



УКРАЇНА

(19) UA (11) 40821 (13) A

(51) 7 C07C21/18, C07C21/185

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПОЛІФТОРЗАМІЩЕНИХ АЦЕТИЛЕНОВИХ СПИРТІВ ЗАГАЛЬНОГО ВИДУ (1,3,3,4-ТЕТРАГІДРО-8,8-ДІАЛКІЛ/ДИФЕНІЛ-5-7-ПЕНТАФТОР-7-ОКТЕН-4-ОЛ-1-ІН)

(21) 2000063462

(22) 13.06.2000

(24) 15.08.2001

(46) 15.08.2001, Бюл. № 7, 2001 р.

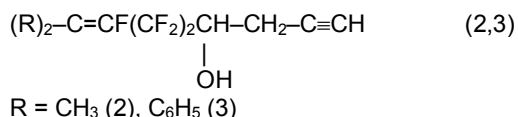
(72) Вельчинська Олена Василівна

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМ. О.О. БОГОМОЛЬЦЯ

(57) Спосіб отримання поліфторзаміщених ацетиленових спиртів загального виду /1,3,3,4-

тетрагідро-8,8-діалкіл/дифеніл-5-7-пентафтор-7-октен-4-ол-1-ін/ шляхом взаємодії алкіну 1,3,3,4,8-пентагідрооктафтор-1-октин-4-олу з шестикратним надлишком метиллітію та феніллітію, який відрізняється тим, що реакцію проводять в потоці аргону при температурі -40-5°C, повільно підвищуючи її до кімнатної температури, а продукти реакції ідентифікують після охолодження до -2-0°C та очистки шляхом фракційної перегонки у вакуумі.

Винахід відноситься до хімії поліфторзаміщених ацетиленових спиртів: продуктів перетворення сполуки 1,3,3,4,8-пентагідрооктафтор-1-октин-4-ола (1): (1,3,3,4-тетрагідро-8,8-діалкіл/дифеніл-5-7-пентафтор-7-октен-4-ол-1-ін)-ів (2, 3):



Цінність структури сполук (2, 3) в їх поліфункціональності: містять в собі чотири функціональні групи (поліфторзаміщений етиленовий зв'язок, термінальна ацетиленова група, гідроксигрупа, алкіл/феніл-радикали), які водночас є фармакофорами, що забезпечує потенційну біологічну активність синтезованих сполук (2, 3).

Як відомо з літературних джерел, трифторпропілзаміщені ацетиленові спирти утворюються шляхом взаємодії фторвмісних карбонільних сполук з літіюорганічними похідними в жорстких умовах (температура – 78°C) та не містять в собі одночасно два фармакофорних фрагмента, а саме етиленовий і фторзаміщений ацетиленовий зв'язки [1, 2].

Спосіб отримання сполук (2, 3) містить в собі принципово нові моменти, які відрізняють порядок проведення синтезу від описаних в літературі та умови проведення реакції: проведення синтезу в потоці аргону при температурі – 40–5°C з повільним підвищенням температури до кімнатної і витриманням реакційної суміші певний час при цій температурі з послідовним ідентифікуванням син-

тезованих сполук (2, 3) шляхом фракційної перегонки у вакуумі.

Суть винаходу.

В основу винаходу поставлено спосіб отримання сполук (1,3,3,4-тетрагідро-8,8-діалкіл/дифеніл-5-7-пентафтор-7-октен-4-ол-1-ін)-ів (2, 3), які містять в молекулі поліфторзаміщений етиленовий зв'язок і термінальну ацетиленову групу одночасно, та отримуються за допомогою реакції металювання поліфторзаміщеного ацетиленового спирту (1) 6-ти кратним надлишком літіюорганічного реагенту (метиллітію, феніллітію) в потоці аргону при температурі від -40°C до -5°C.

Ознаки способу.

Методики синтезу.

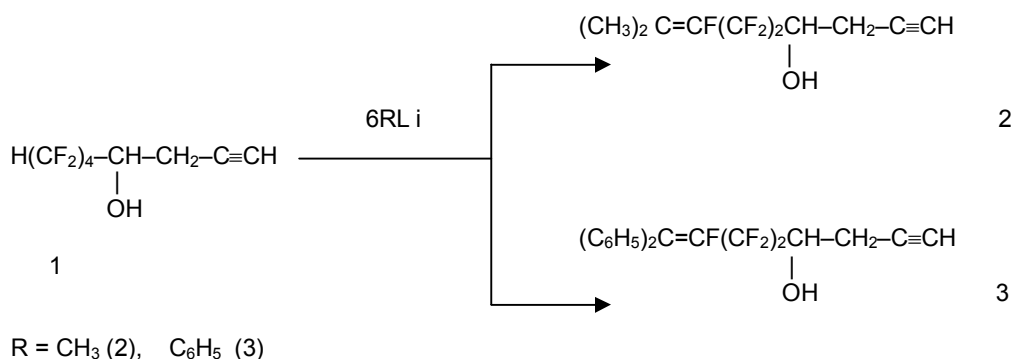
1,3,3,4-Тетрагідро-8,8-диметил-5-7-пентафтор-7-октен-4-ол-1-ін (2). Отримують із 3 г (0,011 моль) алкіна (1) та 1,44 г (0,066 моль) метиллітію в 200 мл сухого ефіру при -40°C в атмосфері аргону. Тримають реакційну суміш при кімнатній температурі та перемішують 1 годину, додають насичений розчин амонію хлористого, екстрагують ефіром, сушать над магнієм сульфатом. Після перегонки розчинника залишок фракціонують у вакуумі. Температура кип. алкіна (2) 92°C (20 мм рт.ст.), n_D^{20} 1,4118. Вихід 55,76%.

1,3,3,4-Тетрагідро-8,8-дифеніл-5-7-пентафтор-7-октен-4-ол-1-ін (3). Отримують аналогічно алкіну (2) із 1,5 г (0,0055 моль) алкіна (1) та 2,8 г (0,033 моль) феніллітію в 100 мл сухого ефіру. Температуру суміші доводять до 0°C та перемішують 1 годину, додають насичений розчин амонію хлористого, виливають в підкислену сірча-

ною кислотою воду, екстрагують чотирьоххлористим вуглецем. Сушать над магнієм сульфатом. Після перегонки розчинника залишок фракцій-

нують у вакуумі. Температура кип. алкіна (3) 145°C (0,09 мм рт.ст.), n_D^{20} 1,5242. Вихід 46%.

Схема реакцій



Результати елементного аналізу та спектральні характеристики синтезованих сполук (2, 3) представлено в таблицях 1, 2.

Таблиця 1

Результати елементного аналізу сполук 2, 3

№ сполуки	Знайдено, %		Обчислено, %	
	С	Н	С	Н
2	50,17	5,12	49,60	4,60
3	70,46	5,33	65,84	4,25

Таблиця 2

Спектральна характеристика сполук 2, 3

№ сполуки	Бруто-формула	ІЧ-спектр (КВг), см ⁻¹ , ν	Спектр ПМР (ДМСО-д6), м.д., (δ, Гц)
2	C ₁₀ H ₁₁ F ₅ O	1120-1140 (CF), 1600-1640 (C=C), 3310 (CH≡), 3200-3600 (OH).	2,046, 2,139 д.д. (АВ-система 2H, C ₂ HaHb, 2j HaHb 6,2 Гц), 2,484 т. (1H, CH≡, 4 jH, H 2,8 Гц), 2,396–2,498 м. (6H, 2 CH ₃), 4,270 д.м. (1H, C ₄ H, 3 jH, Fa 17,5 Гц), 6,363 д. (1H, OH, 3 jH, H 7,8 Гц).
3	C ₂₀ H ₁₅ F ₅ O	650-800 (Ar), 1120-1180 (CF), 1600–1680 (C=C), 3310 (CH≡), 3200-3600 (OH).	2,436, 2,539 д.д. (АВ-система, 2H, C ₃ HaHb, 2j HaHb 18 Гц), 2,862 т. (1H, CH≡, 4 jH, H 2,6 Гц), 3,920-4,350 м. (1H, C ₄ H, 3 jH, Fa 20 Гц), 6,491 д. (1H, OH, 3 jH, H 7,6 Гц), 7,490-7,700 м. (10H, 2 C ₆ H ₅).

Література

1. Henne A.L., Nager Maxwell. Trifluoropropine. II. The triple bond and the acetylenic hydrogen. // J. Am. Chem. Soc. – 1952. – V. 74. – P. 650–2.

2. Drakesmith F., Stewart O., Tarrant P. The preparation and reaction of lithium derivatives of trifluoropropene and trifluoropropyne. // J. Org. Chem. – 1963. – V. 33. – 1 – P. 280–5.

Тираж 50 екз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»

Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03

