

# ВЛИЯНИЕ НЕКОТОРЫХ ФАКТОРОВ НА ПРОТЕКАНИЕ НОВОЙ РЕАКЦИИ В ХИМИИ АЛЮМИНИЙОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

© 2020 г. М. П. Яковлева\*, В. А. Выдрина, Г. Ю. Ишмуратов

ФГБУН «Уфимский Институт химии Уфимского федерального исследовательского центра РАН»,  
450054, Россия, Республика Башкортостан, г. Уфа, пр. Октября 71

\*e-mail: insect@anrb.ru

Поступила в редакцию 10 марта 2020 г.

После доработки 24 марта 2020 г.

Принята к публикации 31 марта 2020 г.

Ранее нами была обнаружена новая реакция в химии алюминийорганических соединений (АОС) – образование *O*-изобутиловых ацеталей при низкотемпературной ( $-70^{\circ}\text{C}$ ) обработке ряда семичленных лактонов двукратным (и более) мольным количеством диизобутилалюминийгидрида (ДИБАГ) в хлористом метиле. Для определения границ образования изобутиловых ацеталей в зависимости от размера цикла в реакцию низкотемпературного гидридного восстановления были вовлечены шести-, восьми- и тринадцатичленные лактоны. Для определения границ новой реакции в зависимости от природы алюминийорганического реагента нами был испытан триизобутилалюминий (ТИБА). Для установления влияния цикличности сложного эфира на образование изобутиловых ацеталей в процессе низкотемпературного ( $-70^{\circ}\text{C}$ ) восстановления избытком ДИБАГ в  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , в качестве исходного был взят ациклический метиловый эфир октадекановой кислоты. Итак, новая реакция в химии АОС характерна только для семичленных лактонов, протекает при восстановлении ДИБАГ и не характерна для ациклических метиловых эфиров октадекановой и рицинолевой кислот (с длиной углеродной цепи более 6).

**Ключевые слова:** лактоны, 2-оксепаноны, ациклические сложные эфиры, низкотемпературное восстановление, диизобутилалюминийгидрид, хлористый метилен.

**DOI:** 10.31857/S0514749220080042

Ранее нами [1–9] была обнаружена новая реакция в химии алюминийорганических соединений (АОС) – образование *O*-изобутиловых ацеталей **1–9** при низкотемпературной ( $-70^{\circ}\text{C}$ ) обработке ряда семичленных лактонов **7S-10**, **7R-10**, **11–18** двукратным (и более) мольным количеством диизобутилалюминийгидрида (ДИБАГ) в хлористом метиле (схема 1).

При анализе полученных результатов возник целый ряд вопросов. Является ли данная реакция образования изобутиловых ацеталей характерной только для 2-оксепанонов или в нее будут вовлекаться и другие типы лактонов? Обязательно ли использование ДИБАГ или изобутиловые ацетали будут получаться и с другими АОС, например три-

изобутилалюминием (ТИБА)? Будут ли образовываться изобутиловые ацетали при восстановлении ациклических сложных эфиров? Для ответа на эти вопросы в данной статье осуществлен целый ряд экспериментов.

Для определения границ образования изобутиловых ацеталей в зависимости от размера цикла в реакцию низкотемпературного гидридного восстановления были вовлечены шести- **19**, восьми- **20**, и тринадцати- **21**-членные лактоны. Восстановление их двукратным мольным количеством ДИБАГ в хлористом метиле при  $-70^{\circ}\text{C}$  проходило с образованием смесей соответствующих лактолов **22**, **23** и оксальдегидов **24–26**. При использовании даже большого избытка

Схема 1.

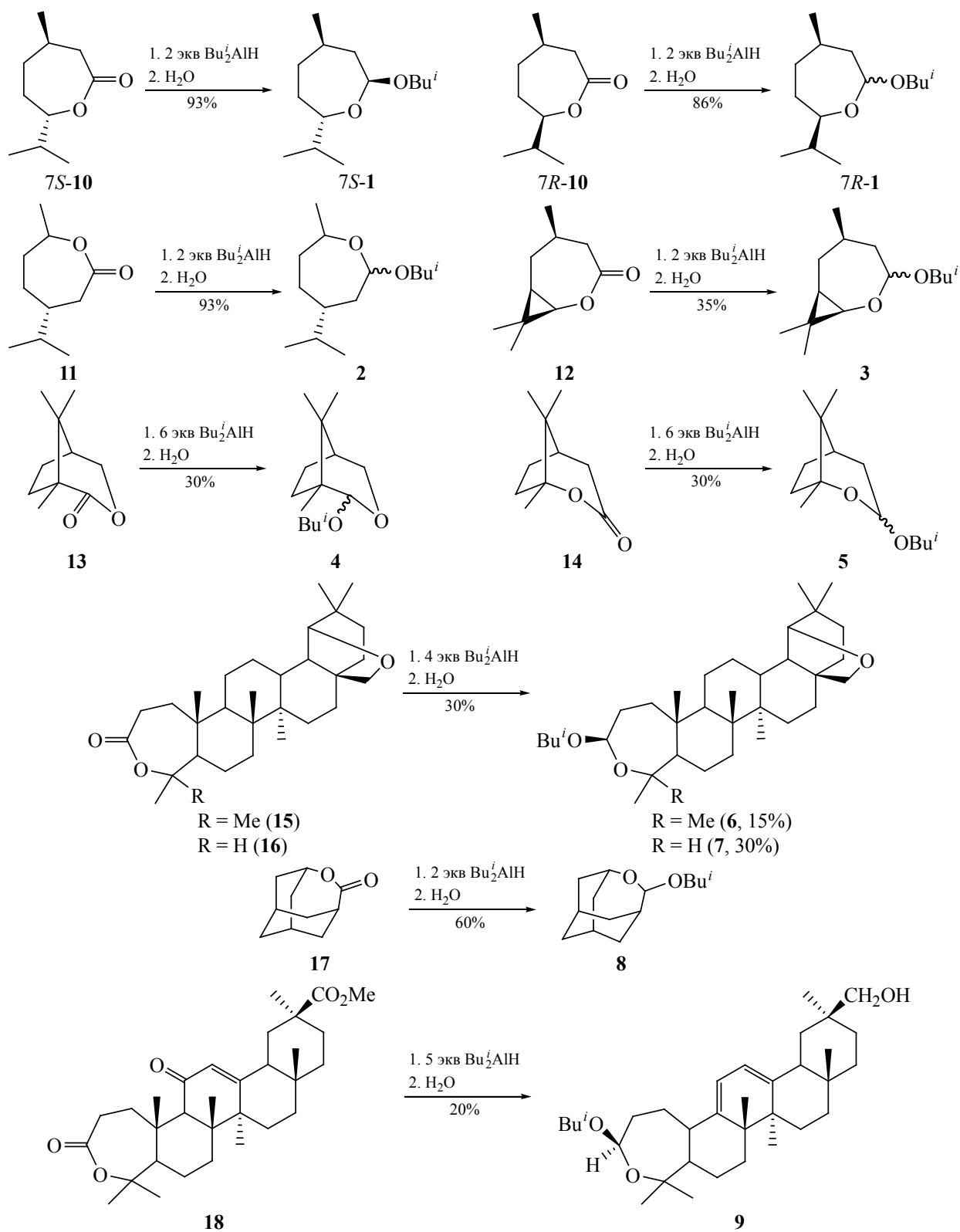
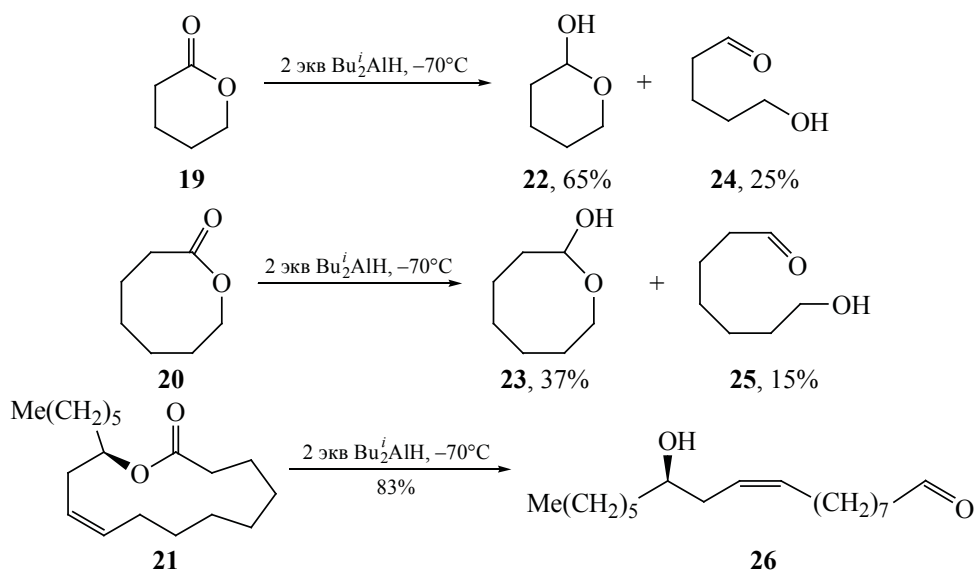


Схема 2.



(6 экв) ДИБАГ изобутиловые ацетали не были обнаружены (схема 2).

Для определения границ новой реакции в зависимости от природы алюминийорганического реагента нами испытан ТИБА. Была проведена серия опытов взаимодействия ТИБА с (-)-ментолактоном **7S-10** в различных температурных условиях: от  $-70^\circ\text{C}$  до комнатной температуры. При этом реакция не проходила – выделен лишь исходный 2-оксепанон **7S-10**. При кипячении в  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  с 50%-ной конверсией образовался продукт полного восстановления – диол **6S-27**. Это, очевидно, объясняется тем, что при  $40^\circ\text{C}$  ТИБА превращается в ДИБАГ, согласно [10], который, в свою очередь, и является гидридным реагентом (схема 3).

Для установления влияния цикличности сложного эфира на образование изобутиловых ацета-

лей в процессе низкотемпературного ( $-70^\circ\text{C}$ ) восстановления избытком ДИБАГ в  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  в качестве субстрата был взят ациклический метиловый эфир октадекановой кислоты **28**. При этом с количественным выходом выделен продукт его неполного восстановления – альдегид **29**, а ожидаемый полуацеталь **30** не обнаружен (схема 4).

Полуацеталь **31** и полный ацеталь **32** не были обнаружены также при восстановлении в вышеописанных условиях метилового эфира 12*R*-гидроксиоктадец-9*Z*-еновой (рицинолевой) кислоты **33**. В результате с высоким выходом получен только соответствующий гидроксальдегид **26** (схема 5).

Отмечаем, что и как для метил 6*S*-гидрокси-3*R*,7-диметилоктаноата **34** из (-)-ментолактона **7S-10** [8], восстановление гидроксифира **35** про-

Схема 3.

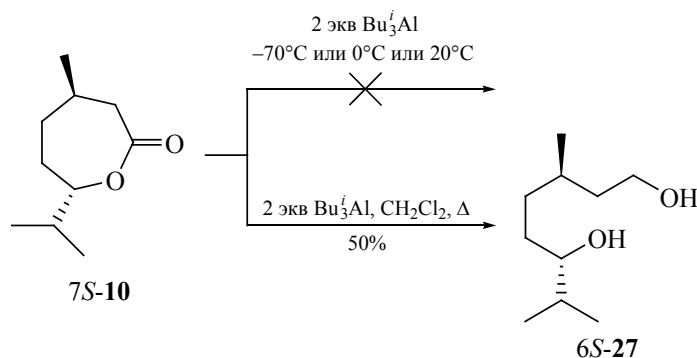


Схема 4.

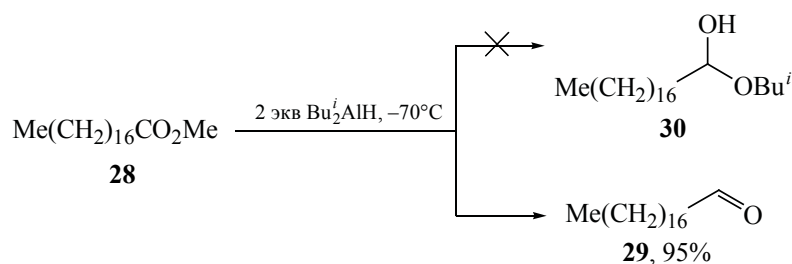
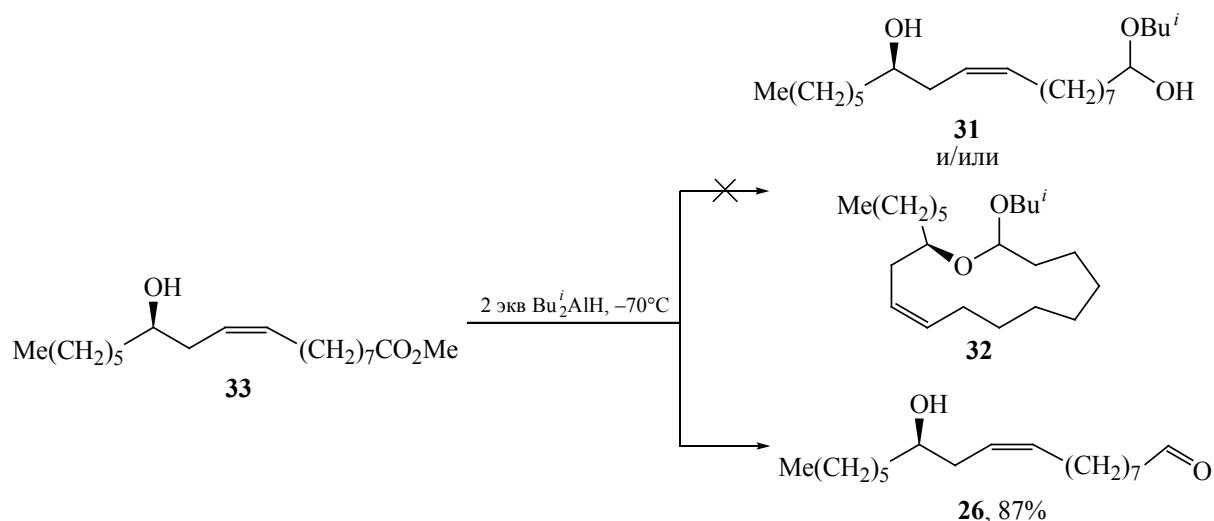


Схема 5.



текает с образованием наряду с гидроксиальдегидом **36** полного ацетала **37**, хотя и в небольших примесных количествах (3%, по данным ЯМР  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$ ) (схема 6).

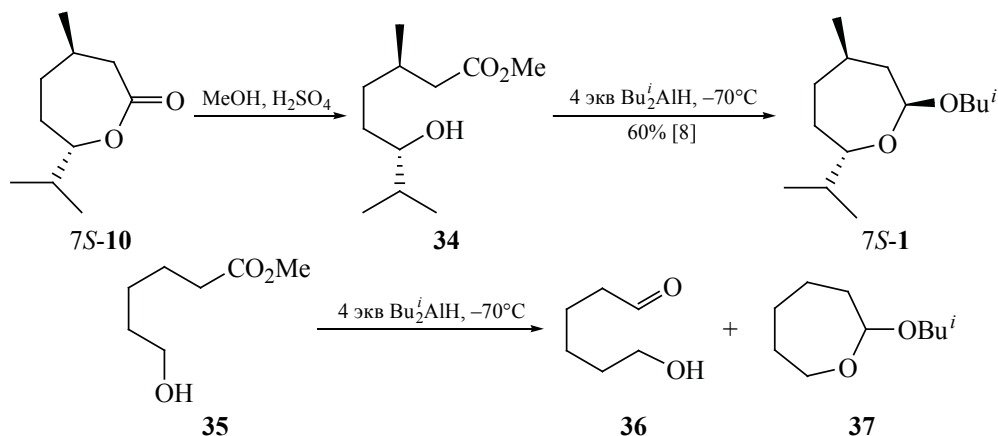
Новая реакция в химии АОС характерна только для семичленных лактонов, протекает при восстановлении ДИБАГ и не характерна для ацик-

лических метиловых эфиров октадекановой и рицинолевой кислот (с длиной углеродной цепи более 6).

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры записывали на приборе IR-Prestige-21 (Fourier Transform Spectrophotometer – Shimadzu) в тонком слое. Спектры ЯМР получены

Схема 6.



на спектрометре Bruker AM-500 (рабочая частота 500.13 МГц –  $^1\text{H}$  и 125.76 МГц –  $^{13}\text{C}$ ) в растворах  $\text{CDCl}_3$ . За внутренний стандарт принимали значения сигналов хлороформа: в спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  – примесь протонов в дейтерированном растворителе ( $\delta$  7.27 м.д.), в спектрах ЯМР  $^{13}\text{C}$  – средний сигнал  $\text{CDCl}_3$  ( $\delta$  77.00 м.д.). Химические сдвиги приведены в шкале  $\delta$ . Контроль ТСХ – на  $\text{SiO}_2$  марки Sorbfil (Россия). Хроматографический анализ выполняли на приборах Chrom-5 [длина колонки – 1.2 м, неподвижная фаза – силикон SE-30 (5%)], на Chromaton N-AW-DMCS (0.16–0.20 мм; рабочая температура 50–300°C) и GC-9A «Shimadzu» (кварцевая капиллярная колонка длиной 25 м, неподвижная фаза – OV-101, рабочая температура 80–280°C); газ-носитель – гелий. Для колоночной хроматографии применяли  $\text{SiO}_2$  марки Lancaster (England). Данные элементного анализа всех соединений отвечали вычисленным. Для проведения реакций, выделения и очистки полученных соединений использовали тетрагидрофуран (ТГФ) (хч, АО «ЭКОС-1», Россия, CAS № 109-99-9), петролейный эфир (ПЭ) (хч, АО «ЭКОС-1», Россия, CAS № 8032-32-4 ПЭ) 40–70°C, трет-бутилметиловый эфир (МТБЭ) (хч, АО «ЭКОС-1», Россия, CAS № 1634-04-4), хлористый метилен (хч, ООО «АО Реахим», Россия), очищенные и высушенные, согласно [11].

**Восстановление лактонов и сложных эфиров (общая методика).** К раствору 4.0 мл (16.0 ммоль) 73%-ного раствора ДИБАГ в толуоле и 15 мл безводного  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  по каплям прибавляли (Ag,  $-70^\circ\text{C}$ ) раствор 7.7 ммоль {0.77 г тетрагидропиран-2-она (19) [12] или 0.99 г оксокан-2-она (20) [13] или 2.15 г 12*R*-гексилотадец-9*Z*-ен-12-олида (21) [14] или 1.12 г метил 6-гидроксигексаноата (35) [15] или 2.29 г метил октадеканоата (28) [16] или 2.40 г метил (12*R*)-гидроксиотадец-(9*Z*)-еноата (33) [17]} в 12 мл безводного  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , выдерживали ( $-70^\circ\text{C}$ , 3 ч), затем при этой же температуре добавляли 20 мл смеси (1:1) ТГФ и воды. Температуру реакционной массы повышали до комнатной, разбавляли 50 мл  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , фильтровали через слой  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (5 см), сушили  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и упаривали.

При восстановлении тетрагидропиран-2-она (19) получили 0.71 г смеси лактола 22 и оксиль-

дегида 24 в соотношении 2.6:1.0 (по данным ЯМР  $^1\text{H}$  спектроскопии)

**Тетрагидропиран-2-ол (22).**  $R_f$  0.28 (ПЭ–МТБЭ, 2:1). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м.д.: 1.30–1.90 м (6H,  $\text{H}^4$ ,  $\text{H}^5$ ,  $\text{H}^3$ ), 3.93 уш.с (1H, OH), 3.30–3.95 м (2H,  $\text{H}^6$ ), 4.80 м (1H,  $\text{H}^2$ ). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м.д.: 19.51 ( $\text{C}^4$ ), 25.36 ( $\text{C}^5$ ), 30.97 ( $\text{C}^3$ ), 62.30 ( $\text{C}^6$ ), 98.84 ( $\text{C}^2$ ). Ср. [12].

**5-Гидроксигексаналь (24).**  $R_f$  0.43 (ПЭ–МТБЭ, 2:1). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м.д.: 1.35–1.85 м (4H,  $\text{H}^4$ ,  $\text{H}^3$ ), 2.40 м (2H,  $\text{H}^2$ ), 3.00 уш.с (1H, OH), 3.40–3.75 м (2H,  $\text{H}^5$ ), 9.81 т (1H,  $\text{H}^1$ ,  $J$  2.0 Гц). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$ ,  $\delta$ , м.д.: 29.26 ( $\text{C}^3$ ), 32.02 ( $\text{C}^4$ ), 43.64 ( $\text{C}^2$ ), 63.78 ( $\text{C}^5$ ), 202.50 ( $\text{C}^1$ ). Ср. [12].

При восстановлении оксокан-2-она (20) получили 0.60 г смеси, состоящей из лактола 23 и оксильдегида 25, в соотношении 2.5:1.0.

**Оксокан-2-ол (23).**  $R_f$  0.30 (ПЭ–МТБЭ, 2:1). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м.д.: 1.40 м (8H,  $\text{H}^3$ – $\text{H}^6$ ), 1.81–1.91 м (2H,  $\text{H}^7$ ), 3.24–3.28 м (2H,  $\text{H}^8$ ), 3.92 уш.с (1H, OH), 4.81–4.86 м (1H,  $\text{H}^2$ ). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м.д.: 24.88 ( $\text{C}^4$ ), 26.91 ( $\text{C}^5$ ), 30.15 ( $\text{C}^6$ ), 34.22 ( $\text{C}^3$ ), 65.48 ( $\text{C}^7$ ), 103.12 ( $\text{C}^2$ ).

**7-Гидроксигептаналь (25).**  $R_f$  0.45 (ПЭ–МТБЭ, 2:1). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м.д.: 1.41–1.60 м (4H,  $\text{H}^4$ ,  $\text{H}^5$ ), 1.64–1.71 м (2H,  $\text{H}^3$ ), 2.38–2.41 м (2H,  $\text{H}^2$ ), 2.57 т (1H, OH), 3.58–3.61 м (2H,  $\text{H}^6$ ), 9.72 т (1H,  $\text{HC}=\text{O}$ ,  $J$  2.1 Гц). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м.д.: 24.76 ( $\text{C}^3$ ), 26.94 ( $\text{C}^5$ ), 28.93 ( $\text{C}^4$ ), 32.25 ( $\text{C}^6$ ), 43.75 ( $\text{C}^2$ ), 62.73 ( $\text{C}^7$ ), 202.89 ( $\text{C}^1$ ). Ср. [18].

При восстановлении 12*R*-гексилотадец-9*Z*-ен-12-олида (21) получили 1.84 г (85%) 12*R*-гидроксиотадец-9*Z*-ен-12-олида (26).

**12*R*-Гидроксиотадец-9*Z*-еналь (26).** ИК спектр (KBr),  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 1711 ( $\text{C}=\text{O}$ ). Спектр ЯМР  $^{13}\text{C}$  ( $\text{CDCl}_3$ ),  $\delta$ , м.д.: 14.70 ( $\text{CH}_3$ ), 22.07 ( $\text{CH}_2$ ), 22.75 ( $\text{CH}_2$ ), 25.26 ( $\text{CH}_2$ ), 26.90 ( $\text{CH}_2$ ), 28.76 ( $\text{CH}_2$ ), 28.81 ( $\text{CH}_2$ ), 29.21 ( $\text{CH}_2$ ), 29.35 ( $\text{CH}_2$ ), 29.91 ( $\text{CH}_2$ ), 31.47 ( $\text{CH}_2$ ), 33.06 ( $\text{CH}_2$ ), 36.54 ( $\text{CH}_2$ ), 43.80 ( $\text{CH}_2$ ), 71.38 ( $\text{CH}_2$ ), 127.34 (CH), 129.63 (CH), 202.74 ( $\text{CH}_2$ ). Масс-спектр,  $m/z$  ( $I_{\text{отн}}$ , %): (Scan C+): 246 [ $M^+$  –  $2\text{H}_2\text{O}$ ], 217 (93.0), 189 (100.0), 161 (61.0). Ср. [19].

**Взаимодействие (–)-ментолактона 7*S*-10 и триизобутилалюминия.** К раствору 6 мл 21.0 ммоль ТИБА в 20 мл безводного  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  по

каплям прибавляли (Ar, 20°C) 2.00 г (12 ммоль) ментолактона (**7S-10**) в 17 мл безводного CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, выдерживали при кипячении 3 ч, затем охлаждали до 0°C и добавляли 54 мл смеси (1:1) ТГФ и воды, разбавляли 60 мл CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, фильтровали через слой Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5 см), сушили Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и упаривали. Выделили 2.00 г смеси (1:1) исходного лактона **7S-10** и диола **6S-27**. Смесь хроматографировали на SiO<sub>2</sub> (ПЭ–ЭА, 5:1) и получили 0.80 г (40%) диола **6S-27**.

**(3R,6S)-3,7-Диметиллоктан-1,6-диол 6S-27.**

*R<sub>f</sub>* 0.10 (ПЭ–этилацетат, 7:3), [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> –10.3 (*c* 2.43, CHCl<sub>3</sub>). ИК спектр (KBr), ν, см<sup>-1</sup>: 3400, 1100, 1055 (ОН). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м.д.: 0.80 д (3H, CH<sub>3</sub>C<sup>3</sup>, *J* 6.7 Гц), 0.88 д (3H, CH<sub>3</sub>C<sup>7</sup>, *J* 6.7 Гц), 0.92 д (3H, H<sup>8</sup>, *J* 6.7 Гц), 1.10–1.70 м (9H, H<sup>2</sup>–H<sup>7</sup>), 2.50 уш.с (2H, OH), 3.50–3.75 м (2H, H<sup>1</sup>). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>), δ, м.д.: 16.99 и 18.81 (CH<sub>3</sub>C<sup>7</sup>, CH<sub>3</sub>C<sup>8</sup>), 19.74 (CH<sub>3</sub>C<sup>3</sup>), 29.54 (C<sup>3</sup>), 31.20 (C<sup>5</sup>), 32.77 (C<sup>4</sup>), 33.37 (C<sup>7</sup>), 39.58 (C<sup>2</sup>), 60.13 (C<sup>1</sup>), 76.67 (C<sup>6</sup>). Ср. [1].

При восстановлении метил октадеканоеата (**28**) получили 1.96 г (95%) альдегида **27**.

**Октадеканаль (29).** Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м.д.: 0.88–0.92 м (3H, H<sup>18</sup>), 1.08–1.14 м (2H, H<sup>16</sup>), 1.23–1.38 м (26H, H<sup>4</sup>–H<sup>15</sup>, H<sup>17</sup>), 1.56–1.63 м (2H, H<sup>3</sup>), 2.40–2.44 м (2H, H<sup>2</sup>), 9.74 т (1H, HC=O, *J* 1.6 Гц). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (CDCl<sub>3</sub>), δ, м.д.: 14.35 (CH<sub>3</sub>), 22.05 (C<sup>3</sup>), 22.52 (C<sup>17</sup>), 28.86 (C<sup>4</sup>), 29.08 (C<sup>5</sup>), 29.38 (C<sup>15</sup>), 29.52 (C<sup>7</sup>–C<sup>11</sup>, C<sup>13</sup>), 29.56 (C<sup>14</sup>), 29.37 (C<sup>15</sup>), 32.06 (C<sup>16</sup>), 43.71 (C<sup>2</sup>), 202.60 (C<sup>1</sup>).

При восстановлении метил (**12R**)-гидрокси-октадец-(**9Z**)-еноата (**33**) получили 1.89 г (87%) альдегида **26**.

#### БЛАГОДАРНОСТИ

В работе использовалось оборудование Центров коллективного пользования «Химия» УФИХ УФИЦ РАН и «Агидель» УФИЦ РАН.

#### ФОНДОВАЯ ПОДДЕРЖКА

Работа выполнена при финансовой поддержке Российской академии наук (программа «Фундаментальные основы химии», тема № 8 «Хемо-, регио- и стереоселективные превращения терпеноидов, стероидов и липидов в направленном синтезе низкомолекулярных биорегуляторов»; госрегистрация № АААА-А20-120012090023-8.

#### КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Ишмуратов Г.Ю., Яковлева М.П., Выдрина В.А., Хасанова Э.Ф., Муслухов Р.Р., Ишмуратова Н.М., Толстиков Г.А. *Химия растительного сырья*. **2007**, *3*, 23–32.
- Ишмуратов Г.Ю., Выдрина В.А., Яковлева М.П., Валеева Э.Ф., Муслухов Р.Р., Толстиков Г.А. *ЖОрХ*. **2011**, *47*, 471–472. [Ishmuratov G.Yu., Vydrina V.A., Yakovleva M.P., Valeeva E.F., Muslukhov R.R., Tolstikov G.A. *Russ. J. Org. Chem.* **2011**, *47*, 472–473.] doi 10.1134/S1070428011030304
- Ишмуратов Г.Ю., Выдрина В.А., Галкина Ю.А., Яковлева М.П., Муслухов Р.Р., Толстиков Г.А. *ЖОрХ*. **2014**, *50*, 1714–1717. [Ishmuratov G.Yu., Vydrina V.A., Galkina Yu.A., Yakovleva M.P., Muslukhov R.R., Tolstikov G.A. *Russ. J. Org. Chem.* **2014**, *50*, 1704–1707.] doi 10.1134/S1070428014110311
- Ишмуратов Г.Ю., Выдрина В.А., Галкина Ю.А., Яковлева М.П., Кравченко А.А., Муслухов Р.Р., Толстиков А.Г. *XPC*. **2015**, *51*, 617–621. [Ishmuratov G.Yu., Vydrina V.A., Galkina Yu.A., Yakovleva M.P., Kravchenko A.A., Muslukhov R.R., Tolstikov A.G. *Chem. Nat. Compd.* **2015**, *51*, 716–720.] doi 10.1007/s10600-015-1391-8
- Ишмуратов Г.Ю., Выдрина В.А., Галкина Ю.А., Яковлева М.П., Муслухов Р.Р., Сабиров Д.Ш., Кравченко Л.В., Толстиков А.Г. *ЖОрХ*. **2015**, *51*, 1199–1201. [Ishmuratov G.Yu., Vydrina V.A., Galkina Yu.A., Yakovleva M.P., Muslukhov R.R., Kravchenko L.V., Sabirov D.Sh., Tolstikov A.G. *Russ. J. Org. Chem.* **2015**, *51*, 1180–1182.] doi 10.1134/S1070428015080205
- Выдрина В.А., Кравченко А.А., Денисова К.С., Яковлева М.П., Ишмуратов Г.Ю. *XPC*. **2016**, *52*, 821. [Vydrina V.A., Kravchenko A.A., Denisova K.S., Yakovleva M.P., Ishmuratov G.Yu. *Chem. Nat. Compd.* **2016**, *52*, 959–960.] doi 10.1007/s10600-016-1833-y
- Ишмуратов Г.Ю., Выдрина В.А., Яковлева М.П., Галкина Ю.А., Муслухов Р.Р., Толстиков Г.А. *XPC*. **2011**, *47*, 786–788. [Ishmuratov G.Yu., Vydrina V.A., Yakovleva M.P., Galkina Yu.A., Muslukhov R.R., Tolstikov G.A. *Chem. Nat. Compd.* **2012**, *47*, 896–898.] doi 10.1007/s10600-012-0098-3
- Ишмуратов Г.Ю., Выдрина В.А., Галкина Ю.А., Яковлева М.П., Кравченко А.А., Муслухов Р.Р., Толстиков А.Г. *ЖОрХ*. **2015**, *51*, 967–970. [Ishmuratov G.Yu., Vydrina V.A., Galkina Yu.A., Yakovleva M.P., Kravchenko A.A., Muslukhov R.R., Tolstikov A.G. *Russ. J. Org. Chem.* **2015**, *51*, 967–970.] doi 10.1134/S1070428015080205

- kov A.G. *Russ. J. Org. Chem.* **2015**, *51*, 947–950] doi 10.1134/S1070428015070106
9. Выдрина В.А., Кравченко А.А., Сагараев Д.А., Саяхов Р.Р., Яковлева М.П., Толстиков А.Г., Ишмуратов Г.Ю. *ЖОрХ.* **2020**, *56*, 248–252. doi 10.31857/S0514749220020111
10. Толстиков А.Г., Юрьев В.П. *Алюминийорганический синтез*. Москва: Наука, **1979**.
11. Гордон А., Форд Р. *Спутник химика*. М.: Мир, **1976**.
12. Chaturvedi D., Chaturvedi A.K., Mishra N., Mishra V. *Org. Biomol. Chem.* **2012**, *10*, 9148–9151. doi: 10.1039/C2OB26230D
13. Meyer W., Taylor P., Scott R., Leister M., Schneider H.-J. *J. Org. Chem.* **1992**, *57*, 291–298. doi 10.1021/jo00027a051
14. Яковлева М.П., Мингалеева Г.Р., Выдрина В.А., Кравченко А.А., Ишмуратов Г.Ю. *XIIC.* **2018**, *54*, 977–979. [Yakovleva M.P., Mingaleeva G.R., Vydrina V.A., Kravchenko A.A., Ishmuratov G.Yu. *Chem. Nat. Compd.* **2018**, *54*, 1149–1151.] doi 10.1007/s10600-018-2577-7
15. Jeon J., Ryu Ho, Lee, C., Cho D., Baik Mu-H., Hong S. *J. Am. Chem. Soc.* **2019**, *141*, 10048–10059. doi 10.1021/jacs.9b04142
16. Patil P., Pratap A. *J. Oleo Sci.* **2016**, *65*, 75–79. doi 10.5650/jos.ess15070
17. Ишмуратов Г.Ю., Яковлева М.П., Мингалеева Г.Р., Шутова М.А., Муслухов Р.Р., Вырыпаев Е.М., Толстиков А.Г. *Макрогетероциклы.* **2013**, *6*, 180–183. [Ishmuratov G.Yu., Yakovleva M.P., Mingaleeva G.R., Shutova M.F., Muslukhov R.R., Viripaev E.M., Tolstikov A.G. *Macroheterocycles.* **2013**, *6*, 180–183.] doi 10.6060/mhc130232y
18. Ouchi A., Hyugano T., Liu C. *Org. Lett.* **2009**, *11*, 4870–4873. doi 10.1021/ol901943f
19. Lara R.G., Rodrigues D.C., Mendes S.R., Panatieri R.B., Jacob R.G., Alves D., Lenardao E.J., Perin G. *Synth. Commun.* **2011**, *41*, 2974–2984. doi 10.1080/00397911.2010.516053

## Influence of Some Factors on the Process of a New Reaction in the Chemistry of Aluminium Organic Compounds

M. P. Yakovleva\*, V. A. Vydrina, and G. Yu. Ishmuratov

Ufa Institute of Chemistry – Subdivision of the Ufa Federal Research Centre of the Russian Academy of Sciences, 450054, Russia, Republic of Bashkortostan, Ufa, pr. Octyabrya 71

\*e-mail: insect@anrb.ru

Received March 10, 2020; revised March 24, 2020; accepted March 31, 2020

Earlier, we discovered a new reaction in the chemistry of organoaluminum compounds (AOC) – the formation of *O*-isobutyl acetals during low-temperature ( $-70^{\circ}\text{C}$ ) treatment of a number of seven-membered lactones with a double (or more) molar amount of diisobutylaluminiumhydride (DIBAH) in methylene chloride. To determine the boundaries of the formation of isobutyl acetals depending on the size of the cycle, six-, eight-, and thirteen-membered lactones were involved in the reaction of low-temperature hydride reduction. To determine the boundaries of the new reaction, depending on the nature of the organoaluminum reagent, we tested triisobutylaluminum (TIBA). To establish the effect of ester cyclicity on the formation of isobutyl acetals during low-temperature ( $-70^{\circ}\text{C}$ ) reduction with excess DIBAH in  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ , the acyclic methyl octadecanoic acid ester was taken as the starting material. So, a new reaction in the chemistry of AOC is characteristic only of seven-membered lactones, occurs during the recovery of DIBAH and is not typical of acyclic methyl esters of octadecanoic and ricinoleic acids (with a carbon chain length of more than 6).

**Keywords:** lactones, 2-oxepanones, acyclic esters, low temperature reduction, diisobutylaluminium hydride, methylene chloride