

ИЗУЧЕНИЕ СТРОЕНИЯ ПРОДУКТОВ ЭЛЕКТРООКИСЛЕНИЯ ТРИФЕНИЛФОСФИНА В ПРИСУТСТВИИ КАМФЕНА

© 2019 г. В. А. Загуменнов^{a, *}, Н. А. Сизова^a, Х. Р. Хаярова^a,
И. А. Литвинов^{b, c}, Ф. А. Карамов^c

^a Казанский (Приволжский) федеральный университет, ул. Кремлевская 18, Казань, 420008 Россия
*e-mail: vzagumen@kpfu.ru

^b Институт органической и физической химии имени А. Е. Арбузова, Федеральный исследовательский центр
«Казанский научный центр Российской академии наук», Казань, Россия

^c Казанский национальный исследовательский технический университет имени А. Н. Туполева (КАИ)

Поступило в Редакцию 2 апреля 2019 г.

После доработки 2 апреля 2019 г.

Принято к печати 15 апреля 2019 г.

Изучено строение продуктов анодного окисления трифенилфосфина в присутствии камфена, проведенного в растворе ацетонитрила с перхлоратом натрия в качестве фоновой соли. Установлено, что основным продуктом является трифенилфосфиноксид, выделенный из раствора в виде сокристаллов свободного трифенилфосфиноксида и комплекса перхлоратной соли натрия с трифенилфосфиноксидом. Молекулярная структура сокристаллов изучена методом рентгеноструктурного анализа. В качестве побочных продуктов электролиза методом ЯМР ¹³C зафиксированы перхлорат трифенилкамфенилфосфония, борнилацетамид, а также терпеновое соединение, имеющее в цикле как трифенилфосфониевый, так и ацетамидный заместители.

Ключевые слова: анодное окисление, камфен, трифенилфосфин, перхлорат трифенилкамфенилфосфония, борнилацетамид

DOI: 10.1134/S0044460X19090087

Ранее было изучено электрохимическое окисление третичных фосфинов в присутствии камфена в растворе ацетонитрила с перхлоратом натрия в качестве фоновой соли [1–5]. Эксперименты показали, что генерируемые на аноде катион-радикалы фосфина вступают далее в две параллельные реакции: с исходным фосфорорганическим соединением и молекулой терпена (схема 1).

При изучении взаимодействия триалкилфосфинов (Et₃P, Pr₃P, *i*-Pr₃P, Bu₃P, Am₃P) с камфеном удалось установить, что в ходе электролиза осуществляются два новых типа процессов: замещение атома водорода при двойной связи камфена с образованием камфенилфосфониевых солей **1** (схема 2, 2.1) и перегруппировка терпенового скелета (изокамфан–борнан) с образованием иминоборнилдифосфониевых солей **2**

(схема 2, 2.2), которые дальше гидролизуются до борнилацетамидофосфониевых солей **3** (схема 2, 2.3).

В отличие от алкилфосфинов при использовании в электросинтезах фосфина с ароматическими заместителями (трифенилфосфин) основным продуктом являлся фосфиноксид Ph₃PO, находящийся

Схема 1.

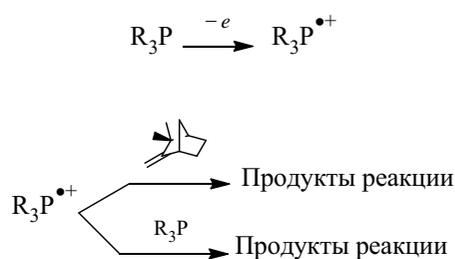
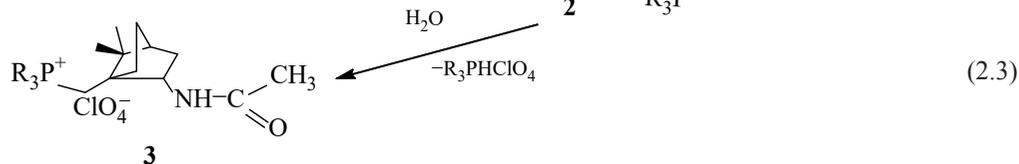
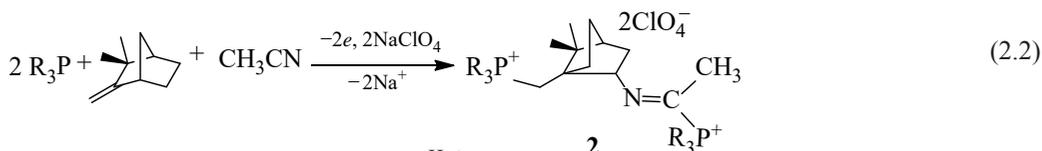
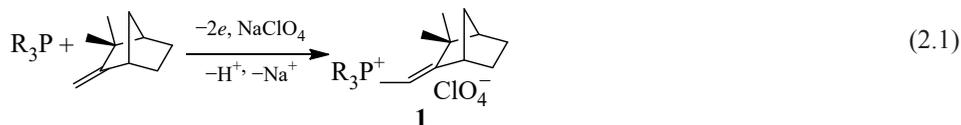


Схема 2.



в растворе в виде комплекса с хлорной кислотой **4**, содержание которого в реакционной смеси превышало 93% [2]. Высказывалось предположение, что такие результаты для электрохимических экспериментов с Ph_3P связаны с особенностями поведения последнего в условиях электролиза (адсорбция на аноде).

Однако до сих пор остался неясным вопрос о возможности (или невозможности) получения электрохимическим способом фосфорилированных камфенов путем присоединения катион-радикалов фосфинов с ароматическими заместителями. С целью выяснения принципиальной возможности такого электросинтеза были предприняты попытки анализа строения минорных продуктов электрохимического окисления трифенилфосфина в присутствии камфена. В том случае, если данные минорные продукты имеют терпеновый фрагменты, то анализ их строения интересен еще и с точки зрения определения влияния природы заместителей при атоме фосфора (Alk или Ar) на пути реакций катион-радикалов третичных фосфинов с камфеном. Результаты проведенных исследований по изучению строения минорных продуктов электроокисления Ph_3P в присутствии камфена представлены в данной статье.

В работе [4] было установлено, что в процессах электроокисления алкилфосфинов в присутствии камфена проведение экспериментов при пониженных анодных потенциалах приводит к увеличению выходов целевых продуктов **1** и **2**. Предполагая, что этот эффект может наблюдаться и в случае

трифенилфосфина, мы провели препаративный электролиз, в котором трифенилфосфин окислялся в присутствии камфена на начальном участке волны, когда потенциалы анода не превышали значений 0.6–0.7 В $\{E_{1/2}(Ph_3P) = 0.9 \text{ В} [6]\}$. Однако изменение условий эксперимента не привело к желаемому результату. По окончании электролиза в реакционной смеси, так же как и в работе [2], основным продуктом являлся комплекс трифенилфосфина (δ_p 32 м. д.), содержание которого было более 95%. Поэтому для выполнения задачи данного исследования был использован другой способ, а именно увеличение относительного содержания в реакционной смеси других продуктов электросинтеза (δ_p 13 и 21 м. д.) методом последовательной кристаллизации и фильтрации избыточного комплекса фосфиноксида **4**.

Поскольку медленно перекристаллизованный из ацетонитрила комплекс **4** является кристаллическим, а сведения о строении и составе комплексов трифенилфосфина с хлорной кислотой в литературе отсутствуют, то было решено провести рентгеноструктурный анализ выделенных кристаллов. Оказалось, что выделенный кристалл соединения **4** представляет собой более сложную структуру, а именно является сокристаллом координационного соединения – комплекса трифенилфосфиноксида с перхлоратом натрия и трифенилфосфиноксида. При этом ион натрия координирован с четырьмя молекулами трифенилфосфиноксида, а одна молекула трифенилфосфиноксида остается свободной и не образует координационных связей с атомом

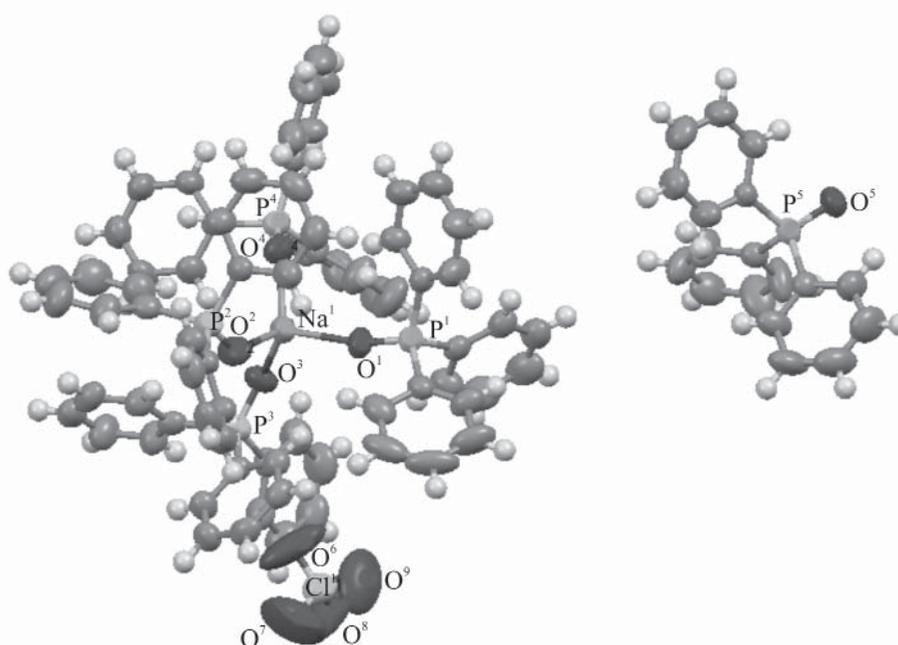


Рис. 1. Геометрия независимой части кристалла комплекса 4.

натрия (рис. 1). Перхлорат-анион также не образует координационных связей с ионом натрия.

В настоящее время известна единственная кристаллическая структура аналогичного комплекса трифенилфосфиноксида с гексафторборатом натрия **5** [7]. Сокристаллов трифенилфосфиноксида с комплексами щелочных металлов с трифенилфосфиноксидом не найдено. Таким образом, кристалл соединения **4** является первым представителем сокристаллов такого типа.

Следует отметить, что геометрия комплекса натрия с трифенилфосфиноксидом в кристаллах соединений **4** и **5** одинакова. Ион натрия имеет практически не искаженную тетраэдрическую координацию. Длины координационных связей Na–O в этих комплексах варьируют от 2.207(1) до 2.248(4) Å. Анионы и свободная молекула трифенилфосфиноксида в кристалле соединения **4** не имеют коротких контактов с ионами натрия вследствие его экранирования объемными лигандами.

Геометрия молекул трифенилфосфиноксида в кристаллах соединений **4** и **5** также обычная. Атомы фосфора имеют незначительно искаженную тетраэдрическую координацию, длины связей P=O в пределах экспериментальных погрешностей одинаковы и соответствуют длинам связей в фос-

финоксидах. При этом не наблюдается различия в длинах связей P=O, координирующих ион натрия, и связи свободной молекулы трифенилфосфиноксида.

Поскольку в кристалле комплекса **4** отсутствуют сильные межмолекулярные взаимодействия типа водородных связей, упаковка кристалла определяется обычными ван-дер-ваальсовыми взаимодействиями и взаимодействиями C–H···O типа с атомами кислорода аниона и фосфорильной группой свободной молекулы фосфиноксида (рис. 2). Контактных, соответствующих взаимодей-

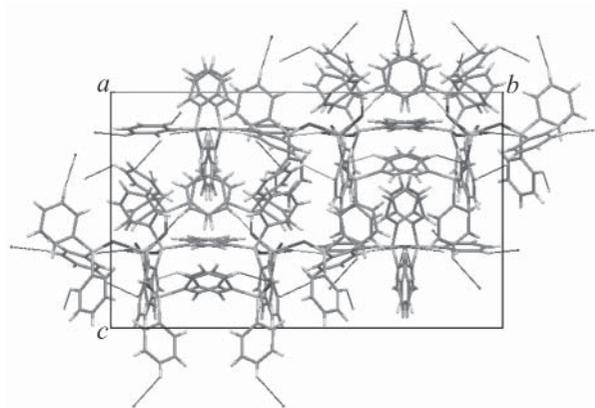


Рис. 2. Молекулярная упаковка в кристалле комплекса 4. Проекция вдоль оси *a*; короткие контакты C–H···O типа показаны пунктирными линиями.

Сравнение химических сдвигов сигналов реакционной смеси с сигналами модельных соединений

Атом С	δ_C , м. д. (J_{PC} , Гц)			
	6		7	
	эксперимент	работа [1]	эксперимент	работа [8]
1	194.4	191.5	49.3	48.4
2	46.3 (5.3)	46.4 (4.9)	58.7	56.7
3	28.6	28.1	37.6	38.9
4	22.9	23.7	44.7	44.8
5	46.6	47.1	26.9	27.0
6	47.4 (13.8)	47.5 (12.2)	36.0	35.9
7	37.8	38.4	47.0	47.0
8	25.9	25.7	20.2	20.3
9	29.6	28.9	20.1	20.3
10	92.7 (93.3)	90.5 (84.5)	11.7	11.7
11			172.8	169.4
12			21.4	23.5

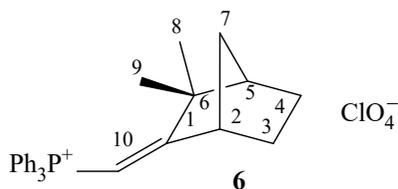
ствиям между ароматическими кольцами, не найдено.

Путем ряда последовательных операций кристаллизации и отделения комплекса **4** удалось повысить содержание в реакционной смеси минорных продуктов электроокисления трифенилфосфина в присутствии камфена (δ_p 13 и 21 м. д.), что позволило получить достаточно отчетливые сигналы атомов углерода этих соединений в спектре ЯМР ^{13}C даже на фоне значительно более интенсивных сигналов ароматических углеродов, принадлежащих в основном продукту **4**. Если исключить из рассмотрения значительно более интенсивные сигналы атомов углерода в ароматической области (120–140 м. д.), то наличие в спектре ЯМР ^{13}C реакционной смеси более 40 сигналов углерода свидетельствует о присутствии в исследуемой смеси еще трех продуктов, кроме описанного выше сокомплекса $(\text{Ph}_3\text{PO})_5 \cdot \text{NaClO}_4$ **4**. Это подтверждается появлением трех сигналов в области, характерной для атомов C_{sp^2} , связанных с акцепторным атомом (или группой), а именно с δ_C , равными 194 (соединение **6**), 172 (соединение **7**) и 167 м. д. (соединение **8**). Приблизительное соотношение интенсивностей этих сигналов было 2:3:1.

Разность в интенсивностях позволила нам провести идентификацию других сигналов в спектре реакционной смеси.

Наличие в спектре дублета в области 92–93 м. д. (имеющего интенсивность, равную интенсивности сигнала с δ_C 194 м. д.) с константой спин-спинового взаимодействия, равной 93 Гц, характерной для углерода кратной связи, соединенного с атомом фосфора, что типично для кратной углерод-углеродной связи камфенилфосфониевой соли [1], позволяет предположить, что одним из изучаемых продуктов реакции является трифенилкамфенилфосфониевая соль **6**. Для подтверждения этой гипотезы нами было проведено сравнение положения ряда сигналов в спектре ЯМР ^{13}C реакционной смеси со значениями химических сдвигов атомов углерода терпенового фрагмента модельного соединения, описанного в литературе, а именно триэтилкамфенилфосфониевой соли [1]. Результаты такого сопоставления сигналов представлены в таблице. Как видно из таблицы, практически полное совпадение значений сигналов для триэтилкамфенилфосфониевой соли и ряда сигналов исследуемой реакционной смеси доказывает наличие в продуктах электроокисления трифенил-

Схема 3.



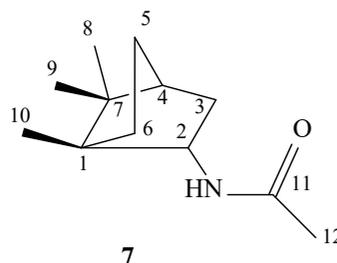
фосфина в присутствии камфена соединения **6** (схема 3).

Можно предположить, что остальные сигналы в спектре реакционной смеси принадлежат продуктам, аналогичным полученным в экспериментах с триалкилфосфинами [фосфониевым солям с борновым заместителем типа **2** и **3** (схема 2)]. Определенную информацию о строении соединений **7** и **8** дает наличие трех пар сигналов с отношением интенсивностей 3:1, а именно указанных ранее сигналов углеродов двойной связи (172 и 167 м. д.), сигналов в области, характерной для связей C–N (58 и 57 м. д.) и наличие двух сигналов в области, характерной для метильных углеродов, связанных с акцепторной группой (12 и 14 м. д.). Эти три пары сигналов наглядно показывают, что в соединениях **7** и **8** имеются ацетамидные группы, что говорит об отсутствии в реакционной смеси иминофосфониевой соли, аналогичной соли **2**, зафиксированной в экспериментах с триалкилфосфинами.

Поскольку в литературе сведения о данных ЯМР ^{13}C борнилацетамидофосфониевых соединений отсутствуют, для расшифровки полученного спектра в качестве модельного соединения был взят борнилацетамид, описанный в работе [8]. Сравнение сигналов борнилацетамида с наиболее интенсивными сигналами спектра реакционной смеси показало, что вместо ожидаемого фосфорилированного борнилацетамида в качестве одного из продуктов реакции присутствует сам борнилацетамид **7**. Сопоставленные в таблице величины химических сдвигов ряда сигналов нашего спектра очень близки со значениями сигналов модельного борнилацетамида (схема 4).

Из наименее интенсивных сигналов, принадлежащих третьему синтезированному соединению **8**, можно отметить сигналы ацетамидной группы (162, 57 и 14 м. д.). Особенностью этого

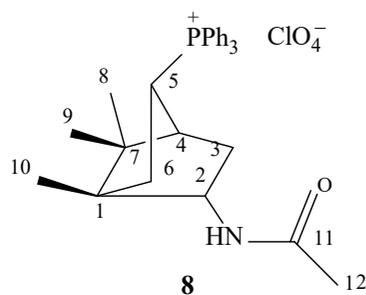
Схема 4.

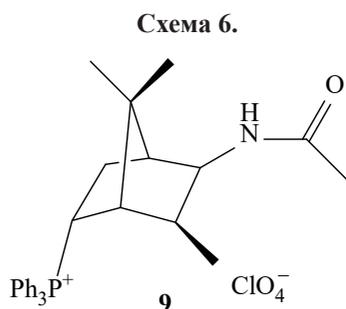


соединения является наличие сигналов в области 32–34 м. д., которые не наблюдаются в спектрах соединений **6** и **7**, в виде двух дублетов со значениями констант спин-спиновой взаимодействия $^1J_{\text{PC}} = 86.5$ Гц и $^2J_{\text{PC}} = 7.2$ Гц. Эти факты позволяют предположить, что еще одним продуктом реакции является фосфорилированный борнилацетамид, в котором трифенилфосфиновая группа находится не у атома C^{10} , как это было в случае экспериментов с триалкилфосфинами, а присоединена непосредственно к борновому скелету. Вполне вероятно, что третий синтезированный продукт имеет структуру **8** (схема 5). Такая структура согласуется и со сдвигами сигналов геминального и вициального углеродов C^5 и C^6 в области большего и меньшего значений соответственно, связанных с фосфониевой группой, что ранее было отмечено для циклоалкенилфосфониевых солей [9]. Однако следует отметить, что остальные сигналы соединения **8** точно идентифицировать затруднительно из-за частичного перекрытия более интенсивными сигналами продуктов реакции **6** и **7**.

Таким образом, если вполне очевидно, что при электроокислении трифенилфосфина в присутствии камфена в качестве продуктов реакции, хоть и с небольшими выходами, образуются камфенилфосфониевая соль **6** и борнилацетамид **7**, то к

Схема 5.





настоящему времени экспериментальных данных пока недостаточно, чтобы третьему продукту была приписана структура **8**. Так, например, всем выделенным нами сигналам, характерным для этого соединения, могут отвечать и другие терпеновые структуры, например с фенхановым скелетом **9** (схема 6).

Очевидно, что образование соединения **6** протекает по пути присоединения анодно-генерированного катион-радикала трифенилфосфина по экзоциклической кратной связи камфена с последующим элиминированием водорода и восстановления двойной связи (схема 2, 2.1). Борнилацетамид **7**, возможно, образуется из нестабильного трифенилфосфониоборнилацетамида (соединение, аналогичное структуре **3** на схеме 2). Для установления точного строения и выяснения путей синтеза третьего зафиксированного продукта реакции, в молекуле которого имеются трифенилфосфониевый и ацетамидный заместители в терпеновом цикле, требуется проведение дополнительных исследований.

Таким образом, при анодном окислении трифенилфосфина в присутствии камфена в ацетонитрильном растворе с использованием в качестве фоновой соли перхлората натрия образуются трифенилфосфиноксид, который выкристаллизовывается в виде сокомплеса состава $(\text{Ph}_3\text{PO})_5 \cdot \text{NaClO}_4$, трифенилкамфенилфосфониевая соль, борнилацетамид, а также циклический терпен, имеющий в цикле как трифенилфосфониевый, так и ацетамидный заместители.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спектры ЯМР реакционной смеси записаны на приборе Varian Unity-300 на рабочей частоте 75 МГц (ЯМР ^{13}C , внутренний стандарт – ГМДС)

или 121 МГц (ЯМР ^{31}P , внешний стандарт – 85%-ный раствор H_3PO_4). Электролиз проводили в стеклянной ячейке с разделенными катодным и анодным пространствами объемом 100 мл с использованием платинового анода (50 cm^2) и никелевого спирального катода (20 cm^2) при анодной плотности тока 0.02–0.05 mA/cm^2 , потенциал рабочего электрода (анода) изменялся от 0.6 до 0.7 В. Электродом сравнения служил серебряный электрод Ag/Ag^+ (0.01 М. раствор в CH_3CN). Во время электролиза для предотвращения пассивации анода была использована методика периодической замены платинового анода на новый. Через электролит было пропущено 400 Кл электричества.

Препаративное электрохимическое окисление трифенилфосфина в присутствии камфена. В смеси ацетонитрила (50 мл) и тетрагидрофурана (20 мл) растворяли 6.43 г (0.05 моль) перхлората натрия, 2.72 г (0.02 моль) камфена и 2.60 г (0.01 моль) трифенилфосфина (добавляли несколькими небольшими порциями) и проводили электролиз. По окончании электролиза раствор упаривали в вакууме. Остаток обрабатывали хлористым метилом (100 мл) для отделения продуктов электросинтеза от перхлората натрия. Дихлорметановый экстракт упаривали, остаток растворяли в 20 мл ацетонитрила. При стоянии в течение суток из полученного раствора выпало небольшое количество белого кристаллического осадка соединения **4**. Осадок отфильтровывали. Операцию осаждения и отделения соединения **4** повторяли дважды. Остаточную реакционную смесь после последовательного 3-кратного удаления сокомплеса трифенилфосфиноксида с перхлоратом натрия **4** упаривали, растворяли в CDCl_3 и анализировали методом ЯМР ^{13}C .

Рентгеноструктурный анализ кристалла соединения **4** проведен на автоматическом дифрактометре Bruker Smart APEX II CCD [графитовый монохроматор, $\lambda(\text{MoK}_\alpha) = 0.71073 \text{ \AA}$, ω -сканирование] при 293 К. Структура расшифрована прямым методом по программе SIR [10] и уточнена вначале в изотропном, затем в анизотропном приближении по программе SHELXL-97 [11]. Атомы водорода помещены в геометрически рассчитанные положения и включены в уточнение по модели *наездника*. Все расчеты проведены с помощью программ WinGX [12] и APEX2 [13]. Рисунки и

анализ межмолекулярных взаимодействий выполнен с помощью программы PLATON [14].

Кристаллы соединения **4** бесцветные, призматической формы, ромбические, $C_{72}H_{60}NaO_4P_4^+ClO_4^-$, $C_{18}H_{15}OP$, $M = 1513.79$; параметры элементарной ячейки: $a = 19.760(4) \text{ \AA}$, $b = 25.812(5) \text{ \AA}$, $c = 15.406(3) \text{ \AA}$, $V = 7858(3) \text{ \AA}^3$, $d_{\text{выч}} = 1.280 \text{ г/см}^3$, $Z = 4$, пространственная группа $Pna2_1$. Угол сканирования $2.6^\circ < \theta < 26^\circ$. Измерено 35840 отражений, 14972 независимых, 6887 из которых наблюдаемых с $I \geq 2\sigma$. Проведен полуэмпирический учет поглощения с использованием программы SADABS, $\mu(\text{Mo}) = 0.215 \text{ мм}^{-1}$. Окончательные значения факторов расходимости: $R = 0.1164$ и $R_w = 0.0583$ (по всем рефлексам), $R = 0.0447$ и $R_w = 0.0504$ по наблюдаемым рефлексам, параметр подгонки 0.865. Остаточные пики электронной плотности $\text{min/max} -0.34/0.31 \text{ e/\AA}^3$. Структура депонирована в Кембриджской базе кристаллоструктурных данных (CCDC 1904932). Исследование кристаллов соединения **4** проведено в Федеральном спектроскопическом центре коллективного пользования Института органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН на базе Лаборатории дифракционных методов исследования.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Загуменнов В.А., Сайфутдинов А.М., Никитин Е.В., Хайрутдинов Б.И., Клочков В.В. // ЖОХ. 2005. Т. 75. № 10. С. 1746; Zagumennov V.A., Saifutdinov A.M., Nikitin E.V., Khairutdinov B.I., Klochkov V.V. // Russ. J. Gen. Chem. 2005. Vol. 75. N 10. P. 1667. doi 10.1007/s11176-005-0485-6
2. Загуменнов В.А., Сизова Н.А., Никитин Е.В. // ЖОХ. 2009. Т. 79. № 7. С. 1116; Zagumennov V.A., Sizova N.A., Nikitin E.V. // Russ. J. Gen. Chem. 2009. Vol. 79. N 7. P. 1473. doi 10.1134/S1070363209070111
3. Загуменнов В.А., Сизова Н.А., Лодочникова О.А., Литвинов И.А. // ЖСХ. 2012. Т. 53. № 1. С. 209; Zagumennov V.A., Sizova N.A., Lodochnikova O.A., Litvinov I.A. // J. Struct. Chem. 2012. Vol. 53. N 1. P. 206. doi 10.1134/S0022476612010301
4. Загуменнов В.А., Сизова Н.А. // ЖОХ. 2012. Т. 52. № 8. С. 1288; Zagumennov V.A., Sizova N.A. // Russ. J. Gen. Chem. 2012. Vol. 82. N 8. P. 1368. doi 10.1134/S1070363212080075
5. Загуменнов В.А., Сизова Н.А., Лодочникова О.А., Криволапов Д.Б., Литвинов И.А. // ЖОХ. 2013. Т. 83. № 7. С. 1071; Zagumennov V.A., Sizova N.A., Lodochnikova O.A., Krivolapov D.B., Litvinov I.A. // Russ. J. Gen. Chem. 2013. Vol. 83. N 7. P. 1324. doi 10.1134/S1070363213070049
6. Ромахин А.С., Никитин Е.В., Паракин О.В., Игнатьев Ю.А., Миронов Б.С., Каргин Ю.М. // ЖОХ. 1986. Т. 56. № 11. С. 2597.
7. Trzeciak A.M., Lis T., Wojtkow W., Ziolkowski J.J. // Bull. Pol. Acad.Sci. Chem. 2002. Vol. 50. P. 27.
8. Карташов В.Р., Архипова А.В., Малкова К.В., Соколова Т.Н. // Изв. АН. Сер. хим. 2006. № 2. С. 374; Kartashov V.R., Arkhipova A.V., Malkova K.V., Sokolova T.N. // Russ. Chem. Bull. 2006. Vol. 55. N 2. P. 387. doi 10.1134/S1070428006070062
9. Загуменнов В.А., Ромахин А.С., Никитин Е.В. // ЖОХ. 1999. Т. 69. № 5. С. 803; Zagumennov V.A., Romakhin A.S., Nikitin E.V. // Russ. J. Gen. Chem. 1999. Vol. 69. N 5. P. 771.
10. Altomare A., Cascarano G., Giacovazzo C., Viterbo D. // Acta Crystallogr. (A). 1991. Vol. 47. N 4. P. 744. doi 10.1107/S0108767391006566
11. Sheldrick G.M. SHELX-97, program for crystal structure refinement. Göttingen, Germany, University of Göttingen, 1997.
12. Farrugia L.J. // J. Appl. Cryst. 1999. Vol. 32. P. 837. doi 10.1107/S0021889899003039
13. APEX2 (Version 2.1), SAINTPlus. Data Reduction and Correction Program (Version 7.31A, Bruker Advanced X-ray Solutions, BrukerAXS Inc., Madison, Wisconsin, USA, 2006.
14. Spek A.L. // Acta Crystallogr. (D). 2009. Vol. 56. P. 148. doi 10.1107/S090744490804362X

Determination of the Structure of the Electrooxidation Products of Triphenylphosphine in the Presence of Camphene

V. A. Zagumennov^{a, *}, N. A. Sizova^a, Kh. R. Khayarov^a, I. A. Litvinov^{b, c}, and F. A. Karamov^c

^a Kazan (Volga Region) Federal University, ul. Kremlevskaya 18, Kazan, 420008 Russia

*e-mail: vzagumen@kpfu.ru

^b A.E. Arbutov Institute of Organic and Physical Chemistry, Federal Research Center "Kazan Research Center of the Russian Academy of Sciences", Kazan, Russia

^c A.N. Tupolev Kazan National Research Technical University (KAI)

Received April 2, 2019; revised April 2, 2019; accepted April 15, 2019

The structure of the products of anodic oxidation of triphenylphosphine in the presence of camphene, carried out in a solution of acetonitrile with sodium perchlorate as a supporting electrolyte, was studied. The main product is triphenylphosphine oxide isolated from a solution in the form of cocrystals of free triphenylphosphine oxide and a complex of sodium perchlorate salt with triphenylphosphine oxide. The molecular structure of cocrystals was studied by X-ray diffraction analysis. As by-products of electrolysis, triphenylcamphenylphosphonium perchlorate, bornylacetamide, and also a terpene compound having both triphenylphosphonium and acetamide substituents in the cycle were detected by NMR ¹³C.

Keywords: anodic oxidation, camphene, triphenylphosphine, triphenylcamphenylphosphonium perchlorate, bornylacetamide