ 88.5 Гц), 122.59, 126.51, 128.14, 130.80, 133.56 (д, $J_{\text{C-F}}$ 38 Гц), 134.90, 155.54, 163.80, 167.96 (д, $J_{\text{C-F}}$ 20 Гц) (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $\text{C}^3=\text{O}$); 191.95 ($\text{C}=\text{O}$); енольная форма: 14.38 (CH_3); 60.83 (OCH_2); 87.76 ($=\text{C}^2\text{H}$); 116.43 (д, $J_{\text{C-F}}$ 87 Гц), 126.67, 131.78, 154.05, 163.91, 165.91, 170.95, 173.70 (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $=\text{C}^3\text{-OH}$).

Соединения **2b-g** получены по методике, аналогичной для соединения **2a**.

Этил 3-(4-(3'-фторбензилокси)фенил)-3-кетопропионат 2b. Выход 73%. Т.пл. 61–62 °С (2-пропанол). УФ-спектр, λ_{max} , нм (этанол): 239. ИК-спектр, cm^{-1} (KBr): 3112, 3077, 2982, 2929, 2853 (С-Н), 1733, 1644, 1626 ($\text{C}=\text{O}$), 1591, 1508 ($\text{C}=\text{C}_{\text{аром}}$). Спектр ЯМР ^1H (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 1.21 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.15 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 4.04 (2H, с, COCH_2CO), 7.39 (2H, д, J 9 Гц), 7.47 (1H, м), 7.57 (1H, м), 7.98 (1H, м), 7.98 (2H, тд, J₁ 1.2 Гц, J₂ 8 Гц), 8.06 (2H, д, J 9 Гц), {аром. протоны}; енольная форма: 1.29 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.25 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 5.82 (1H, с, 2- $\text{CH}_{\text{винил}}$), 7.35 (2H, д, J 9 Гц), 7.93 (2H, д, J 9 Гц) {аром. протоны}, 12.65 (1H, с, ОН-енол). Спектр ЯМР ^{13}C (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 14.23 (CH_3); 46.08 (C^2H_2); 61.44 (OCH_2); 117.57 (д, $J_{\text{C-F}}$ 92.5 Гц), 121.45 (д, $J_{\text{C-F}}$ 84.5 Гц), 122.55, 126.67, 128.17, 130.83, 135.00, 155.45, 162.41, 163.67, 164.37, 167.96 (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $\text{C}^3=\text{O}$); 191.95 ($\text{C}=\text{O}$); енольная форма: 14.38 (CH_3); 60.83 (OCH_2); 131.17 (д, $J_{\text{C-F}}$ 31 Гц).

Этил 3-(4-(3',4'-дифторбензилокси)фенил)-3-кетопропионат 2c. Выход 30%. Т.пл. 72–73 °С (2-пропанол-петролейный эфир). УФ-спектр, λ_{max} , нм (этанол): 242. ИК-спектр, cm^{-1} (KBr): 3105, 3089, 3069, 3012, 2992, 2974 (С-Н), 1731, 1623 шир. ($\text{C}=\text{O}$), 1583, 1519, 1508 ($\text{C}=\text{C}_{\text{аром}}$). Спектр ЯМР ^1H (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 1.21 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.15 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 4.04 (2H, с, COCH_2CO), 7.38 (2H, д, J 9 Гц), 7.48 (1H, м), 8.00-8.15 (1H, м), 8.06 (2H, д, J 9 Гц), 8.18 (1H, м) {аром. протоны}; енольная форма: 1.30 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.25 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 5.82 (1H, с, 2- $\text{CH}_{\text{винил}}$), 7.33 (2H, д, J 9 Гц), 7.93 (2H, д, J 9 Гц) {аром. протоны}, 12.64 (1H, с, ОН-енол). Спектр ЯМР ^{13}C (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 14.22 (CH_3); 46.08 (C^2H_2); 61.46 (OCH_2); 118.43 (д, $J_{\text{C-F}}$ 72 Гц), 120.16 (д, $J_{\text{C-F}}$ 75 Гц), 122.47, 128.07-128.18 (м), 130.85, 135.07, 155.33, 163.01, 167.93 (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $\text{C}^3=\text{O}$); 191.91 ($\text{C}=\text{O}$); енольная форма: 87.86 ($=\text{C}^2\text{H}$).

Этил 3-(4-(3',5'-дифтор)-бензилокси)фенил)-3-кетопропионат 2d. Выход 40%. Т.пл. 62–63 °С (2-пропанол-петролейный эфир). УФ-спектр, λ_{max} , нм (этанол): 241. ИК-спектр, cm^{-1} (KBr): 3111, 3086, 3064, 3012, 2986, 2933 (С-Н), 1737, 1649, 1625 ($\text{C}=\text{O}$), 1596, 1506 ($\text{C}=\text{C}_{\text{аром}}$). Спектр ЯМР ^1H (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 1.21 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.15 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 4.04 (2H, с, COCH_2CO), 7.40 (2H, д, J 8.5 Гц), 7.40–7.42 (1H, м), 7.84 (1H, д, J 6.5 Гц), 8.06 (2H, д, J 8.5 Гц), 8.18 (1H, м) {аром. протоны}; енольная форма: 1.29 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.25 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 5.83 (1H, с, 2- $\text{CH}_{\text{винил}}$), 7.35 (2H, д, J 9 Гц), 7.94 (2H, д, J 9 Гц) {аром. протоны}, 12.53 (1H, с, ОН-енол). Спектр ЯМР ^{13}C (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 14.22 (CH_3); 46.08 (C^2H_2); 61.48 (OCH_2); 109.90, 113.88 (д, $J_{\text{C-F}}$ 109 Гц), 122.43, 128.21, 130.88, 135.13, 155.22, 162.70 (м), 164.67, 167.96 (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $\text{C}^3=\text{O}$); 191.96 ($\text{C}=\text{O}$); енольная форма: 14.37 (CH_3); 60.88 (OCH_2); 87.88 ($=\text{C}^2\text{H}$); 109.70, 110.11, 133.44, 164.57, 173.67 (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $=\text{C}^3\text{-OH}$).

Этил 3-(4-(4'-метокси-3'-фторбензилокси)фенил)-3-кетопропионат 2e. Выход 72%. Т.пл. 103–104 °С (2-пропанол). УФ-спектр, λ_{max} , нм (этанол): 264. ИК-спектр, cm^{-1} (KBr): 3106, 3069, 2986, 2935, 2853 (С-Н), 1727, 1686, 1615 ($\text{C}=\text{O}$), 1586, 1525, 1509 ($\text{C}=\text{C}_{\text{аром}}$). Спектр ЯМР ^1H (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 1.21 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.15 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 3.96 (3H, с, OCH_3), 4.04 (2H, с, COCH_2CO), 7.19 (1H, т, J 8.5 Гц), 7.37 (2H, д, J 8.5 Гц), 7.96-8.00 (2H, м), 8.03-8.07 (2H, м) {аром. протоны}; енольная форма: 1.29 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.24 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 5.82 (1H, с, 2- $\text{CH}_{\text{винил}}$), 7.34 (2H, д, J 8.5 Гц), 7.92 (2H, д, J 8.5 Гц) {аром. протоны}, 12.64 (1H, с, ОН-енол). Спектр ЯМР ^{13}C (дейтеродиоксан, δ , м.д.): кетонная форма 14.23 (CH_3); 46.08 (C^2H_2); 61.43 (OCH_2); 56.38 (OCH_3); 113.40, 118.24 (д, $J_{\text{C-F}}$ 79 Гц), 122.46, 122.61, 128.06, 130.51, 130.77, 138.82, 151.40, 153.26, 153.36, 155.62, 168.00 (С аром., $\text{C}^1=\text{O}$, $\text{C}^3=\text{O}$, $\text{C}=\text{O}$ сл. эф.).

Этил 3-(4-(4'-метокси-2'-фторбензилокси)фенил)-3-кетопропионат 2f. Выход 53%. Т.пл. 79.5–81 °С (2-пропанол). УФ-спектр, λ_{max} , нм (этанол): 263. ИК-спектр, cm^{-1} (KBr): 2928, 2850 (С-Н), 1738, 1719, 1679, 1623 ($\text{C}=\text{O}$), 1601, 1577 ($\text{C}=\text{C}_{\text{аром}}$). Спектр ЯМР ^1H (дейтероацетонитрил, δ , м.д.): кетонная форма 1.22 (3H, т, J 7 Гц, CH_3), 4.16 (2H, кв, J 7 Гц, OCH_2) $\{\text{OC}_2\text{H}_5\}$; 3.90 (3H, с, OCH_3),

4.05 (2H, c, COCH₂CO), 6.86 (1H, дд, J₁ 12.5 Гц, J₂ 13 Гц), 6.91(1H, дд, J₁ 2.5 Гц, J₂ 9 Гц), 7.39 (2H, д, J 8.5 Гц), 8.05 (2H, д, J 8.5 Гц), 8.07-8.10 (1H, м) {аром. протоны}. Спектр ЯМР ¹³C (дейтероацетонитрил, δ, м.д.): 14.34 (CH₃); 46.60 (C²H₂); 61.98 (OCH₂); 56.93 (OCH₃); 123.31, 131.12, 145.04, 145.89 (C аром.).

Этил 3-(4-(4'-метокси-2',3'-дифторбензоилокси)фенил)-3-кетопропионат 2g. Выход 94%. Т.пл. 62–63 °С (2-пропанол). УФ-спектр, λ_{max}, нм (этанол): 262. ИК-спектр, см⁻¹ (KBr): 3108, 3074, 2984, 2937, 2849 (C-H), 1747, 1720, 1684, 1623 (C=O), 1599, 1519 (C=C_{аром}). Спектр ЯМР ¹H (дейтероацетонитрил, δ, м.д.): кетонная форма 1.24 (3H, т, J 7 Гц, CH₃), 4.17 (2H, кв, J 7 Гц, OCH₂) (OC₂H₅); 4.00 (3H, с, OCH₃), 4.05 (2H, с, COCH₂CO), 7.06 (1H, м), 7.38 (2H, м), 7.93 (1H, м), 8.06 (2H, м) {аром. протоны}. Спектр ЯМР ¹³C (дейтероацетонитрил, δ, м.д.): 14.34 (CH₃); 46.60 (C²H₂); 61.99 (OCH₂); 57.74 (OCH₃); 109.35, 123.00, 123.23, 127.26, 128.25, 130.85, 131.16 (C аром.).

Литература

1. Marks K. R., Malik M., Mustaev A., Hiasa H., Drlica K., Kerns. R. J. // Bioorg. Med. Chem. Lett. 2011. Vol. 21, N 15. P. 4585–4588.
2. Tong Y., Stewart K. D., Thomas S., Przytulinska M., Johnson E. F., Klinghofer V., Levenson J., McCall O., Soni N. B., Luo Y., Nan-horng Lin, Sowin T. J., Giranda V. L., Penning T. D. // Bioorg. Med. Chem. Lett. 2008. Vol. 18, N 19. P. 5206–5208.
3. Beshore D. C., DiPardo R. M., Kuduk S. D. // Tetrahedron Lett. 2010. Vol. 51, N 6. P. 970–973.
4. Ковганко В. Н., Ковганко Н. Н. // Докл. НАН Беларуси. 2013. Т. 57, № 2. С. 59–62.
5. Ковганко Н. Н., Ковганко В. Н., Симоненко Л. И., Слабко И. Н. // Весці НАН Беларусі. Сер. хім. навук. 2013. № 1. С. 73–77.
6. Ковганко В. Н., Ковганко Н. Н., Симоненко Л. И., Слабко И. Н., Зинькова Т. Н., Креч А. В. // Весці НАН Беларусі. Сер. хім. навук. 2013. № 3. С. 94–99.
7. Ковганко В. Н., Ковганко Н. Н. // Журн. общ. химии. 2013. Т. 83, № 8. С. 1326–1333.

U. M. KAUHANKA, M. M. KAUHANKA, L. I. SIMANENKA, I. N. SLABKO

SUBSTITUTED 3-ARYL-3-OXO ESTERS IN THE SYNTHESIS OF MYCOBACTERICIDES

Summary

A number of fluorobenzoates has been synthesized from ethyl 3-(4-hydroxy-phenyl)-3-ketopropionate. Antimycobacterial properties of the synthesized compounds were studied.