

Найближчими структурними аналогами сполуки є лікарські засоби, які за хімічною будовою є галоген заміщеними аліфатичними насиченими та ненасиченими сполуками. З хлорованих вуглеводнів крім хлороформу в медичну практику увійшли трихлоретилен та хлоретил [1, 2]:


$$\text{CF}_3\text{-CHBrCl}$$

Схема 1.



Приготування розчину №1 (I Стадія реакції).

6,13г натрію металевого (0,268моль) розчиняють в 250мл метанолу безводного, додають краплями через ділильну лійку 43,0г діетилового ефіру малонової кислоти (40мл, 0,268моль) та 62,0г трифтороцтової кислоти (40мл, 0,543моль) при перемішуванні реакційної суміші та нагріванні. Кип'ятять суміш протягом 6 годин, охолоджують до кімнатної температури, відганяють простою перегонкою розчинник. Залишок - оксидну масу білого кольору заливають діетиловим ефіром. Осад білого кольору (продукт А), що випадає фільтрують та використовують на наступній стадії реакції.

Приготування розчину №2 (II Стадія реакції).

8,0г (0,0287моль) продукту А урацилу розчиняють в 55мл сухого дихлоретану при кімнатній температурі додають 6г (0,0287моль) п'ятихлористого фосфору. Реакційна суміш гріється та набуває молочного забарвлення. Гарячий розчин перемішують з кип'ятінням 5 годин, охолоджують, осад, що утворився відфільтровують та промивають дихлоретаном, відганяють простою перегонкою розчинник. Залишок - масло, яке очищують перегонкою у вакуумі. Практичний вихід 6.31г (80%). Т. кип. 56-59°C (25ммрт.ст.), n<sub>D</sub> 25D 1,3010.

Індивідуальність синтезованої сполуки контролювали методом тонкошарової хроматографії, склад підтверджували даними елементного аналізу.

Спектр ПМР синтезованої сполуки записували на приладах "Bruker WP-200" (виробник "Bruker", Switzerland), "Varian T-60" (виробник "Varian", USA) з робочою частотою 200-132МГц у виді розчину ДМСО-D<sub>6</sub> (внутрішній стандарт TMC).

ІЧ-спектр записували на спектрофотометрі UR-20 (виробник "Charles Ceise Hena", Germany). ТШХ виконували на пластинках Silufol-254.

ГРХ визначали на газорідному хроматографі "Perkin Elmer" з УФ-детектором (виробник "Perkin", Germany).

Хроматограму, ІЧ-, ПМР - спектри кінцевого продукту ідентифікували у порівнянні з хроматограмами, ІЧ-, ПМР - спектрами вихідних сполук.

Синтезована сполука - масло з легким жовтуватим відтінком, розчинне у диметилформаміді, діетиловому ефірі.

Дані елементного аналізу на С, Н, F синтезованої сполуки відповідають обчисленим значенням.

В ІЧ-спектрі синтезованої сполуки ідентифіковано сигнали зв'язків -CF<sub>3</sub> в області 400, 415, 470, 560, 905, 995, 1180, 1230, 1295см<sup>-1</sup>, для групи - CCl в області 730см<sup>-1</sup>. Частоти подвійних зв'язків C=C знаходяться в області 1315, 1600 см<sup>-1</sup>, а C=O в області 1735см<sup>-1</sup>. ІЧ-спектр синтезованої сполуки характеризуються інтенсивними сигналами груп -C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>. При 2800-3000см<sup>-1</sup>.

Співвідношення інтегральних інтенсивностей сигналів в ПМР - спектрі синтезованої сполуки підтверджує наявність в молекулі протонів двох груп (-OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>, спостерігається сигнал у вигляді триплету при 1,19м.д., який відповідає шести протонам двох груп -CH<sub>3</sub> складноефірних груп молекули, квартету при 4,10м.д. чотирьох протонів в фрагментах -OCH<sub>2</sub> складноефірних груп молекули.

ізико-хімічні характеристики та дані елементного аналізу синтезованої сполуки наведено в таблиці.

Таблиця

Фізико-хімічні характеристики та дані елементного аналізу сполуки.

Знайдено, у % С Н F	Брутто-формула	Обчислено, у %, С Н F	ІЧ-спектр (KBr), см <sup>-1</sup> γ C-Hal, Alk, C=O, C=C.	Спектр ПМР (ДМСО-D <sub>6</sub> TMC), δ, м.д.(J, Гц)
39,36; 3,67; 20,75	C <sub>9</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> ClF <sub>3</sub>	39,37; 3,64; 20,76	400, 415, 470, 560 (CF <sub>3</sub> ), 730 (CCl), 905, 995, 1180, 1230, 1295 (CF <sub>3</sub> ), 1315, 1600 (C=C), 1735 (C=O), 2800- 3000 (-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ).	1,19 (6H, т., J <sup>2</sup> <sub>н,н</sub> 7,2 Гц, 2CH <sub>3</sub> ), 4,10 (4H, кв., J <sup>3</sup> <sub>н,н</sub> 7,2 Гц, 2 OCH <sub>2</sub> ).

Завданням корисної моделі є опис хімічної будови нової сполуки 1,1-діетилкарбокси-2-хлор-2-триформетилетилен з потенційними фізіологічними властивостями, яка синтезована з метою отримання нового поліфункціонального фторвмісного синтону для подальшого вивчення її фізико-хімічних та біологічних властивостей.

Література:

1. Машковский М.Д. Лекарственные средства. - 15-е изд. - М.: ООО «Издательство Новая Волна» - 2006. - С.19-20.
2. Бабаев Б.Д., Кретова Е.А. и др.. Наркоз этраном при малых хирургических вмешательствах у детей // Анестезиол. и реаниматол. - 1998. - №1. - С.34-35.
3. Герус И.И., Колычева М.Т., Ягупольский Ю.Л., Кухарь В.П. // ЖОрХ. - 1989. - Т.25, Вып.9. - С.2020-2021.
4. Ягупольский Л.М. // Ароматические и гетероциклические соединения с фторсодержащими заместителями. - Киев: Наукова думка, 1988. - С.90-105.
5. Крохтяк В.П., Ильченко А.Я. // ЖОрХ. - 1980. - Т.16, Вып.8. - С.1694-1698.
6. Соединения фтора. Синтез и применение. // Под ред. Н.Исикава. - М.: Мир, 1990. - Гл.5. - С.183-265.

