университет растительных полимеров

Михальченко Марина Николаевна

ПОЛУЧЕНИЕ ТРИФТОРАЦЕТАТА ТЕРПИНА

Руководитель: д.х.н., проф. Тришин Ю. Г.

2007 год

Известные сложные эфиры на основе терпеновых спиртов

Цитронеллилформиат

Терпенилацетат

Линалилацетат

Вальтерилацетат

Сложные эфиры терпеновых спиртов и трифторуксусной кислоты

$$CF_3COOH$$
 CF_3COOH CF_3COOH CCF_3COOH CCF_3C

СН3
$$(CF_3CO)_2O$$
 $-CF_3COOH$ $-CF_3COOH$ $-CF_3COOH$ $-CF_3COOH$ $-CF_3COOH$ $-CF_3COOH$ $-CF_3COOH$ $-CH_3$ $-CH_3$

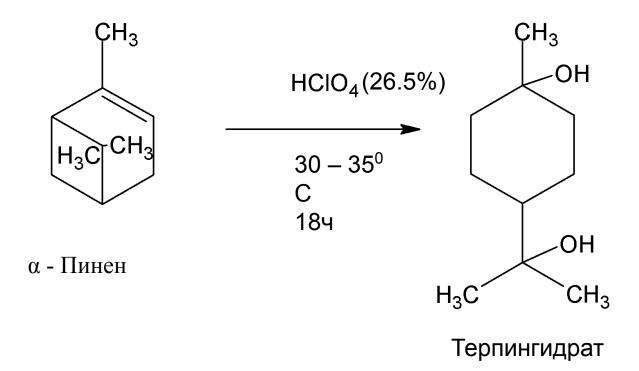
Ментол

3

Получение трифторацетатов терпина

$$CH_3$$
 CH_3 CH_3 $CCIO)$ CF_3COOH CF_3COOH CF_3COOH CF_3COOH $CIO)$ CIO

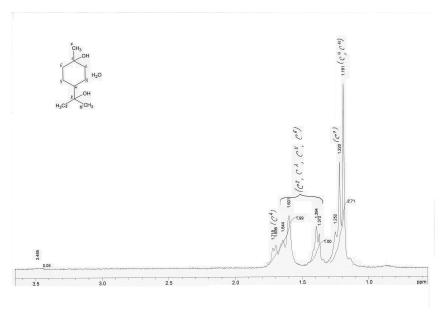
Получение терпингидрата

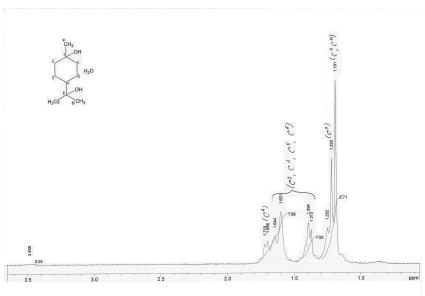


ЯМР ¹Н спектры терпингидрата

1) Синтезированный образец

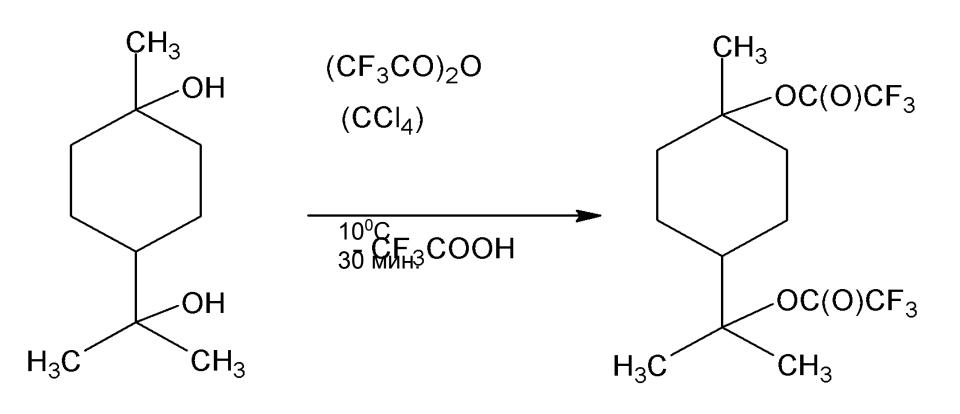
2) Стандартный образец





- 1. Метиновый протон у C^4 мультиплет δ 1.68 1.75 м.д.
- 2. Протоны метильной группы C^7 синглет δ 1.22 м.д.
- 3. Метильные протоны в изопропильном радикале синглет $\delta 1.19$ м.д.
- 4. Метиленовые протоны C^2 , C^3 , C^5 , C^6 мультиплет δ 1.33 1.65 м.д.

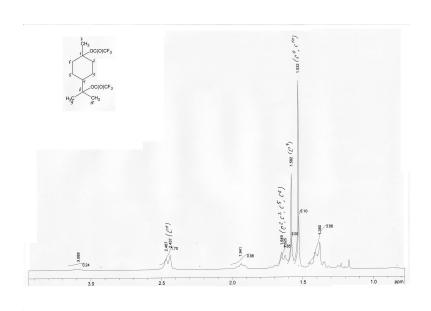
Получение бистрифторацетата терпина из терпингидрата

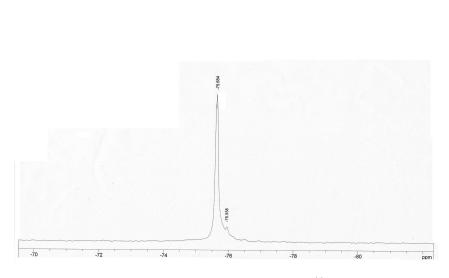


Терпингидрат

Бистрифторацетат терпина

ЯМР спектры бистрифторацетата терпина





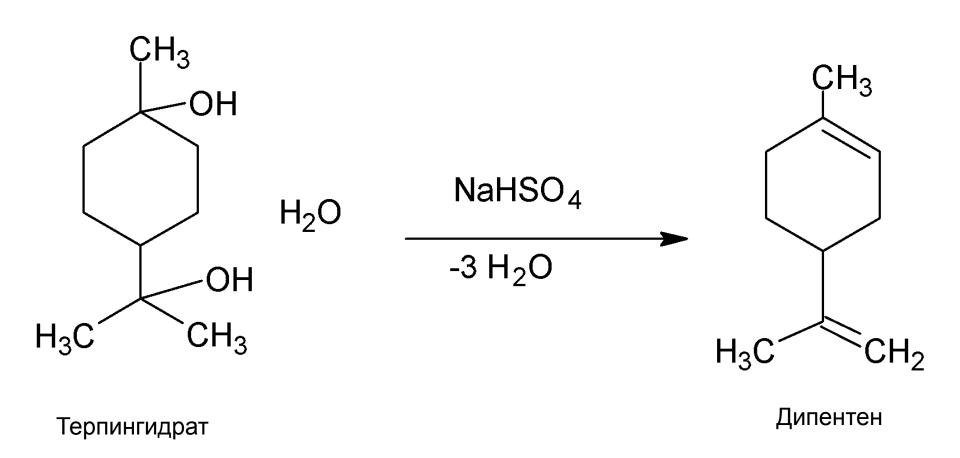
ЯМР ¹⁹F спектр

 $\delta_{_{\rm F}}$ - 75.65 м.д.

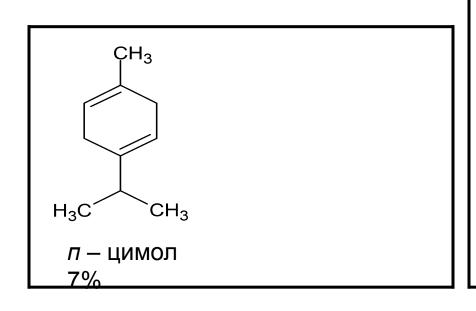
ЯМР ¹H спектр

- 1. Метиновый протон C^4 мультиплет δ 2.44 м.д. (1.70 м.д.)
- 2. Протоны метильной группы C^7 синглет δ 1.58 м.д. (1.22 м.д.)
- 3. Метильные протоны в изопропильном радикале синглет δ 1.53 м.д.(1.19 м.д.)
- 4. Метиленовые протоны у C^2 , C^3 , C^5 , C^6 мультиплет δ 1.65 1.80 м.д.(1.33 1.65 м.д.)

Получение дипентена



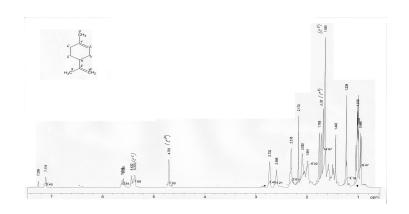
Состав технического дипентена



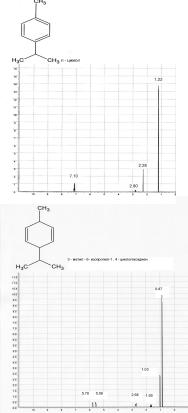
От 5% до 10% содержание каждого

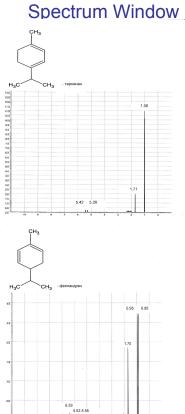
- **1** α Терпинен
- 2 γ Терпинен
- 3 α Фелландрен
- 4 3- Метил-6-изопропил-1,4циклогексадиен

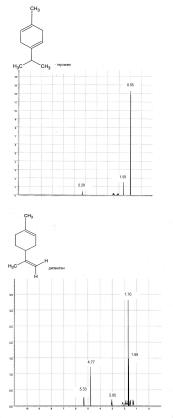
ЯМР 1 Н спектр полученного технического дипентена



Теоретические ЯМР ¹Н спектры изомерных терпенов, созданные с помощью программы ACD/HNMP







Взаимодействие технического дипентена с трифторуксусной кислотой

$$\begin{array}{c} \mathsf{CH_3} \\ \mathsf{CF_3COOH} \\ \mathsf{(C_6H_5CH_3)} \\ \mathsf{H_3C} \\ \mathsf{CH_2} \\ \end{array} \begin{array}{c} \mathsf{CH_3} \\ \mathsf{OC(O)CF_3} \\ \mathsf{H_3C} \\ \mathsf{CH_3} \\ \end{array}$$

Также, вероятно, образуются

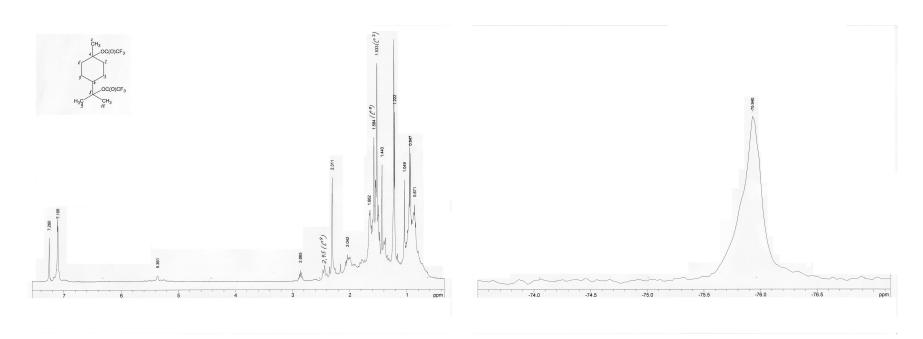
$$F_3C(O)CO$$
 $OC(O)CF_3$
 H_3C
 CH_3

$$F_3$$
C(O)CO $OC(O)CF_3$

$$F_3C(O)CO$$
 $OC(O)CF_3$
 H_3C
 CH_3

$$\begin{array}{c} \text{CH}_3\\ \text{OC(O)CF}_3\\ \\ \text{OC(O)CF}_3\\ \\ \text{CH}_3\\ \end{array}$$

Спектры ЯМР продукта взаимодействия технического дипентена с трифторуксусной кислотой



ЯМР ¹H спектр

- 1. Метильные протоны C^7 синглет δ 1.53 м.д. (1.66 м.д.)
- 2. Метильные протоны C^9 синглет δ 1.58 м.д. (1.70 м.д.)
- 3. Метиновый протон C^4 мультиплет δ 2.45 м.д.(3.05м.д.)
- 4. Отсутствует сигнал метинового протона у C^2 (5.33м.д.)

ЯМР ¹⁹F спектр

 $\delta_{_{\rm F}}$ - 75.94 м.д.

Выводы

- 1. В результате взаимодействия терпингидрата с трифторуксусным ангидридом впервые получен бистрифторацетат терпина, строение которого подтверждено данными ЯМР ¹Н и ¹⁹F спектроскопии.
- 2. Показано, что при действии избытка трифторуксусной кислоты на технический дипентен, представляющий собой смесь терпенов *п* ментанового ряда, происходит присоединение кислоты практически по всем связям C=C.