



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **68896** (13) **U**  
(51) МПК (2012.01)  
**C07D 239/553** (2006.01)  
**C07C 21/00**  
**A61K 33/16** (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<b>(21)</b> Номер заявки: <b>u 2011 13200</b>	<b>(72)</b> Винахідник(и): <b>Вельчинська Олена Василівна (UA)</b>
<b>(22)</b> Дата подання заявки: <b>09.11.2011</b>	<b>(73)</b> Власник(и): <b>НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ</b>
<b>(24)</b> Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>10.04.2012</b>	<b>УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ О.О.БОГОМОЛЬЦЯ,</b>
<b>(46)</b> Публікація відомостей про видачу патенту: <b>10.04.2012, Бюл.№ 7</b>	<b>бул. Шевченка, 13, м. Київ-4, 01601 (UA)</b>

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ДЕЙТЕРОВАНОГО ПОЛІФТОРОВМІСНОГО СПИРТУ-1,3,3,4,10-ПЕНТАГІДРОДОДЕКАФТОР-1-ДЕЦИН-4-ОЛУ**

**(57) Реферат:**

Спосіб отримання дейтерованого поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододафтор-1-децин-4-олу шляхом витримання сполуки в дейтерованому диметилсульфоксиді (ДМСО) в присутності дейтерованого гідроксиду натрію протягом 3-х тижнів з виділенням кінцевого продукту - поліфторовмісного ацетиленового спирту -1,3,3,4,10-пентагідрододафтор-1-децин-4-олу, дейтерованого за чотирма позиціями.

UA 68896 U



Корисна модель належить до хімії фторовмісних ацетиленових сполук, а саме, до 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу (далі, сполука), яка може бути використана як модель для вивчення ступеню лабільності атомів водню в молекулах даного типу та напрямків проведення хімічних реакцій.

5 Сполука вступає в реакцію гетеролітичного заміщення атомів водню на дейтерій в умовах лужного каталізу.

Метод введення "дейтерієвої ознаки" був розроблений для представників декількох класів органічних сполук, але для поліфторовмісних ацетиленових сполук з термінальним потрійним зв'язком не розроблявся [1,2].

10 Цей метод використовують в органічній хімії для дослідження будови нової органічної сполуки або механізму реакції.

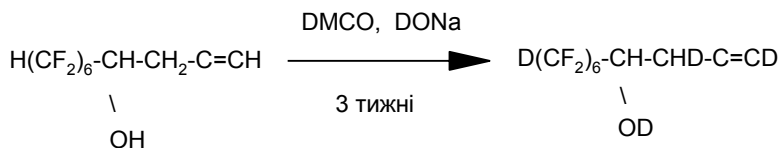
Даний метод був використаний з метою дослідження реакційної здатності атомів водню в молекулі синтезованої сполуки. Реакція проводилася в дейтерованому диметилсульфоксиді (ДМСО) в присутності дейтерованого гідроксиду натрію. Контроль обміну атомів водню здійснювався за допомогою запису ПМР-спектрів протягом 3-х тижнів.

15 Встановлено порядок обміну атомів водню на дейтерій, що дозволяє спланувати коло хімічних реакцій, в які вступає нова хімічна сполука.

Знайдено, що протон ацетиленової термінальної групи замінюється на дейтерій в першу чергу. Потім відбувається заміна на дейтерій протонів поліфторовмісного радикалу та гідроксигрупи, що дає можливість проводити хімічні реакції з метою дослідження хімічних властивостей сполуки по термінальному ацетиленовому зв'язку, гідроксигрупі та поліфторовмісному радикалу молекули.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки способу отримання дейтерованого поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу з метою дослідження лабільності атомів водню молекули шляхом витримання сполуки в дейтерованому диметилсульфоксиді (ДМСО) в присутності дейтерованого гідроксиду натрію протягом 3-х тижнів з виділенням кінцевого продукту - поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу, дейтерованого за чотирма позиціями (схема 1).

Схема 1



30 Реакції проводилися дейтерованому диметилсульфоксиді (ДМСО) в умовах каталізу дейтерованим гідроксидом натрію з метою забезпечення отримання поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу, дейтерованого за чотирма позиціями. Практичний вихід 82 %.

35 Ознаки способу.

Методика виконання реакції обміну протонів молекули 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу на дейтерій.

Приготування розчину № 1.

40 1 мл дейтерованого (ДМСО) перемішують з 10 краплями дейтерованої води, додають 1 краплю ГМДС. Розчин № 1 використовують для приготування розчину № 2.

Приготування розчину № 2.

До розчину № 1 додають 10 крапель сполуки (синтезована сполука – кристалічний порошок).

Приготування розчину № 3.

45 1 мл дейтерованого (ДМСО) перемішують з 1 краплею ГМДС, 10 краплями сполуки, 0,5 мл розчину дейтерованого гідроксиду натрію.

Розчин № 2 - розчин порівняння. Практичний вихід сполуки після реакції обміну протонів на дейтерій - 3.450 г (82 %).

50 Індивідуальність кінцевого продукту - дейтерованої сполуки контролювали методом тонкошарової хроматографії (ТШХ), склад підтверджували даними елементного аналізу.

Спектр протонного магнітного резонансу (ПМР) виділеної сполуки записували на приладах "Bruker WP-200" (виробник "Bruker", Switzerland), "Varian T-60" (виробник "Varian", USA) з робочою частотою 200-132 МГц у виді розчинів ДМСО-D<sub>6</sub> та CFB<sub>3</sub> (тетраметилсилан (TMC) та гексаметилдисилоксан (ГМДС)).

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

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

5 Хроматограма, ІЧ-, ПМР-спектри кінцевого продукту ідентифікували у порівнянні з хроматограмою, ІЧ-, ПМР-спектрами вихідної сполуки.

Виділена сполука - кристалічний білий порошок, Т. пл. 37-39 °С.

Дані елементного аналізу на С, Н, N виділеної сполуки відповідають розрахованим значенням.

10 В ІЧ-спектрі виділеної сполуки ідентифіковано сигнали атомів фтору при 1140, 1170 см<sup>-1</sup>, групи -СН- при 2860, 2920 см<sup>-1</sup> Не спостерігається сигнал групи С=СН при 3310 см<sup>-1</sup> та групи -ОН при 3460 см<sup>-1</sup>.

В ПМР-спектрі виділеної сполуки відсутні сигнали протонів у складі поліфторовмісного радикалу (H(CF<sub>2</sub>)<sub>6</sub>-) у виді триплету триплетів при 6,832 м.ч., термінальної ацетиленової групи (-С=СН-) у вигляді синглету при 2,668 м.ч., гідроксигрупи у виді дублету при 6,554 м.ч.

15 Співвідношення інтегральних інтенсивностей сигналів в ПМР-спектрі виділеної сполуки вказує на відсутність в метиленовій групі одного протону (схема 2).

Схема 2



20 В ПМР-спектрі сполуки (розчин № 3), який записано через 2 тижні відсутні сигнали протонів поліфторовмісного радикалу при 6,832 м.ч.(триплет триплетів), термінальної ацетиленової групи при 2,668 м.ч. (синглет), гідроксигрупи при 6,554 м.ч. Через 3 тижні в ПМР-спектрі сполуки (розчин № 3) було ідентифіковано два сигнали двох протонів при 4,223 м.ч.((CF<sub>2</sub>)<sub>6</sub>-CH-) та при 2,470 м.ч. (-CHD-), на що вказують дані інтегральної інтенсивності та елементного аналізу.

25 В ПМР-спектрі сполуки (розчин № 2) змін не спостерігалось, що свідчить про відсутність реакції обміну протонів на дейтерій в даних умовах.

В результаті експерименту можна зробити висновок, що обмін протонів на дейтерій в молекулі 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу відбувається лише в умовах лужного каталізу та за визначеною чергою, що можна використовувати під час проведення реакцій заміщення.

30 На відміну від описаних в літературі реакцій обміну протонів на дейтерій відрізняється тим, що дана реакція вивчена на якісно новій моделі - молекула поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу, а також знайдено, що обмін протонів на дейтерій в молекулі 1,3,3,4,10- пентагідро-додекафтор-1-децин-4-олу відбувається лише в умовах лужного каталізу.

35 Фізико-хімічні характеристики та дані елементного аналізу виділеної сполуки наведено в таблиці.

Таблиця

Фізико-хімічні характеристики та дані елементного аналізу сполуки

Знайдено, у % С Н	Брутто-формула	Обчислено, у %, С Н	ІЧ-спектр (KBr), см <sup>-1</sup> γ	Спектр ПМР (ДМСО-D <sub>6</sub> ГМДС), δ, м.ч. (J, Гц)
32,16 0,12	C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> F <sub>12</sub> O	32,46 1,64	1140,1170 (C-F), 2128 (C=C), 2860- 2920 (CH).	2.470 (1H, C <sup>3</sup> H, д.д., <sup>2</sup> J <sub>H,H</sub> , 18,0 Гц), 4.223 (1H, CF <sub>2</sub> CH-, с, <sup>3</sup> J <sub>H,F</sub> 20,0 Гц).

40 Задачею корисної моделі є розробка способу отримання дейтерованого поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу з метою дослідження лабільності атомів водню молекули шляхом витримання сполуки в дейтерованому диметилсульфоксиді (ДМСО) в присутності дейтерованого гідроксиду натрію протягом 3-х

тижнів з виділенням кінцевого продукту - поліфторовмісного ацетиленового спирту - - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу, дейтерованого за чотирма позиціями.

Джерела інформації:

1. Мэррей А. Синтезы органических соединений с изотопами водовода / А. Мэррей, Д. Уильяме. - М.: Мир, 1961. - С. 28-75.
2. Henne A.L. Trifluoropropyne.il. The triple bond and the acetylenic hydrogen / A.L. Henne, Maxwell Nager // J. Am. Chem. Soc.-1952. - V.74. - P.650-652.

#### ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 10 Спосіб отримання дейтерованого поліфторовмісного ацетиленового спирту - 1,3,3,4,10-пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу шляхом витримання сполуки в дейтерованому диметилсульфоксиді (ДМСО) в присутності дейтерованого гідроксиду натрію протягом 3-х тижнів з виділенням кінцевого продукту - поліфторовмісного ацетиленового спирту -1,3,3,4,10-
- 15 пентагідрододекафтор-1-децин-4-олу, дейтерованого за чотирма позиціями.

---

Комп'ютерна верстка Л. Купенко

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601