

Спектр ПМР (в ДМСО-d<sub>6</sub>, δ, м. д.): 7.4—7.5 м (3H) и 7.1—7.22 д (2H, аромат. 3.11 с (2H, Н<sup>α</sup>), 2.10 с (4H, Н<sup>β</sup>), 1.79 с (4H, Н<sup>γ</sup>), 0.95 с (12H, СН<sub>3</sub>). Найдено %: С 79.84; Н 8.39; N 4.52. С<sub>23</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>2</sub>. Вычислено %: С 79.03; Н 7.8 N 4.01.

ИК спектры записывали на приборе UR-20, спектры ЯМР <sup>1</sup>H и <sup>13</sup>C регистрировали на спектрометре Tesla BS-567A, рабочая частота 10 и 25.14 МГц соответственно, масс-спектры — на приборе МХ-1310. Температуры плавления определяли на приборе Voetius.

#### Список литературы

- [1] Ваняг Г. Я., Станкевич Э. И. // ЖОХ. 1960. Т. 30. Вып. 10. С. 3287—3292.
- [2] Viswanthan N., Rawle N. N., Gawad D. N. // J. Chem. Res. 1985. N 8. Vol. 1. P. 244—245.
- [3] Jonescu M. V., Georgescu V. N. // Bull. Soc. chim. 1926. N 4. Vol. 41. P. 692—700. Soc.

Поступило 26 XI 198

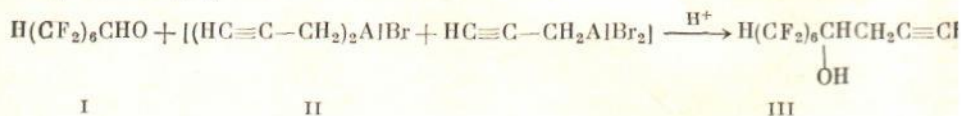
УДК 547.113+547.175

Журнал органической химии  
том 25, вып. 7 (198

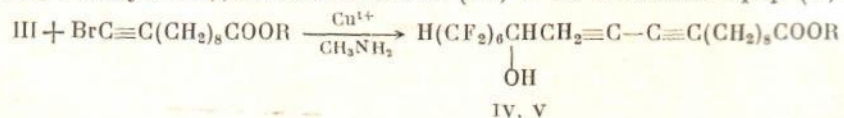
### ПОЛИФТОРЗАМЕЩЕННЫЕ МОНОАЦЕТИЛЕНОВЫЕ И ДИАЦЕТИЛЕНОВЫЕ СОЕДИНЕНИЯ

О. А. Радченко, Е. В. Прошакова, А. Н. Котлиская,  
А. Я. Ильченко

Изучение фармакологических свойств природных диеновых и полиеновых метаболитов [1] показывает, что для поиска физиологически активных соединений перспективными являются синтезы аналогов природных ацетиленовых соединений. Нами найден препаративный метод получения полифтороксизамещенных моноацетиленовых соединений с помощью фторзамещенных альдегидов типа (I) и алюминийпропаргильных соединений (II).



Соединение (III) получается с хорошим выходом, дает качественную реакцию на терминальную ацетиленовую связь с солями одновалентной меди. Из моноацетиленового соединения (III) по реакции Ходкевича-Кадио [2] получена диеновая кислота (IV) и ее этиловый эфир (V).



R = H (IV), C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> (V).

Состав и строение соединений (III—V) подтверждены данными элементного анализа, ЯМР и ИК спектров.

Спектры ПМР сняты на приборе Bruker WP-200 (200 МГц), соединения (III) и (V) в CDCl<sub>3</sub> относительно ГМДС. ИК спектры сняты на спектрофотометре UR-20.

1,3,3,4,10-Пентагидрододекафтор-1-децин-4-ол (III) Пропаргилалюминийсесквибромид (II) получали из 5 г алюминиевой

стружки и 32.8 г 3-бромпропина в 180 мл ТГФ в присутствии каталитических количеств  $\text{HgCl}_2$  по методу [3]. Полученную смесь охлаждали до  $-10 \div -15^\circ\text{C}$  и прибавляли по каплям 60 г моногидроперфторгептаналя (I), оставляли на 12 ч. Смесь кипятили 12—15 ч, охлаждали до  $0^\circ\text{C}$ , разлагали раствором хлористого аммония, подкисляли 2н.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , экстрагировали эфиром ( $3 \times 100$  мл). Сушили сульфатом магния, растворитель отгоняли, остаток перегоняли в вакууме. Выход 49.8 г. (74%), т. кип.  $64-68^\circ\text{C}$  (0.06 мм рт. ст.), т. пл.  $37^\circ\text{C}$  (из гексана). ИК спектр ( $\lambda$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ): 1140, 1170 (CF), 2860, 2920 (CH), 3310 ( $\text{C}\equiv\text{CH}$ ), 3460 (OH). Спектр ПМР ( $\delta$ , м. д.): 2.07 т (1H,  $\text{C}^1\text{H}$ ,  $J$  2.7 Гц), 2.64 м (2H,  $\text{C}^2\text{H}_2$ ), 2.93 с (OH), 4.27 м (1H,  $\text{C}^3\text{H}$ ), 5.96 т. т (1H,  $\text{C}^{10}\text{H}$ ,  $^2J_{\text{H,F}}$  49.5,  $^3J_{\text{H,F}}$  5.5 Гц). Найдено %: С 32.16; Н 1.60.  $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{F}_{12}\text{O}$ . Вычислено %: С 32.46; Н 1.64.

15-(6-Гидроперфторгексил)-15-гидрокси-10,12-пентадекадиновую кислоту (IV) получали по реакции Ходкевича—Кадно [2] из 5 г алкинола (III) и 3.53 г бромундециновой кислоты в водном метаноле в присутствии метиламина. Выход 6.5 г (87%), т. пл.  $67-68^\circ\text{C}$  (из гексана). Вещество при хранении приобретает розовую окраску. ИК спектр ( $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ): 1140, 1190 (CF), 1696 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 2860, 2936 (CH), 2800—3200 (COOH), 3500 (OH). Спектр ПМР ( $\delta$ , м. д., ацетон- $d_6$ ): 1.34 м (8H,  $\text{C}^4-7\text{H}_2$ ), 1.49 м (2H,  $\text{C}^8\text{H}_2$ ), 1.56 м (2H,  $\text{C}^9\text{H}_2$ ), 2.28 м (4H,  $\text{C}^2\text{H}_2$ ,  $\text{C}^9\text{H}_2$ ), 2.76 м (2H,  $\text{C}^{14}\text{H}_2$ ), 3.31 с (1H, OH), 4.48 м (1H,  $\text{C}^{15}\text{H}$ ), 6.82 т. т (1H,  $\text{C}^{21}\text{H}$ ,  $^2J_{\text{H,F}}$  49.5,  $^3J_{\text{H,F}}$  5.5 Гц), 9.20 с (1H, COOH). Найдено %: С 45.90; Н 4.10.  $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{F}_{12}\text{O}_3$ . Вычислено %: С 45.80; Н 4.03.

Этиловый эфир 15-(6-гидроперфторгексил)-15-гидрокси-10,12-пентадекадиновой кислоты (V) получали аналогично из 5.28 г алкина (III) и 4 г этилового эфира бромундециновой кислоты. Выход 3.54 г (44%), легкоплавкие кристаллы (гексан, дважды,  $0^\circ\text{C}$ ). ИК спектр ( $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ): 1140, 1180—1210 (CF), 1700 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 2860, 2930 (CH), 3430 (OH). Спектр ПМР ( $\delta$ , м. д.): 1.25 м (8H,  $\text{C}^4-7\text{H}_2$ ), 1.46 м (2H,  $\text{C}^8\text{H}_2$ ), 1.55 м (2H,  $\text{C}^9\text{H}_2$ ), 2.15—2.29 м (4H,  $\text{C}^2\text{H}_2$ ,  $\text{C}^9\text{H}_2$ ), 2.70 м (2H,  $\text{C}^{14}\text{H}_2$ ), 4.28 м (1H,  $\text{C}^{15}\text{H}$ ), 5.99 т. т (1H,  $\text{C}^{21}\text{H}$ ,  $^2J_{\text{H,F}}$  49.5,  $^3J_{\text{H,F}}$  5.5 Гц). Найдено %: С 47.50; Н 4.53.  $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{F}_{12}\text{O}_3$ . Вычислено %: С 47.76; Н 4.53.

#### Список литературы

- [1] Welch J. T. // Tetrahedron. 1987. Vol. 43. N 14. P. 3123—3197.  
[2] Dumond J.—L., Chodkiewicz W., Cadot P. // Bull. Soc. chim. 1967. P. 588.  
[3] Nazarski R., Skolimowski J., Skowronski R. // Pol. J. Chem. 1979. Vol. 53. N. 4. P. 821—828; РЖХим. 1980. 7Ж 272.

Институт органической химии  
Академии наук Украинской ССР  
Киев

Поступило 26 VII 1988

УДК 547.292'26.07 (088.8)

Журнал органической химии,  
том 25, вып. 7 (1989)

### О ВЗАИМОДЕЙСТВИИ ОКСИ ТЕТРАФТОРЭТИЛЕНА СО СПИРТАМИ

В. А. Сошин, Н. Б. Павлова

Взаимодействие окиси тетрафторэтилена (I) с нуклеофильными реагентами сопровождается раскрытием оксиранового цикла и полной или частичной потерей атомов фтора. В работе [1] показано, что реакция окиси (I) с этанолом протекает с образованием диэтилоксалата (III).