ՀԱՅԿԱԿԱՆ ՔԻՄԻԱԿԱՆ ԱՄՍԱԳԻՐ
АРМЯНСКИЙ ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
XXXI, № 9, 1978

УДК 547.66.095.25

# ЦИКЛОДЕГИДРАТАЦИЯ ДИФЕНИЛТРИФТОРМЕТИЛКАРБИНОЛА В 9-ТРИФТОРМЕТИЛФЛУОРЕН

А. О. ГУКАСЯН и Г. М. ШАХНАЗАРЯН

Ереванский государственный университет

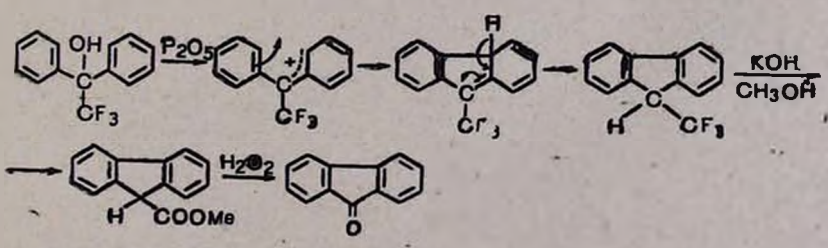
Поступило 21 III 1978

Ранее нами было показано, что бензгидрол и фенилвинилкарбинол под действием пятиокиси фосфора подвергаются дегидратации с переносом реакционного центра, образуя продукты циклизации—флуорен и инден, соответственно [1].

В настоящей работе этот метод распространен на дифенилтрифторметилкарбинол. Ранее были описаны попытки осуществить циклодегидратацию названного соединения концентрированной серной кислотой, однако структуры полученных продуктов не были установлены. Отмечалось, что 9-трифторметилфлуорен в этой реакции не образуется [2].

В данной работе в результате циклодегидратации дифенилтрифторметилкарбинола нами получен с хорошими выходами (78%) 9-трифторметилфлуорен, структура которого установлена спектроскопическими (ИК и УФ) и химическими методами. В ИК спектре отсутствует полоса поглощения при 3460 $см^{-1}$ неассоциированной ОН группы исходного карбинола. В УФ спектре имеются максимумы при 225, 255, 263, 290 и 300 *нм*, хорошо согласующиеся со спектрами флуоренов аналогичного строения [2]. Наличие $CF_3$ группы показано положительной галоформной пробой по Фудживару [3].

Под действием метанольного раствора КОН 9-трифторметилфлуорен превращен в известный метиловый эфир флуорен-9-карбоновой кислоты, переведенный дальнейшим окислением перекисью водорода в флуоренон.



## Экспериментальная часть

Исходный дифенилтрифторметилкарбинол получен по [4].

ИК спектры сняты на спектрофотометре UR-10 в вазелиновом масле, УФ спектры—на спектрофотометре СФ-16 в этаноле.

*9-Трифторметилфлуорен.* Смесь 5 *г* (0,02 моля) дифенилтрифторметилкарбинола и 0,5 *г* (0,003 моля) фосфорного ангидрида в 60 *мл* циклогексана кипятили 25 час., затем вылили на лед, экстрагировали эфиром, высушили над сульфатом магния. После отгонки растворителя остаток перекристаллизовали из метанола и выделили 3,6 *г* (78,5%) 9-трифторметилфлуорена. Т. пл. 68°. Найдено %: C 71,78; H 3,85. $C_{14}H_9F_3$. Вычислено %: C 71,80; H 3,84. Дает положительную галоформную пробу.

*Метиловый эфир флуорен-9-карбоновой кислоты.* Смесь 1,2 *г* (0,005 моля) 9-трифторметилфлуорена и 25 *мл* 1 *н* раствора KOH в метаноле кипятили в течение 1 часа, затем при охлаждении добавили 1 *н* раствор HCl (30 *мл*). После экстрагирования эфиром, упаривания и перекристаллизации из метанола выделили 0,9 *г* (45%) метилового эфира флуорен-9-карбоновой кислоты. Т. пл. 64—65° [5]. Дает отрицательную галоформную пробу.

*Флуоренон.* К смеси 0,5 *г* (0,002 моля) метилового эфира флуорен-9-карбоновой кислоты и 5 *мл* 5 *н* раствора едкого натра при нагревании на водяной бане и перемешивании прикапано 2 *мл* 30% $H_2O_2$. После 3 час. перемешивания добавили 15 *мл* воды и экстрагировали эфиром. Удалили растворитель, остаток перекристаллизовали из бензол-петролейного эфира. Выделили 0,2 *г* (66%) флуоренона с т. пл. 85—86° [6].

## ЛИТЕРАТУРА

1. *А. О. Гукасян, Г. М. Шахназарян,* Арм. хим. ж., 28, 505 (1975).
2. *S. Cohen,* J. Am. Chem. Soc., 79, 1499 (1957).
3. *Л. Физер, М. Физер,* Реагенты для органического синтеза, т. 1, Изд. «Мир», М., 1970, стр. 187.
4. *T. F. McGrath, R. Levine,* J. Am. Chem. Soc., 77, 3656 (1955).
5. *P. M. G. Bavin,* Anal. Chem., 32, 554 (1960).
6. Словарь орг. соед., т. II, ИЛ, М., 1949, стр. 67.