

ПОЛУЧЕНИЕ ПРОИЗВОДНЫХ НЕСИММЕТРИЧНЫХ
ДИАЦЕТИЛЕНОВ

Инаков Тулкин Казакович

Андижанский Государственный Медицинский Институт

Профессор, кафедра «Медицинской Химии»

Махамматова Сохибахон Хасанбаевна

Андижанский Государственный Медицинский Институт

Ассистент, кафедра «Медицинской Химии»

Холикназарова Шохсанам Равшанбек кизи

Андижанский Государственный Медицинский Институт

Ассистент, кафедра «Медицинской Химии»

Аннотация: В данной статье рассматриваются методы получения производных несимметричных диацетиленов.

Ключевые слова: Диацетиленовые соединения, пропаргиловые эфиры, перекристаллизация, метод Ходкевича – Кадио.

Abstract: this article discusses methods of obtaining derivatives of diacetylenes.

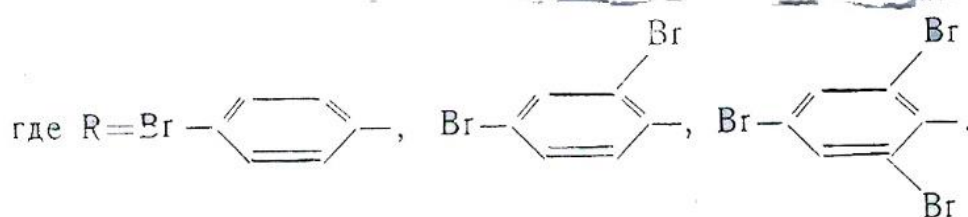
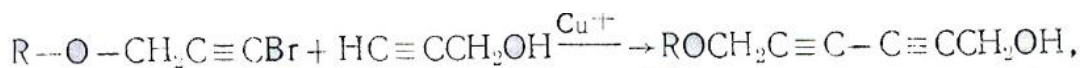
Keywords: dicetylene compound, propargyl ethers, recrystallization, Chodkiewicz-Kadio method.

Диацетиленовые соединения – промежуточные продукты в синтезах пятичленных и шестичленных гетероциклов [1.2.]. Синтез симметричных и несимметричных диацетиленов описан в работах [3,4].

Пропаргиловые эфиры замещенных фенолов (5), 1-бромпропаргиловый эфир 0-йодфенола (6) и некоторые аналоги обладают физиологической активностью и бактерицидным действием.

Соединения дацетиленового ряда ранее получали окислением медных натриевых и магнийбромпроизводных однозамещенных ацетиленов различными окислителям в присутствии раствора полухлористой меди.

Для получения бромпроизводных несимметричных диацетиленов мы применили метод Ходкевича – Кадио . Реакцию 1-бромпропаргилового эфира, бром фенолов с пропаргиловым спиртом произвели по общей схеме.



Установлено, что наиболее подходящим растворителем явился метанол. Катализатором служила однохлористая медь, комплексообразователем – изо – пропил – амин. Температура реакции 20-25.

Для восстановления двухвалентной меди до одновалентной использовали гидроксилламин солянокислый, который добавляли до появления характерной окраски. Гидроксильная группа в этинильных соединениях увеличивает растворимость ацетиленида меди

Состав и строение синтезированных соединений доказаны химическом методом (гиратация), элементарным анализом, ИК- и ЯМР спектроскопией. В ИК – спектрах отсутствуют полосы поглощения в области 3300-3290 см – 1 (C – H) и 3238-2221 см-1 (C - B). Присутствуют полосы валентных колебаний 3410-3390 см -1 (- OH) и C=C в области 2180 – 2145 см -1 и для связи C- O –C –в области 1260 – 1220 см- 1

В ЯМР – спектрах сигналы ароматических протонов расположены в области 7,23 м.д. Наличие двух сигналов с интенсивностью две протонные единицы в области 4,20 – 4,87 м.д. говорит о димеризации ацетилена.

Экспериментальная часть Получение 2,4 дибромфенокси гексадиин 2,4 ола- 6. В трехгорлую колбу помещали смесь 0,056 г однохлористой меди и 12

мл изо-пропиламина. Через нее продували сухой азот в течение пяти минут (до образования медного комплекса синего цветв).

После этого в реакционную смесь добавили при энергичном перемешивании через капельную воронку в течение 20 мин. 2,4 дибромфенола , растворенного в

Физико-химическая характеристика производных несимметричных диацетиленов

Соединение	Выход, %	Т. пл. °С	Найдено, %			Брутто формула	Вычислено, %		
			С	Н	Br		С	Н	Br
$\text{Br}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Br})-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}\equiv\text{C}-\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{OH}$	76	56—58	54,37 54,41	3,29 3,31	30,16 30,20	$\text{C}_{12}\text{H}_9\text{BrO}_2$	54,54	3,40	30,30
$\text{Br}-\text{C}_6\text{H}_3(\text{Br})-\text{O}-\text{CH}_2\text{C}\equiv\text{C}-\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{OH}$	81	87—89	41,68 41,72	2,19 2,21	46,29 46,32	$\text{C}_{12}\text{H}_8\text{Br}_2\text{O}_2$	41,87	2,30	46,50
$\text{Br}-\text{C}_6\text{H}_2(\text{Br})_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{C}\equiv\text{C}-\text{C}\equiv\text{CCH}_2\text{OH}$	90	126—128	33,81 33,90	1,51 1,56	56,62 56,65	$\text{C}_{12}\text{H}_7\text{Br}_3\text{O}_2$	34,07	1,65	56,74

20 мл метанола. Перемешивание продолжали полчаса. В ходе реакции периодически добавляли гидроксамин солянокислый. По окончании реакции смесь обработали 5% - ным раствором соляной кислоты, экстрагировали эфиром два раза, эфир выпарили, сухой остаток очистили тонкослойной хроматографией с безводным Al_2O_3 (бензол: этанол 15:1). Перекристаллизованное из гексана белое вещество имеет т. пл. 87 - 89 . Выход – 2,75 г (80% от теории)

Литературы:

1. Schulte K. u.a. Chem.Ber.,96, 1470 (1963).
2. Перфеев Ф.Я., Деминова В.М. ЖОХ, т. 2, вып. 10(1967).
3. Glaser C. Ber., 2,422 (1869)
4. F.Bolmann. u. a. Ber., 94,948(1961).
5. А.Г.Махсумов, и др. «Вопросы морфологии и хирургии» 101 (1972).
6. Патент №DGU 09805. 25.11.2020 г.
7. Инаков Т.К. , Махамматова С.Х. и др. «СИНТЕЗ РЯДА ТРИАЛКИЛ – И АЦЕТОКСИСИЭТИЛАЛКИЛСУЛЬФИОНОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ И КОМПЛЕКСНОЕ

ИЗУЧЕНИЕ ИХ ХОЛИНЭРГИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ» Экономика и социум №3(70)
316 стр. 2020 г.