

دیفنیل - ۲۹ سیکلوپنتادین و مشتقات

استخلافی آن در وضعیت ۴. فتواکسیداسیون

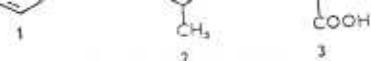
محمود شریفی مقدم

گروه شیمی دانشگاه تربیت معلم

تهیه این ترکیبات با روش های مختلف بوسیله فتواکسیداسیون حساس شده، دوهیدروکربور
و استر متیلیک اسید، فتواکسیدهائی تولید می کنند که قابل جدا کردن هستند، ساختمان آنها
بوسیله واکنش های شیمیائی مشخص شده؛ واکنش های درجه چهارم اسیدی و بازی، ایزوهریزه شدن
به دی اپو کسید، تولید دیول به بوسیله احیا کننده ها.

فتواکسیداسیون اسید مستقیماً یا ندی اپو اکسی اسید، یا کستول حلقوی و یا ک دیستون
اکیلیک تولید می کند. هانند اکثر، دیگر مشتقات سیکلوپنتادین، مشتقات فنیله آن نیز می توانند
چندین ایزوهر داشته باشند، که این ایزوهرها بوسیله پرتو فتووی بی ریکی از دیگری بوجود
می آینند ولی برای هر ترکیب فنیل داری فقط یک ایزوهر که بسی شک از بقیه پایدارتر میباشد
شناخته شده است.

در دنباله مطالعات قبلی این سری (۵،۴،۳،۲،۱) با توجه باینکه برای تهیه دیفنیل - ۲۹
سیکلوپنتادین، ۱ (نمای مشتق فنیل دار سیکلوپنتادین شناخته نشده) آزمایش های بی نعم
متعددی انجام شده بود (۷،۶،۴) ما به مطالعه این ماده علاقمند شدیم.
فنیل سیکلوپنتادین (۹،۸) و هیدروکربورهای دی فنیله ۱و ۴ (۱۰،۷) تری فنیله ۱و ۳ و ۴



ما نیز توانستیم دیفنیل-۱ و ۲ سیکلوپنتادین، ۱ و دو مشتق استخلافی بوسیله یاک گروه متیل، ۳ یا یاک گروه کربوکسیل، ۳ تهیه کنیم.

از طرف دیگر، در مورد فتو اکسید اسیتون سیکلوپنتادین‌ها کارهای فراو سیکلوپنتادین (۱۶) هیدروکربورهای سیکلوپنتادینیک مخصوصاً : دیفنیل-۱، تترافنیل-۱ و ۲ و ۳ و ۴ (۱۹، ۱۸) متیل-۲ تترافنیل-۱ و ۳ و ۵ و ۵ (۵) پنتافنیل-۱ و ۱ (۲۱، ۲۰)، هگزا芬یل (۱۸) تترافنیل-۱ و ۲ و ۳ و ۴ فولون (۲۲، ۱۹) پنتا آربیل سی (۱۸، ۲۰، ۲۳، ۲۴) تترافنیل سیکلوپنتادینون (۲۵، ۲۳، ۳۰، ۱۸).

فقط فتو اکسید هیدروکربورها جدا و با مشخص شده است، این فتو اکسید و با هم جاودرت نور بدی اپو اکسید تبدیل می‌شوند (۲۱، ۱۹، ۱۸).

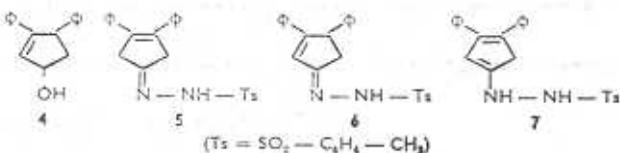
هافتو اکسید اسیتون دیفنیل-۱ و ۲ سیکلوپنتادین، ۱ و مشتقان متیل-۲ آن را بررسی کرده‌ایم، دو هیدروکربور و همچنین استر متیلیک اسید، ۳ فتو اکسید می‌کنند در صورتی که اسید، فتو اکسید نمی‌دهد. برخی تغییرات شیمیائی مطالعه شده‌اند.

قسمتی از نتایج بدست آمده در یاک کنفرانس معرفی شده است (۲۶).

۱- دیفنیل-۲ سیکلوپنتادین، ۱

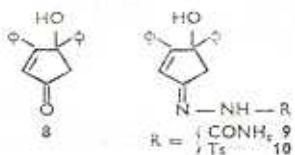
ابتدا کوشش کردیم که از دیفنیل-۳ و ۴ سیکلوپنتن-۲ ال. ۱، ۴ (۲۷، ۲۸) تقطیر (۸) و یا دور متیل هنوزیوم (بعد در تهیه متیل-۴ دیفنیل-۱ و ۲) مشاهده خواهیم کرد) روی این الکل اثری نداشتند. سولفات مس این در حق معمولی این ماده را نابود می‌کنند.

کوشش شدکه از کاربرد تبدیل پاراتلون سولفو فنیل هیدرازوون‌ها (توزیع به اولفین (۲۹، ۲۸، ۲۷) در مورد مشتقان دودی فنیل-۴ و ۳ سیکلوپنتن-۱، ۵ و

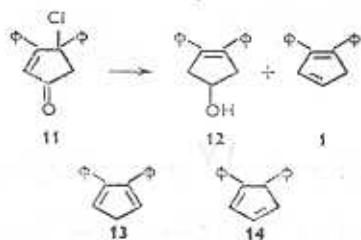


توزیل هیدرازون های، ۵ و ۶ در حالت جامد بی رنگ می باشند ولی ماده، ۷ در مجاورت نور خود شید حتی خیلی ضعیف به سرعت زرد می شود، این ماده فتوکرم است زیرا که با حل شدن و تبیخیر حالال در تاریکی بی رنگ می شود. رنگین شدن سمی کار بازون این دوستون، در مجاورت نور تذکر داده شده است (۴۳).

بر عکس، سمی کار بازون، ۹ حاصل از ستول، ۸ فتوکرم نیست ولی توزیل هیدرازون، ۱۰ کمی فتوکرم است. آزمایش های آبگیری از ماده اخیر جسم بنفش رنگ ناپایداری تولید می کند که خالص کردن آن مشکل است.



دی فنیل - ۱ سیکلوبینتا دین، ۱ از احیا کلروستون، ۱۱ بوسیله LiAlH_4 حاصل می شود ماده اصلی این واکنش الکل، ۱۲ است. احیا این ماده و همچنین مواد مشابه آن در مقاله دیگری مورد بحث قرار خواهد گرفت.

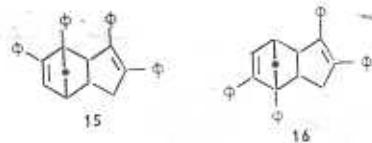


مانند دیگر فنیل سیکلوبینتا دین ها این کربورتیز با ایزو مر همراه نیست و از سه ساخته مان

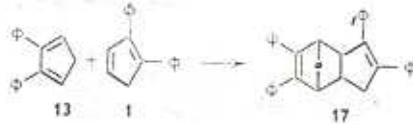
محدود بیزی ای ای ده هجاوэр سولفات مس ایدر، نابود می شود، بهین جهت ای
مجاوزت سولفات مس ایدر از بین می رود (۷۰).

حرارت دادن دیفنیل - ۱ و ۲ سیکلوبنتادین در لوله بسته و خلاء مخلوطی از
ایجاد می کند که یکی از آنها به سختی جدا شده است. بر عکس، تقطیر این دین
دیفنیل - ۱ و ۲ سیکلوبنتادین، ۱ تولید می کند.

طیف R.M.N دیمر، هیدروژن اتیلنی معرفی نمی کند بنابر این ساختمانهای از
۱۶ که از سنتز دینیک دیفنیل - ۱ و ۲ سیکلوبنتادین یعنوان دین و فیلودین حاصل
قابل قبول نیستند.

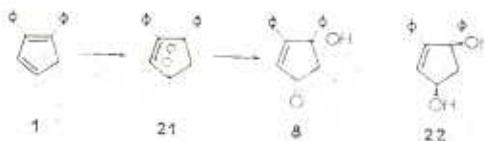


احتمال ساختمان ۱۷ از دو ساختمان دیگر ۱۵ و ۱۶ بیشتر است، این سنتز دینیک بین دیفنیل - ۲ و ۳ سیکلوبنتادین، ۱۳ (دین) و دیفنیل - ۱ و ۲ سیکلوبنتادین (فیلودین) تولید می شود.



از اثر اسید پارائیتروپر بنزوئیک بر دیمر ۱۷ یاک موتو اپو اکسید با ساختمان
تشکیل می شود. اثر طولانی اسید پارائیتروپر بنزوئیک بر این دیمر یاک دی اپو اکسید
که ساختمان ۲۰ برای آن پیشنهاد می شود.

فتواکسیداسیون حساس شده دیفنیل - ۲۹ سیکلوپنتادین، ۱ به سادگی انجام می شود، فتواکسید حاصل در حرارت پائین (۲۰) پایدار است، چون از افر محلول پتان در متانول براین فتواکسید (۳۰) ستول، ۸ تولید می شود ساختمان ۲۱ برای آن مشخص شده است. احیا فتواکسیدبوسیله LiAlH_4 ، سیس دیول، ۲۲ تولید می کند که ایزوهر ترانس آن شناخته شده است (۷۳). کلیه این واکنش ها دلایل شیمیائی برای ساختمان دیفنیل - ۲۹ سیکلوپنتادین، ۱ می باشند.



۱۱- متیل - ۴ دیفنیل - ۲۹ سیکلوپنتادین، ۲

این هیدروکربور از اثر یدور متیل هنیزیم برستون ۲۳ تولید می شود، الکل واسط ۲۴ در محیط واکنش آب ازدست می دهد.

این کربور ناپایدار و در حرارت معمولی بتدريج به مواد متعدد رنگين تبدیل می شود. فتواکسیداسیون آن، فتواکسید ۲۶ تولید می کند که در حرارت معمولی نسبتاً پایدار است ولی در اثر حرارت بدی اپواکسید ۲۷ تبدیل می شود.

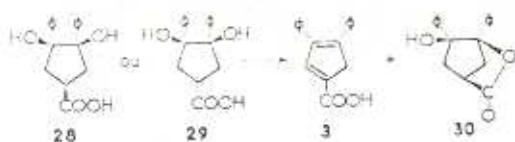
از احیا فتواکسید ۲۶ سیس دیول ۲۵ به وجود می آید. برای تهیه این دیول یا ایزوهر ترانس آن، در حلالهای مختلف یدور متیل هنیزیم برستول ۸ اثر داده شده که در تمام آزمایش ها ستول ۸ بدون تغییر باقی می ماند.

آبکیری از دیول ۲۵ (برای تهیه یاک مشتق فولونی) منجر به تشکیل مخاوطی از چند ماده می شود:



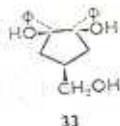
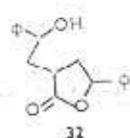
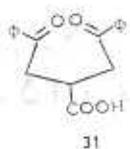
III-۴۹۲- اسید دی‌فنیل- سیکلوپنتادین کربوکسیلیک -۱۳

این اسید بوسیله آبگیری از دو دی‌هیدروکسی اسید میس، ۲۸ و ترا H₂SO₄ محلول در CH₃-COOH همراه با مقدار بسیار کمی هیدروکسی لاست بدست می‌آید.



دودی هیدروکسی اسید ۲۹ و ۲۸ از احیاء اسید دی‌فناسیل استیک، ۳۱ تشکیل می‌شوند، در این واکنش یک ماده فرعی خنثی بمقدار کم تولید می‌شود، مدهای آن نشان می‌دهند که لاکتون ۳۲ است.

در شرایط آبگیری ملایم تر، (فقط CH₃-CooH) دی‌هیدروکسی اسید هیدروکسی لاکتون ۳۰ تولید می‌کند که این لاکتون از حرارت دادن اسید ۲۸ در تولید می‌شود. لاکتون ۳۰ در اثر هیدرولیز دی‌هیدروکسی اسید میس، ۲۸ آبگیری اسید سیکلوپنتادینیک، ۳ تولید می‌کند. دی‌هیدروکسی اسید ترانس، ۳۱ محلول در اسید استیک اکسید شده و اسید دی‌فناسیل استیک، ۳۲ ایجاد می‌کند.



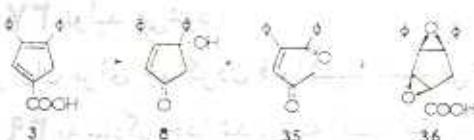
نموده اند. تحلیل ساده عضوی است از دو ترکیب (۳) و (۴) می‌باشد که درین روش تولید نمی‌شوند، بلکه مخلوطی از آن دو ترکیب تولید می‌شوند.

۳۴ که مقدار این دو جسم بسیار کم است. مهاجرت های مشابهی برای فنیل مشاهده شده است (۷).



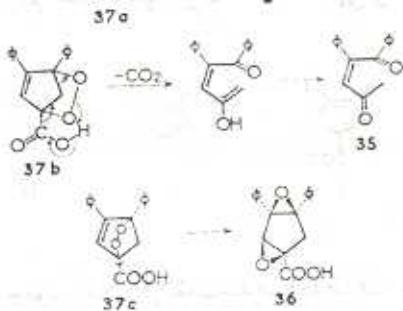
حرارت دادن اسید در محلول آبکی کربنات سدیم (در ظرف بسته و خلاء، برای جلوگیری از اتوکسید اسیون اسید) دی فنیل-۲و-سیکلوپنتادین تولید نمی‌کند، بلکه مخلوطی از چند دیمر وجود می‌آید که دیمر ۱۷ جدا شده است.

فتواکسید اسیون حساس شده اسید ۳، در هر شرایطی (حالات مختلف، حرارت پائین یا در مجاورت احیاکننده) مخلوطی از سه ماده تولید می‌کند که عبارتند از: ستول ۸، دی ستون اتیلنی ۳۵ (که با حذف عامل کربنیک بوکسیل تولید می‌شود) و دی اپواکسی اسید ۳۶.



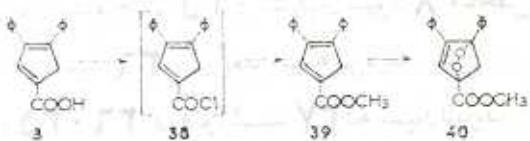
ساختمان دی ستون ۳۵ که از بازشدن حلقه پنج عضوی تشکیل می‌شود و همچنین آرایش سیس آن بوسیله ستولی شدن ساده جسم ۳۵ و تشکیل ستول ۸ مشخص شده است. طریقه تعیین ساختمان دی اپواکسی اسید ۳۶ را، بعد خواهیم دید.

سه ماده اخیر، ۸، ۳۵ و ۳۶ از فتواکسید ۳۷ که بسیار نایاب دارد است بوجود می‌آیند. نایابی از فتواکسید را می‌توان به حضور عامل کربنیک بوکسیل نسبت داد (۳۰) این عامل قطبی موجب کسیختگی هترولیتیک اتصال بین دو اکسیژن پراکسیدی می‌شود، کسیختگی می‌تواند در دو جهت صورت گیرد: حذف عامل کربنیک بوکسیل از فتواکسید ۳۷ بدرو طریق اتحام می‌شود، یعنی به صورت ۸ که ستول ۸ تولید می‌کند این طریقه مشابه تجزیه فتواکسید یا که اسید اتر اسیدی است.



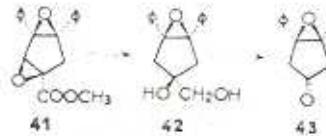
بنظر می‌رسد که در طریقه دیگر ۳۷b گسیختگی هترولیتیک اتصال O-O باشکستن اتصال C-C ۴۵ و تشكیل یک عامل ستونی در موقعیت ۴ و یک آن صورت می‌گیرد، بالاخره، توتومری شدن دیستون ۳۵ را تولید می‌کند. شیک نوع جدید، تجزیه اسید پراکسید α-کربوکسیلیک است. دی‌پرواکسید ۳۶ از گسیختگی هترولیتیک اتصال O-O بوسیله اثر الکشنده عامل کربوکسیل C ۳۷ تولید می‌شود.

گرچه کوشش‌های فراوان برای جدا کردن فتو اکسید اسید بی نتیجه بود ۴۰ حاصل از استر متیلیک ۳۹ به سادگی جدا شد. تمیه این استر، بوسیله دی‌پروپانولات می‌باشد بر نعل اسید و یا استری شدن مستقیم، امکان پذیر نبود ولی بوکلر و اسید ۳۸ تمیه شد.

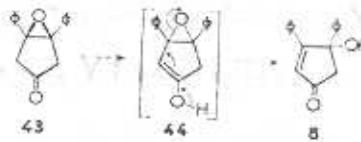


قابل توجه است که ایزومر بزرگ شدن فتواکسید متیل - ۴ دیفنیل - ۱ و ۲ سیکلوپنتادین،
 ۲۶ خیلی کندتر از ایزومر بزرگ شدن فتواکسید استر ۴۰ و مخصوصاً فتواکسید اسید
 ۳۷ می باشد.

صابونی شدن دی اپواکسی استر ۴۱ ، دی اپواکسی اسید قبلی ، ۳۶ تولیدی کند. ساختمن
 ماده ۴۱ با طیف R.M.N آن مطابقت دارد و همچنین مشابه طیف R.M.N دی اپواکسید
 متیل - ۴ دیفنیل - ۱ و ۲ سیکلو پنتادین ۲۷ است ، احیاء دی اپواکسی استر ۴۱ بواسیله
 LiAlH₄ اپواکسیدیول ۴۲ ایجاد می کند که این ماده تحت تأثیر پریدات به β -اپواکسی
 ستون ۴۳ تبدیل می شود.

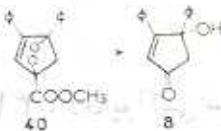


اپواکسی ستون ۴۳ ، تحت تأثیر اسید یا بازو یا بواسیله جذب روی سیلیس به سادگی ستول
 ۸ ، تولید می کند این واکنش را می توان با تشکیل انول ۴۴ ، یا انولات مربوطه تفسیر کرد.
 واکنش های ایزومر بزرگ شدن مشابه ، کمتر مشاهده شده است (۳۳).

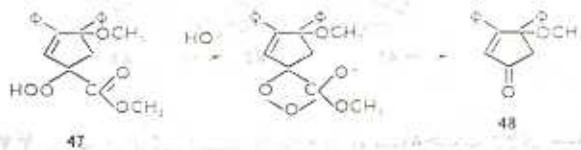


برخی از خواص فتواکسید ۴۰ ، مطالعه شده.

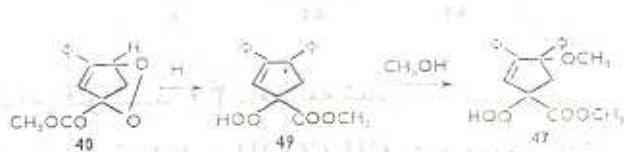
احیاء فتواکسید بواسیله KI و CH₃COOH دی هیدروکسی استر ۴۵ ، تولید می کند
 در صورتی که احیاء این فتواکسید بواسیله LiAlH₄ در زمان کوتاهی ، تریول ۴۶ را به وجود
 می آورد ، ماده اخیر توسط اسید پریدات به ستول ۸ ، تبدیل می شود.



متانولیز عامل پراکسیدی در محیط اسیدی، هیدروپراکسید - اتر - استر (تولید می‌کند، در محیط قلیائی به متوكسیستون ۴۸ تبدیل می‌شود، این واکنش تساختمان ماده ۴۷ نیز می‌باشد، این گسیختگی که مشابه واکنش α -هیدروپراکسید در محیط قلیائی [که یک ستون دیگر و یک اسید تولید می‌کند (۳۵)] می‌باشد بصورت انجام می‌شود.



طیف R.M.N ماده ۴۷. نشان می‌دهد که خالص است لیکن وجود دو ایزومنه تر انس با خواص مشابه را نمی‌توان از نظر دور داشت، در تشکیل جسم ۴۷، بمنظور ابتدا گسیختگی بین اکسیژن و کربن ۴ (بر عکس فتواکسید اسید ۳۷) کردن بیوم ۴۹ می‌کند که تحت تأثیر متانول به جسم ۴۷ تبدیل می‌شود.



بالاخره استر سیکلوبنتادینیک ۳۹، در مجاورت LiAlH₄ کاملاً احیا شده دی‌فنیل-۱ و ۲ سیکلوبنتادین، ۲ تولید می‌کند.

کمپلکس آلمینیوم الكل نوع اول 50° ، به فولون ۵۱، (شناخته نشده) تبدیل و این ماده در اثر LiAlH_4 به کربور ۲ تبدیل می‌شود.

آزمایشها

طیف‌های R.M.N بوسیله دستگاه‌های واریان HA۱۰۰ و A۶۰، طیف‌های IR توسط دستگاه پرکین-المر ۲۵۷ و طیف‌های U.V به کمک دستگاه پرکین-المر ۱۳۷ ثبت شده‌اند حلال‌های مورد استفاده در CDCl_3 ، R.M.N (رفرانس داخلی: $\text{Si}(\text{CH})_3$) در U.V اتانول P.P.m (مگر در موادی که ذکر خواهد شد) است. مقادیر ۸ بر حسب CHCl_3 , IR, λ_{max} بر حسب n.m و ۷ بر حسب cm^{-1} است.

و اکنش‌های فتواکسیداسیون بکمک چهار لامپ فیلیپس (دولامپ یک کیلووانی و دو دیگر ۵، ۰ کیلووات) به حالت محلول در 10°C (۳۶/۱۵) انجام شده است. مقدار حساس کننده نسبت به ماده اکسید شونده ۱٪ می‌باشد.

توزیل هیدرازون دی‌فنیل-۳ و ۴ سیکلوبنتن-۳ ال، ۵
 $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$
 محلو طی از 100 mg دی‌فنیل-۳ و ۴ سیکلوبنتن-۳ ال (۳۷)، 100 mg توزیل هیدرازین، 1cc اتر و ۳ قطره $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$ مدت یک دقیقه بهم زده، ماده متبلور را با آب بعد با اتر می‌شویم، راندمان بسیار خوب است. خالص کردن جسم بوسیله انحلال در CHCl_3 گرم و رسوب دادن آن توسط پنتان صورت می‌گیرد $198^{\circ}-196^{\circ}$ Finst.

تجزیه	$87/97$	$\text{N}_{6/96}$	$\text{H}_{5/51}$	$\text{C}_{71/61}$	٪. محاسبه
	$8/57$	$7/12-8/91$	$5/41-5/59$	$21/03-21/01$	

طیف N.M.R [DMSO(D₆)] R.M.N! خط طیفی منفرد در $(2/36)$ (CH_2) یک جفت خط طیفی

متیل لیتیوم محلول در اتر آن را نایاب می کند، نور دادن به محلول پطاس توسط یک لاعپ بخار جیوه در فشار زیاد (فیلیپس SP ۵۰) به مدت ۶ ساعت یک تولید می کند.

ایزومریزه شدن گند - محلولی از mg ۵۰ توزیل هیدرازن در ۱/۵ cc متابول پطاس تهیه کرده پس از ۱۳ روز (در حرارت معمولی) تبخیر متابول استخراج با اثر Rdt%۸۰ کردن محلول قلیائی mg ۴۰ توزیل هیدرازن مزدوج ۶ ، تولید می کند (C₁₁H₁₁N₃O₂S).

توزیل هیدرازن دی فنیل - ۳ و ۴ سیکلوپنتن - ۲ ان ۶ در حرارت معمولی مخلوطی از ۱/۵ g متول ۲/۳ g ، ۲/۲ g توزیل هیدرازن و ۱/۵ cc آسی تهیه و در تاریکی قرار می دهیم پس از یکساعت با اثر و آب شسته ۲/۵ g ۰ توزیل ه تولید می شود (Rdt%۹۲ Finst (پنتان - CHCl₃).

ماده ای است بی رنگ کم محلول در حاللهای معمولی (با استثناء کلروفرم) در نور خورشید به سرعت زرد می شود، ماده زرد رنگ، محلول بی رنگی در کلروفرم تولید چنانچه کلروفرم در تاریکی تبخیر شود توزیل هیدرازن بی رنگ باقی می ماند.

تجزیه

C ۷۱/۶۱ H ۵/۵۱ N ۶/۹۶ S ۲/۹۷
۷۱/۶۰-۷۱/۷۰ ۵/۵۹-۵/۵۳ ۷/۰۳ ۲/۷۷
طیف U.V : λ_{max} ۳۰۵ nm محلول در متانول پس از ۲۴ ساعت خدو

طبیف [DMSO(D₂)]، R.M.N طیف دو گروه خط طیفی حدود ۲/۴ و ۲/۳ ppm دو خط طیفی متغیر کردار ۶/۴ (H) در وضعیت ۴ ، ۴ (H) در خط طیفی در ۷ در وضع ۲) چند خط طیفی بین ۷ و ۸ (H ۱/۵ آروماتیک) ، یک خط طیفی (NH ۱/۰).

متیل لیتیوم یا ترسیو بوتیلات پطاسیم در اتر آن را از بین می برد. توزیل هیدرازن هیدروکسی - ۴ دی فنیل - ۳ و ۴ سیکلوپنتان ، ۱۰ DMSO از ۱۰ cc ۱۰ اسید استیک ، mg ۱۰۰ متول ۸ ، (۳۸) و mg ۱۰۰ توزیل

در مجاورت نور خورشیدکمی رنگین می شود . محلول بنزنی آن در صفر درجه حرارت
بوسیله SOCl_2 و پیر بدين آب از دست داده ماده متبلور بنفس رنگی ایجاد که به سرعت تابود می شود .
سمی کاربازون هیدروکسی - ۴ دی فنیل - ۳ و ۴ سیکلوبینتن ال ۹ ، $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}_4$
معلقی از 100 mg استول 100 mg کلرئیدرات سمی کاربازید 100 mg استات سدیم در $3cc$
اتانول و $2cc$ آب تهیه ، پس از 12 ساعت معلق را سانتریفیوژ کرده 119 mg ماده ۹ تولید
می شود (Rdt%۹۵) خالص کردن بوسیله اتحلال در DMSO و رسوب دادن توسط آب انجام شده
است * Finst ۲۸۴ - ۲۸۵

٤٣

طيف IR : $\nu(\text{C}=\text{O})$ ۱۶۹۵ ، $\nu(\text{C}=\text{C})$ ۱۶۳۵ (KBr) .
 ۲۴۰۰ ، ۲۲۹۵ ، ۲۱۷۵ ، $\nu(\text{OH}, \text{NH})$

طیف R.M.N [DMSO(D₆)]: جهاد خط طیفی متغیر کر دد ۲/۹۱ (J_{18HZ} CH₃) دو خط طیفی منفرد دد ۱/۹۵ (H-NH₂/۸/۹۶) و H آتیلنی در وضع (۲)، یک خط طیفی در (NH₂/۶/۲۱) چند خط طیفی (۱/۷۲ و ۱/۷۰) آروماتیک، یک خط طیفی دد ۹/۲۲ (OH).

دی‌فنیل-۲۹۱ سیکلوپنتادین ۱،۴

۱- آزمایش‌های مربوط به آبکیری از دی‌فنیل-۳ و ۴ سیکلوپنتن - ۲ ال، ۴ و (۴) حرارت دادن الکل ۴ در یک تصفیدکننده و در خلاء، الکل ۴ نقطه‌گیر، و مقدار بسیار کمی کربورا، ایجاد می‌شود محلول این الکل در بنزن ایندرو مجاورت CuSO_4 ایندر بتدریج نابود می‌شود ولی در محلول اتری CH_3MgI پس از سه روز در حرارت معمولی دست فخوردۀ باقی می‌ماند.

۳- احیاء کلر-۳ دیفنیل-۴ سیکلوبنین-۲ ان، ۱۱

به مولفی از ۴ گرم کاربستون ۱۱ (۳۹) در ۱۹۰۰۰ اترانید حدود ۱/۵ گرم اضافه نموده، در فازیکی، پس از ۶ ساعت و ۳۰ دقیقه، هیدرولیز و در ۲۰° روی سو خشک می کنیم. ماده خام را با سیکلوبنین شسته $g\ 15/2$ (Rdt% ۶۰) دی فنیل-۴ سیکلوبنین-۲ ان ۱۲ نولید می شود. محلول سیکلوبنین را روی سیلیس کر و مانو نموده $g\ 37/0$ (Rdt% ۱۱) کربور حاصل می شود.

۴- حذف عامل کربوسیل، اسید دیفنیل-۴ سیکلوبنیدین کربوسیلیا اسید ۳۰۰ mg را در یک تصفیدکننده و خلا، بتدریج از ۰° تا ۲۹۰° حرارت مانو گرفتی روی فشر ضخیم، ماده تصفید شده $35\ mg$ (Rdt% ۲۰) دی فنیل-۴ سیکلوبنیدین $34/30$ (۴۰) د ۲۵ mg (Rdt% ۱۵) دی فنیل-۴ سیکلوبنیدین می کند. ماده ای است فایدار در حرارت معمولی، پایدار در ۲۰°، بهالت محلول در بتدریج در اسید استیک محتوی ۵٪ اسید سولفوریک به سرعت نابود می شود. روی فلورسانس، فلورسان نیست، خالص کردن این کربور بوسیله انجلال در اثر و تبعیش شستشو با متابول انجام می شود $72-74^{\circ}$ Finst

تجزیه

% : C ۹۳/۳۵

H ۶/۴۷

% ۹۳/۲۱-۹۳/۳۰

۶/۴۸-۶/۴۹

طیف U.V: λ_{max} (۸۵۰۰) (۳۰۸) (۲۳۴) (۱۸۵۰)

طیف N.R.M.N (CCl₄) سه خط طیفی متغیر کر در H_۲ (۳/۴۲) در وضعیت طیفی متغیر کر در ۳۸/۶ و ۶/۶ در اوضاع ۴۳ و ۴۵ Hz، J ۳۹/۴، ۵/۴ Hz، J ۱/۴ HZ و ۵/۴ HZ آروماتیک

دیمر ۱۷، بذست می‌آید. چنانچه کربورا، بحالات محلول در سیکلو هگزان جوشانده شود بر طبق کروماتوپلاک مخلوطی حاصل می‌شود و جسمی که ذر مخلوط فوق‌کمتر بود در این مخلوط بیشتر است که یکی از ایزومرهای دیمر ۱۷ شاید دیمر ۱۵ یا ۱۶ باشد.
 ۲) حذف عامل کربورکسیل نعک اسید دی‌فنیل - ۳ و سیکلو پنتادین کربورکسیلیک ۳،۱-دی‌بریک لوله کوچک شیشه‌ای نازک ۵۰۰ mg اسید ۳ را تخت خلا و قر ازداده، این لوله را در یک لوله ضخیم شیشه‌ای محتوی mg ۴۵۰ Na₂CO₃ ۱۵cc آب، وارد می‌کنیم سپس این لوله شیشه‌ای را در خلاء مسدود و اوله شیشه‌ای داخلی را شکسته و در ۱۲۰° مدت ۱۵ ساعت حرارت می‌دهیم، استخراج با اثر مخلوطی از سه ماده می‌دهد که روی کروماتوپلاک به سختی از یکدیگر جدا می‌شوند. بکمال شستشو با اثر ۱۵۰ mg (Rdt ۳۷) دیمر ۱۷، از محلول جدا می‌شود خالص کردن توسط انحلال در بنزن گرم و رسوب دادن بوسیله پنتان انجام شده است دیمر ۱۷۱-۱۷۲. کم محلول در اقانول، محلول در بنزن، حرارت ۱۲۰° بحالات خشک با بحالات محلول در کربنات سدیم آنکی آن را تغییر نمی‌دهد، توردادن به محلول بنزنی آن توسط یک لامپ بخار جیوه در فشار زیاد (فیلیپس ۵۰۰ SP) یک ماده کم محلول تولید می‌کند. فتو اکسید اسیون حساس شده آن (کلروفرم و بلودومتیلن) یک مخلوط ایجاد می‌کند.

تحزیه

C ۹۳/۵۲ : H ۶/۴۷ :٪ محاسبه

۹۳/۳۷ : ۶/۱۵ :٪ بذست آمده

جرم ملکولی (روشن Rast، تری فنیل متان) : محاسبه شده ۴۳۶. بذست آمده

λ_{max} ۲۲۰ (۴۳۰۰۰)، ۲۹۰ (۱۷۰۰۰)، ۴۱۶، ۵۰۰، ۵۲۰ طیف V.U:

R.M.N. طیف (Jag Hz, Jag\Hz, Jab\Hz, Hb\Ha) ۰/۰۵، ۰/۰۱، ۰/۰۵، ۰/۰۰۵ حدود (Jce Hz، Jch Hz، Hd Hz، Hc Hz) حدود ۰/۰۲ (Jbf Hz، Jbg Hz) حدود ۰/۰۳ (Hh Hz) حدود ۰/۰۵ (Jhg Hz، Jfe Hz، Jhe Hz، Hg Hz، Hf Hz) حدود ۰/۰۴ (He Hz)

$C_{17}H_{18}O(18a)$ مونو اپو اکسید، ۱۸

محلولی از $mg ۲۰۰$ دیمر ۱۷ اسید پارانیتر و پر بنزوئیک نهیه کر
۵ ساعت و ۳۰ دقیقه بوسیله اثر استخراج می‌کنیم بعد از شستشو $۹۰ mg$ $Rdt \% ۸۷$ دی اپو اکسید بدست می‌آید.
حالص کردن بوسیله کر و مانو گرافی کمی روی پلاک، برای حذف مقدار کمی دی اپو اکسید
انجام می‌گیرد $۲۱۴-۲۱۳$ Finst (بنزن).

تجزیه

$C ۹۰/۲۳$ $H ۶/۲۴$ محاسبه / -

$۹۰/۳۷-۹۰/۲۳$ $۶/۳۲-۶/۵۴$ بدست آمده

λ_{max} $۲۲۸(۴۲۲۰۰)$ و $۳۰۸(۱۱۰۰)$: U. V طیف

$۹(C-O)۹۶.$ و ۸۹۰ : IR طیف

طیف R. M. N : یک گروه خط طیفی، حدود $۱/۷$ و ۰.۵ Hz

Hz، Jdev/ δ Hz، Hd و Hc) $۲/۶$ و $۲/۴۵$ (JaJ \sim Jag \sim Jbf \sim Jdg

Hz، Jeh \sim Jet γ/δ Hz، Jec ۱۲ Hz، He) $۲/۹۵$ (Jed $۱۴/\delta$ Hz

حدود $۳/۲$ و $۳/۵$ Hz (Hhg) $۳/۶$ (Hhe) ۹ Hz (Hhh) چهار خط

(Hgf) $۷/۵$ آروماتیک

دی اپو اکسید، ۲۰ $C_{17}H_{18}O_1$

معلقی از $۳g/۰$ دیمر ۱۷ و $۱/۲ g$ اسید پارانیتر و پر بنزوئیک در $۱cc$ آب
۶ روز در حرارت معمولی $۰/۳g$ ($Rdt ۰/۹۳$) دی اپو اکسید می‌دهد $۲۴۸-۲۴۶$

در حرارت معمولی اسید استیک براین دی‌پوکسید اثر کرده مخلوطی تولید می‌کند که یک ماده زرد از همه بیشتر است.

فتواکسید دی‌فنیل-۲۹۱ سیکلوپنتادین ۲۱

به محلولی از ۱۰۰ mg ۱ کربور و ۱ mg ۱ دی‌فتیلن تیوفن در ۹۰ cc اثر که داخل ظرف محتوی یخ و نمک قرار گرفته مدت ۲۵ دقیقه نور داده شده سپس حلال در سرما تبخیر می‌گردد. خالص کردن بوسیله اتحال حلال در اثر تبخیر حلال، شستشو با مخلوط پتانان و اثر آنجام می‌شود Finst ۱۰۳°-۱۰۲°

تجزیه

۸۱/۳۱ :	% محاسبه	H۵/۶۵
۸۱/۵۷ :	% بدست آمده	۵/۶۴

نایدیدار در حرارت معمولی، نایدیدار در ۲۰°-از مخلوط $\text{CH}_3\text{COOH} - \text{KI}$ ید آزاد می‌کند. ایزومر بیزه شدن- محلول غلیظی از فتوکسید ۲۱ در متانول با ۱۰% بطاس را مدت یک ساعت در ۲۰° قرار می‌دهند، ستول ۸ تولید می‌شود.

سیس دی‌فنیل-۲۹۱ سیکلوپنتن-۲ دیول-۲۲ ۴۹۱

فتواکسید حاصل از فتوکسید اسیتون ۱۰۰ mg ۱ کربور را در اتر آنیدر حل و LiAlH₄ اضافه می‌شود پس از دو دقیقه هیدرولیز ۷۱ mg (Rdt% ۷۰) دیول ۲۲ تولید می‌شود Finst ۱۵۶-۱۵۷° (بتن) کم محلول در اتر و کلروفن، قطبیت این دیول روی کر و مانو پلاک کمتر از ایزومر ترانس آن می‌باشد (۷۴)

تجزیه

۸۰/۹۲ :	% محاسبه	H۶/۳۹
۸۰/۶۷-۸۰/۱۸۹ :	% بدست آمده	۶/۷۵

طیف U.V : λ_{max} ۲۵۲ (ε ۱۶۰۰)

یاک خط طیفی در $\delta / 7.5$ (OH وضع ۱) دوخط طیفی در $\delta / 4$ (H اتیلنی دروضع ۲) خط طیفی بین ۷ و $\delta / 5$ (H آروماتیک).

متیل-۴-دیفنیل-۱-و-۲-سیکلوپنتادین ۲، $C_{10}H_{14}$

۱) دیفنیل-۳-و-۴-سیکلوپنتن-۲-ان و CH_3MgI -منیزین حاصل از CH_3MgI و $18g$ منیزین را به محلول $40cc$ ستون $23^{\circ}C$ در $45g$ عازر ایدر اضافه نموده در حرج پس از 3 روز $25g$ (Rdt% ۶۲) کربور تولید می شود. قبیل ستون $23^{\circ}C$ به الکل $24^{\circ}C$ پس از 30 دقیقه کامل است لیکن الکل متبل اسید استیک یا اسید استیک همراه با 5% H_2SO_4 الکل را تابود می کند.

۲) احیاء استر $39^{\circ}C$ به محلول $3cc$. استر $39^{\circ}C$ در $40cc$ اتر ایدر $78g$ شده پس از یک ساعت و 30 دقیقه، هیدرولیز بوسیله H_2SO_4 $18g$ (Rdt% ۵۵) تولید می شود $82^{\circ}C$ - $79^{\circ}C$ Finst بسیار محلول در اتر، در حرارت معمولی بتدريج از (بطور کامل پس از سه ماه)

تجزیه

$C_{93}/06$: % محاسبه $H_6/94$

$92/94$: % بدست آمده $6/91$

$\lambda_{max}^{UV} 235(418000) 320(9000)$ طیف U.V :

R.M.N طیف: CH_2 (J $11.5 Hz$) دوخط طیفی در $\delta / 1.2$ (J $11.5 Hz$) چند خط طیفی در $\delta / 2.5$ (H اتیلنی) یاک گروه خط طیفی بین 7 و $\delta / 4$ (H اتیلنی) فتوا کسید متیل-۴-دیفنیل-۱-و-۲-سیکلوپنتادین ۲،
 $C_{10}H_{14}O$

به محلولی از $45g$ کربور $20cc$ و $5mg$ بلودومتیلن در $350cc$ کلروفرم

احیاء محلول ۱۰۰ mg فتواکسید در اتو بوسیله IK و CH_3OOH مخلوطی تولید می‌گردند

که از آن 14mg یک ماده مطالعه نشده جدایشده است ۱۵۷-۱۵۸

سیس متیل - ۴ دی فنیل - ۱۰ سیکلوبیتن - ۲ دیول - ۱۰، ۴، ۹

به محلولی از 100 mg LiAlH_4 اضافه 25 cc در حدود 60 mg فتواکسید ۳۷ شده پس از 30 دقیقه هیدرولیز محصول 63 mg (Rdt%) است Finst ۱۴۸-۱۴۷ (بنزن) برای تهیه این دیول، CH_2MgI برستول آنرا داده شد ولی آزمایش های متعدد در این مورد بی نتیجه وستول دست تخورده باقی می ماند،
تجزیه

محاسبه % : G۸۷/۸۷ H۹/۸۸ O۸۲/۰۲
یدست آمده % : ۸۷/۳۷ ۹/۸۰ ۸۲/۸۸-۸۲/۰۳

طيف IR: $\nu(\text{OH})$ ٣٥٨٠ ، ٣٤٠٠ : طيف UV: λ_{max} ٢٤٩ + U.V

طیف R.M.N: یک خط طیفی در $\delta = 4.5$ (CH₂)، یک خط طیفی در $\delta = 4.2$ (CH₂), یک خط طیفی بهن در $\delta = 5.5$ (HO₂C) یک خط طیفی در $\delta = 6.6$ (H₁ تیلنی) چند خط طیفی بین $\delta = 7.0$ و $\delta = 7.4$ آروماتیک (H₁₀)

دی ایواکسی - ۲۵ و ۳۰ متریل - ۴ دیفنیل - ۲۵ سیکلوپینتان، ۲۷

۲۷۸mg ماده بزن تبخير داده حرارتی ۲۰cc در ۳۶ فتو اکسید بزن را یک ساعت ۱۱۶-۱۱۷ Finst (انگل) کند تولدمی (۶۰%)

متحللة% : C ۸۱/۷۹ H ۶/۱۰ O ۱۲/۱۱ تجزیه

% بحسب آمده : ۸۱/۸۵ ۶/۰۰ ۱۲/۳۵

طیف R.M.N: یک خط طیفی در ۵۸/۱ (CH_۲) ، چهار خط طیفی همتراکم در ۲۳۷
H_{۱۰}) یک خط طیفی در ۶۳/۳ (H در وضع ۳) چند خط طیفی بین ۷ و ۴/۷ (J_{۱۰}HzCH_۲)
آروماتیک).

لاكتون اسیدهیدروکسی-٤ (هیدروکسی-٢ فنیل-٤ فنیل-٤ بوتیریک، ٣٢)

H₆, ۴۳

۶, ۷۰

طیف V.U : λ_{max} ۲۵۲, ۲۵۷, ۲۶۳طیف IR : $\nu(OH)$ ۳۶۸۰, ۳۶۰۵, ۳۴۵۰ $\nu(C=O)$ ۱۷۸۰

طیف R.M.N : چند خط طیفی بین ۱/۷ و ۳ (H₅ غیر بنزیلی) شامل یک خط پهن در ۶,۲ که با افزایش D₂O ناپدید می شود (OH) چهار خط طیفی متتمرکز در ۹/۶ بنزیلی در زنجیر (J₅Hz) سه خط طیفی متتمرکز در ۵/۵ (H₅ بنزیلی در حلقه J, Hz) چند خط بین ۲/۴ و ۷/۷ (H₁ آروماتیک)

لاکتون اسیدسیس دیفنیل-۴۹۲ سیکلوپنتان دیول-۴۹۲ کربوکسیلیک ۳۰, O₂

- ۱ - ۵۰ mg دی هیدروکسی اسیدسیس ۲۸ را مدت ۳ ساعت در خلاء و حرارت ۰°

می دهیم، استخراج با اتر شستشو با Na₂CO₃ ، محلول اتری ۲۴ mg (Rdt % ۵۰) (لاکتون تولید می کند).

۲ - محلول ۵۰ mg دی هیدروکسی اسیدسیس ۲۸ در ۲cc اسید استیک را مدت ۳

در ۱۰۰° حرارت قرار داده، استخراج با اتر ۲۰ mg (Rdt % ۴۳) (لاکتون ۳۰ تولید Finst ۲۱۲-۲۱۴° (آتانول).

H₅, ۷۵

۵, ۷۸

طیف V.U (اتر) : λ_{max} ۲۵۳, ۲۵۸, ۲۶۶طیف IR : $\nu(OH)$ ۳۵۹۰, ۳۳۸۰ $\nu(C=O)$ ۱۷۶۰

به معلقی از ۱۰۰ mg هیدروکسی لاکتون ۳۰ در ۱۰ cc اثر ایندر LiAlH₄ ۷۰ mg اضافه شده پس از ۱۲ ساعت، هیدرولیز، استخراج با اثر ۸۰% (Rdt) ماده ۳۳ حاصل می شود.

اسید سیس ۲۸ در همین شرایط احیا شده ماده ۳۳ تولید می کند ۱۰۴°-۱۰۰° Finst

(بنزن) نظر می رسد که با تغییر کند محلول بنزفی بلورهای دیگری ظاهر می شود

Finst ۱۲۵-۱۲۷°

تجزیه

C ۷۶/۰۳ H ۷/۰۹ متحاسبه

٪ بدست آمده ۷۶/۱۶-۷۶/۲۰ ۷/۲۴-۷/۲۵

طیف U.V: ۲۸۵، ۲۸۰، ۲۵۹ λ_{max} ۲۵۳، ۲۵۶

طیف IR: ۳۴۰۰، ۲۵۸۰، ۲۵۴۵، ۲۶۲۰ ۷(HO)

طیف R.M.N: یک خط طیفی در ۱/۹ HO(بنزیلیک) یک خط طیفی بهن حدود ۳/۷-۳/۸ (J, Hz) من بوط به HO- (CH₃)_۲ من بوط به هیدروکسی متیل آروماتیک چند خط طیفی بین ۲/۳ و ۲/۶ (H5 حلقه) یک خط طیفی در ۱/۱۵ H₁.

اسید دی فناسیل استیک ۳۱

معلقی از ۱۰۰ mg دی هیدروکسی اسیدترائی ۲۹ در ۱۰ cc اسید استیک، مدت ۲۴ ساعت در ۱۱۰° حرارت داده شده، استخراج با اثر یک ماده خنثی می دهد که مطالعه نشده، (Rdt) اسید دی فناسیل استیک ۳۱ بنز بدست می آید ۶۸ mg

اسید دی فنیل-۳-۴ سیکلوپنتادین کربو کسیلیک -۱، ۳، ۴

۱) آبکیری از هیدروکسی لاکتون ۳۰-۳۰ mg هیدروکسی لاکتون ۳۰ در ۱/۲ cc

۹ اسید استیک محتوی ۱۱٪ H₂SO₄ مدت ۶ دقیقه در ۱۰۰ حرارت داده،
می شود، آب به محیط اضافی کرده با اتر استخراج می کنند محلول اتری را با محلول CO₂
از محلول خنثی کمی هیدروکسی لاکتون ۳۰ بدست می آید. محلول قلیائی را با سیله ۰
اسیدی کرده ۳۶g (Rdt%۸۲) اسید ۳ تولید می شود.

(۳) آبگیری از دی هیدروکسی اسید ترانس، ۲۹ معلقی از ۴ g اسید ترا
۱۰۰cc اسید استیک ۱۱٪ H₂SO₄ تهیه کرده، با بهم زدن در ۱۰۰ فرازی دهیم، هم
بنفس سپس زرد پررنگ می شود، بمحض اینکه اسید کاملا حل شد (۵ دقیقه)، آب
اضافه کرده، استخراج بازتر، شستشو با کربنات سدیم، اسیدی شدن محلول قلیائی ۹/۲
اسید ۳ تولید می کند و محلول خنثی ۳g (Rdt%۸) هیدروکسی لاکتون ۳۰ می ده
تابود می شود ولی در خلاء و مجاورت بازهای قوی تغییر نمی کند. در عوا محلول اسید
قرمز می شود

تجزیه

$$C_{82/42} : \% \text{ محاسبه} \quad H_{5/28}$$

$$82/44 : \% \text{ بدست آمد} \quad 5/47$$

$$\lambda_{\text{max}} ۲۴۵(۴۲۰۰۰) (۳۳۵(۱۲۰۰۰) \text{ طیف U.V.})$$

$$\text{طیف IR} : \text{بین ۲۵۰۰ و ۲۵۰۰} \text{ cm}^{-1} \text{ و} \text{ (C=O)} ۱۶۸۰ \text{ و} \text{ (HO)} ۳۵۰۰ \text{ و} \text{ (H-O-H)} ۲۵۰۰$$

فتوا کسید اسیون اسید دی فنیل - ۳ و ۴ سیکلوپنتادین کربو کسیلیک - ۱

محلولی از ۲۰۰mg اسید ۳ و ۲m g بلو دمتیلن در ۲۰۰cc کلروفرم را در
و ۴۵ نانیه در مقابل نور قرار داده. پس از حذف بلو دمتیلن، محیط را با کربنات سدیم
از محلول خنثی بوسیله تبلور نوبتی در بین ۳۵m g (Rdt%۱۸) دی فنیل ۱ و ۲
- ۱ و ۳۵ و ۴ و ۹۷ mg (Rdt%۵۰) ستول بدست می آید. اسیدی کرده

جسمی است خیلی محلول در اتر و اتانول Finst ۱۲۱-۱۲۲ (بنزن)

تجزیه

C ۸۱/۵۸ : % محاسبه H ۵/۶۴ O ۷۲/۷۹

% بدست آمده : ۸۱/۳۹ ۵/۶۰ ۱۲/۸۴

طیف U.V : λ_{max} ۲۲۸(۴۱۲۰۰۰)، ۲۵۳(۱۵۰۰۰)، ۲۹۳(۱۴۵۰۰)

طیف IR : v(C=O) ۱۶۹۰، ۱۶۷۰

طیف R.M.N : یک خط طینی در ۲/۳ (CH₃) یک خط طیفی در ۹/۶ (H اتیلنی) چند خط طیفی بین ۲/۶ و ۷/۲ (H₈ آروماتیک) چند خط طیفی بین ۱/۷ و ۸/۱ (H₂ ارتوگروه بنزوئیل) برای حلقوی شدن دیوبون ۳۵ کافی است مدت ۲۰ دقیقه آن را با محلول پطاس ۱۰% در متانول حرارت دهنده در نتیجه ستول Δ تولید می شود.

اسید دی اپو اکسی - ۱-۲۹۲۹ دی فنیل - ۲-۴۶ سیکلوپنتان کربوکسیلیک - ۳۶۰۱



کم محلول در حلالهای معمولی Finst ۲۳۵-۲۳۷ (اتانول)

تجزیه

C ۷۲/۴۶ : % محاسبه H ۶/۸۰ O ۲۱/۷۵

% بدست آمده : ۷۳/۳۸ ۴/۹۱ ۲۱/۵۴-۲۱/۸۱

طیف IR : v(OH) ۱۷۱۵، v(C=O) ۱۶۹۰، چند خطاطیفی بین ۲۵۰۰ و ۲۵۰۰

فتواکسیدا سیدون نمک اسید ، ۳

به محلولی از ۱۰۰ mg اسید، ۳ mg بلو دومبلن در ۱۰۰ cc متانول ۱۵۰ mg NaHCO₃

اضافه شده هست ۱۵ دقیقه در مجاورت نور قرار می دهیم ۹۱ mg (Rdt% ۹۵) ستول Δ تولید می شود .

تجزیه

Finst ۸۰-۸۲ (متانول) حیلی محلول در حلالهای معمولی
محاسبه % : C ۸۲/۵۴ H ۵/۸۴

%: ۸۲/۳۲-۸۲/۰۱ ۵/۶۳-۵/۹۱ بسته آمده

λ_{max} ۲۴۵، ۳۴۰ U.V طیف

v (c=0) ۱۷۰۵ : I.R طیف

طیف R.M.N : یک خط طیفی در ۸۲/۳ (CH₃) دو خط طیفی متتر کرز (J_{۱۶Hz}CH_۳) ، دو خط طیفی متتر کرز در ۳/۷ (H_{۱۰}) آروماتیک سه خط طیفی متتر در ۶/۷ (H_۴) اتیلنی (J_{۱۶Hz})

C_۶H_۸O_۲ ، ۴۰ فتو اکسید استر

محلولی از ۲۰۰ mg ۳۹ استر ، ۲ mg بلو دومتیلن در ۱۸۰ cc کلروفرم را مدد دقيقه در مجاورت نور قرار داده پس از تبخیر حلال و حذف بلو دومتیلن ۹۰% (۲۰۰ mg) فتو اکسید ۴۰ حاصل می شود خالص کردن بواسیله انحلال در پنزن و رسوب دادن تو سط پنج انجام می شود . Finst ۱۲۴-۱۳۸

بحالت محلول بتدريج ايزومريزه می شود .

تجزیه

محاسبه % : C ۷۴/۰۱ H ۵/۲۳ O ۲۰/۷۶

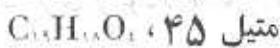
% بسته آمده : ۷۴/۴۲ ۵/۱۱ ۲۰/۵۳-۲۰/۶۵

λ_{max} ۲۵۵ U.V طیف

v(C=O) ۱۷۶۰ : IR طیف

طیف R.M.N : چهار خط طیفی متتر کرز در ۲/۸۲ (J_{۹Hz}CH_۳) دو خط طیفی متتر

دی‌هیدروکسی - ۱ ۹ ۴ دی‌فنیل - ۲ ۹ ۴ سیکلوپنتن - ۲ کربوکسیلات.



محلول در اتر آبی، MgI_2 و MgBr_2 محلول در اتر آبی، KI (۱۰۰ mg) را احیا کرده هالوژن و یا مشحون که محتوی دیول است تولید می‌کند.

به محلولی از ۱۰۰ mg فتواکسید (۳۰)، در ۱۰ cc آب، ۲ قطره اسید استیک اضافه کرده یک ساعت هم میز نیم (۱۰۰ mg) (Rdt% ۱۰۰) دی‌هیدروکسی اسید (۲۵) بدست می‌آید $120^\circ - 128^\circ$ (Finst) (گزینن) محلول در متانول و اتانول، آنرا LiAlH_4 آبی و تریول (۳۶)، تولید می‌شود:

تجزیه

% محاسبه : C ۷۳/۵۳ H ۵/۸۵ O ۲۰/۶۲

% بدست آمده : ۷۳/۵۹ ۵/۹۴ ۲۰/۵۳ - ۲۰/۷۴

طیف $\lambda_{\text{max}} = ۲۵۳$: U.V

طیف IR: $\nu(\text{OH}) = ۳۵۲۰ - ۳۵۷۰ \text{ cm}^{-1}$ ($\text{C}=\text{O}$) ۱۷۷۰

طیف R.M.N : چهار خط طیفی متمرکز در $۲/۷۳$ ($\text{J} = ۱۴/۵ \text{ Hz}$ CH_2)، دو خط طیفی منفرد $۳/۵۶$ و $۰/۰۵$ (HO_2)، یک خط طیفی در $۳/۸۱$ (CH_2)، یک خط طیفی در $۶/۲۶$ (H اتیلنی)، چند خط طیفی بین $۱/۷$ و $۱/۶$ ($\text{H} = ۱۰$ آرومانتیک)

هیدروکسی متیل - ۱ دی‌فنیل - ۲ ۹ ۴ سیکلوپنتن - ۲ دیول - ۴ ۹ ۱

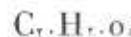


به محلولی از ۱۰۰ mg فتواکسید (۳۰)، در ۱۰ cc آب، حدود ۲۰۰ mg LiAlH_4 اضافه، پس از ۲۰ دقیقه، هیدزولیز، استخراج (۷۶ mg) (Rdt% ۸۳) تریول (۳۶) بدست می‌آید $132^\circ - 134^\circ$ (Finst) (بنزن)،

طیف IR : $\nu(\text{OH})$ ۳۵۶۰، ۳۳۸۰ cm^{-1}

اکسید اسیون تریول - محلول ازri تریول را با کمی H₂Io و چند قطعه ساعت بهم هی زنیم دستول ۸ را جدا می کنیم.

هیدروپراکسی - ۱ متوكسی - ۴ دیفنیل - ۴ سیکلوپنتن - ۲ کربوکسی



به ۳۰۰ mg قتو اکسید ۴۰، ۲۰ cc متابول محتوی ۱% H₂SO₄ اضافه

کربنات سدیم اضافه می کنیم، تبخیر متابول، استخراج با ان ۱۶۷ mg (۵۰) تولید می شود، چنانچه زمان واکنش اضافه شود یک اسید غیر متبول ایجاد کردن بوسیله اتحال در ان و تبخیر آن صورت می گیرد $^{\text{inst}}\text{mp} 131-132^{\circ}$ می شود.

تجزیه

٪ محاسبه C ۷۰/۵۷ H_۲O ۹۲/۹۵

٪ بدست آمده ۵۹/۹۵ - ۵۵/۹۱ - ۷۰/۳۸ - ۷۰/۳۸

طیف λ_{max} ۲۸۵ U.V

طیف IR : $\nu(\text{C=C})$ ۱۶۳۰، $\nu(\text{C-H})$ ۲۸۳۰

$\nu(\text{OH})$ ۳۵۰۰

طیف N : یک خط طیفی در ۷۶/۷ (CH_۳) ، یک خط طیفی در

یک خط طیفی در ۷۸/۳ (Co₂CH_۳) یک خط طیفی در ۵۷/۶ (H اتیلنی)،

۱۵/۹ (OH) و ۱۰/۷ (H آروماتیک) یک خط طیفی در ۴/۶

متوكسی - ۴ دیفنیل - ۴ سیکلوپنتن - ۲ آن ۴۸ C₁₁H₁₄O₂

به ۲۸۰ mg هیدروپراکسی استر ۴۷، ۵۵ cc محلول ۱۰% پتان در متابول

طیف IR : $\nu(C=O)$ ۱۶۹۰ (C-H) ۲۸۳۰ (OCH₃)

طیف R.M.N: چهار خط طیفی متغیر کز در ۸۵/۲ (J_{1,2}, HzCH₂)، یک خط طیفی در H۱۰ (OCH₃)^۳/۲۴، یک خط طیفی در ۸۵/۶ (H اتیلنی)، چند خط طیفی بین ۷/۷۵ و ۷/۸۰ آروماتیک ()

دی‌اپواکسی-۴۹۲۹۲۹-۴۹ دی‌فنیل-۹۲% سیکلوپنتان کربوکسیلات متیل ۴۱ C₁₁H₁₈O₂

حرارت دادن فتو اکسید ۴۰:

- ۱ در حالت جامد mg ۲۰۰ فتو اکسید ۴۰، را مدت ۵ دقیقه در خلاء، ۱۰۰ حرارت می‌دهیم، ۱۰۰ mg دی‌اپواکسی استر (Rdt % ۸۵) تولید می‌شود.
- ۲ در حالت محلول، فتو اکسید حاصل از فتو اکسید اسیتون g ۵۰ استر ۳۹، رادرکلر و فرم حل کرده، ۱۵ دقیقه می‌جوشانیم ۴۵ g (Rdt % ۷۰)، ماده ۴۱ ایجاد می‌گردد ۱۲۳-۱۲۵ (متانول). Finst

تجزیه

۷۶/۲۰ O ۲۰/۷۶ H ۵/۲۳ C ۷۴/۰۱ % محاسبه

۴۳/۲۰ ۵/۳۶ ۷۴/۲۱ % بدست آمده

طیف IR : $\nu(C=O)$ ۱۷۳۰

طیف R.M.N: چهار خط طیفی متغیر کز در ۸۶/۲ (J_{1,2}, HzCH₂)، یک خط طیفی در CH₃ (۳/۸۵)، یک خط طیفی در ۱۵/۴ (CH)، یک خط طیفی ۷/۲۴ H ۱۰ آروماتیک ().

صابوتی شدن، اپواکسی استر ۴۱ را مدت ۵ دقیقه در مجاورت محلول پتان ۱۰% متانول فرازداده، تبخر می‌نماییم، استخراج با اتر دی‌اپواکسی اسید ۳۶، تولید می‌کند.

هیدروکسی متیل-۱-اپواکسی-۴۹۲۹-۴۹ دی‌فنیل-۹۲% سیکلوپنتانول-۱ ۴۲ C₁₁H₁₈O₂

به محلولی از ۱۰۰ mg دی‌اپواکسی استر ۴۱ در ۹cc در حدود ۲۰۰ mg (Rdt % ۴۶)، اضافه شده پس از یک دقیقه و ۳۰ ثانیه، هیدرولیز، استخراج ۴۳ mg LiAlH₄

% بدهست آمده : ۷۶/۷۸

۶/۴۷

۱۲/۳۹

طیف UV : λ_{max} ۲۶۲

طیف IR : پاک خط طیفی پهنه در ۳۵۳۰، ۳۵۰۰، ۹۱۰، ۸۹۵، $v(\text{oH})$ (C=O) ۹۵۰، ۹۵۰.

اپو اکسی - ۴۶۹ دی فنیل - ۴۶۹ سیکلو پنتانون ۴۳

۱۰۰ mg اپو اکسی دیول ۴۲ اسید پریدیک، ۱۰۰ mg متانول و ۲cc آب کرده پس از ۱۵ دقیقه، تبخیر متانول، استخراج با اتر ۸۰ mg (Rdt % ۹۱) اپو اکسی بدهست می آید.

Finst ۱۰۴-۱۰۵° (اتانول)

تجزیه

% محاسبه : C ۸۱/۸۸ H ۵/۶۴ O ۱۲/۷۹

% بدهست آمده : ۸۱/۸۴ H ۵/۹۱ O ۱۲/۵۶

طیف UV : λ_{max} ۲۶۱

طیف IR : $v(\text{C=O})$ ۷۷۵۵

طیف NMR : چهار خط طیفی متغیر کر در ۵.۰ (دو J ۷.۰ Hz, CH₂)

طیفی متغیر کر در ۰.۷ (H ۱۰ آرومایتیک).

ایزو مریزه شدن بستول A :

(a) در محیط بازی - به ۳۰ mg، اپو اکسی ستون ۴۳، ۱cc پیاس محلول در ماء تو

اضافه کرده پس از ۱۰ دقیقه تبخیر متانول، استخراج با اتر ۲۵ mg (Rdt % ۸۳) تولید می شود.

(b) در محیط اسیدی - ۳۰ mg، اپو اکسی ستون ۴۳، را با ۱cc اسید اثیک H₂SO₄ مدت یک ساعت مجاور کرده، استخراج با اتر ۲۰ mg (Rdt % ۶۶) بستول A

190. N. L. LEAKE et J. E. ALDRED, *J. chem. Soc.*, 1961, 1326.
 61. P. L. VACSON et H. B. WILLIAMS, *J. chem. Soc.*, 1961, 1326.
 4153. J. WISDOMSKE et F. H. NEWMANN, *Lübeck Ann.*, 1898, 1153.
 (2) J. WISDOMSKE et F. H. NEWMANN, *Lübeck Ann.*, 1898, 1153.
 302. 236. (3) J. WISDOMSKE et H. CARPENTER, *ibid.*, 1898, 302, 223.
 (4) J. WISDOMSKE et H. CARPENTER, *ibid.*, 1902, 445, 266.
 (5) N. ZIMMERMANN, *B. Sciente.*, 1958, 1650.
 (6) C. T. H. ALLEN et J. A. VANALLE, *J. amer. chem. Soc.*, 1933, 55, 1381.
 (7) G. D. SCHENCK, *Amer. Chem.*, 1952, 64, 121; *G.*
 (8) G. D. SCHENCK, *Amer. Chem.*, 1956, 68, 258.
 (9) SCOTT et D. E. FOULKE, *ibid.*, 1956, 68, 258.
 (10) SCOTT et G. D. SCHENCK, *W. Müller et H. PEINER, Autour des*
 (11) *Ch. Dufraisse, A. Etienne et J. Aubry, C.R. Acad. sci.*, 1953, 231, 375.
 (12) J. AUBRY, *Thèse d'ingénieur-doctorat*, Paris, 1957.
 (13) CH. DUFRAISSE, G. RIO et J.-J. BASSELIER, *C.R. Acad. sci.*, 1958, 246, 1650; J.-J. BASSELIER, *Thèse d'ingénieur-doctorant*, Paris, 1958; J.-J. BASSELIER, *C.R. Acad. sci.*, 1959, 258, 2831.
 (14) CH. DUFRAISSE, A. ETIENNE et J. AUBRY, *C.R. Acad. sci.*, 1959, 239, 1179.
 (15) J.-J. BASSELIER et J.-P. LE ROUX, *ibid.*, 1969, 268, 970.
 (16) CH. DUFRAISSE, A. ETIENNE et J.-J. BASSELIER, *ibid.*, 1967, 244, 2209.
 (17) CH. DUFRAISSE, A. ETIENNE et J. AUBRY, *Bull. Soc. chim.*, 1954, 21, 1201.
 (18) J.-J. BASSELIER et Mme M.-J. SCHOLL, *C.R. Acad. sci.*, 1965, 258, 6463; Mme M.-J. SCHOLL, *Diplôme d'études supérieures*, Paris, 1966.
 (19) N. M. IRVING et E. L. BLACKER, *J. org. Chem.*, 1956, 21, 1405; C. F. WILCOX et M. P. STEVENS, *J. amer. chem. Soc.*, 1962, 84, 1258; C. S. FOOTE et S. WAXLER, *ibid.*, 1964, 86, 3879; 1968, 90, 975.
 (20) G. RIO et M. CHIVET, *Journées de chimie organique*, Société chimique de France, Orléans, septembre 1968; *C.R. Acad. Sci., série C*, 1969, 268, 1969.
 (21) W. R. BAMPFORD et T. S. STEVENS, *J. chem. Soc.*, 1959, 435; J. W. POWELL et M. C. WHITING, *Tetrahedron*, 1959, 7, 305; L. FRIEDMAN et H. BRECHTER, *J. amer. chem. Soc.*, 1959, 81, 5342.
 (22) W. G. DAUBEN et F. G. WILLIAMS, *ibid.*, 1962, 84, 1497.
 (23) R. H. SHAPIRO et M. J. HEATH, *ibid.*, 1967, 89, 5734; G. KAUFMAN, F. COOK, H. BRECHTER, J. BAYLESS et L. FRIEDMAN, *ibid.*, 5736.
 (24) CH. DUFRAISSE, G. RIO et W. A. BURRIS, *C.R. Acad. sci.*, 1957, 244, 2674.
 (25) A. PUSCH, *Berichte*, 1895, 28, 2102.
 (26) E. LARSSON, *Trans. Chalmers Univ. Technol. Gothenburg*, 1946, 51, 11; *Chem. Abstr.*, 1947, 41, 4459 h.
 (27) H. H. WASSERMAN et M. J. GORBUKOFF, *J. amer. chem. Soc.*, 1958, 80, 4568.
 (28) CH. DUFRAISSE et M. GÉRARD, *Bull. Soc. chim.*, (5), 1937, 4, 2052; C. PINAZZI, *C.R. Acad. sci.*, 1947, 225, 1012.
 (29) E. G. E. HAWKINS, *Organic peroxides*, Spon, Londres, 1961, 382.
 (30) CH. DUFRAISSE, G. RIO et A. RANJON, *C.R. Acad. sci.*, 1967, 264, 516.
 (31) E. J. COREY et H. UEDA, *J. chem. Soc.*, 1963, 85, 1788.
 (32) E. R. JAFF et J. KNOX, *J. chem. Soc.*, 1905, 87, 653.
 (33) C. F. H. ALLEN et E. W. ERNSTER, *J. amer. chem. Soc.*, 1937, 59, 4338.
 (34) J.-J. BASSELIER, *C.R. Acad. sci.*, 1964, 258, 2851.
 (35) H. BURTON et C. W. SHOPPEE, *J. chem. Soc.*, 1934, 201.
 (36) H. BURTON et C. W. SHOPPEE, *ibid.*, 1939, 567; H. A. WEIDELICH et M. MEYER-DELIUS, *Berichte*, 1951, 74, 1195.