

**РЕАКЦИЯ ДИМЕТИЛБЕНЗИЛАМИНА С ПЕНТИЛОВЫМ
И БЕНЗИЛОВЫМ ЭФИРАМИ МОНОХЛОРУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ****Бурихонов Бахтиёр Холмирзаевич**

докторант,
Каршинский государственный университет,
Республика Узбекистан, г. Карши
E-mail: borixonov90@mail.ru

Холиков Турсунали Суюнович

д-р хим. наук, доцент,
Национальный университет Узбекистана им. Мирзо Улугбека,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: tursunali72@mail.ru

Таджимухамедов Хабибулла Сайфуллаевич

канд. хим. наук, доцент,
Национальный университет Узбекистана им. Мирзо Улугбека,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Курбонов Улугбек Абдурахмонович

преподаватель,
Каршинский государственный университет,
Республика Узбекистан, г. Карши
E-mail: SFXIMIK@mail.ru

Валеева Наиля Геннадиевна

канд. техн. наук, доцент,
Ташкентский государственный технический университет им. Ислама Каримова,
Республика Узбекистан, г. Ташкент

**REACTION OF DIMETHYLBENZYLAMINE WITH PENTYL
AND BENZYL ETHERS OF MONOCHLOROACETIC ACID****Bakhtiyor Burikhonov**

doctoral student, Karshi State University,
Uzbekistan, Karshi

Tursunali Kholikov

Doctor of Chemical Sciences, assistant professor,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
Uzbekistan, Tashkent

Khabibulla Tadjimukhamedov

Candidate of chemical Sciences, assistant professor,
National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek,
Uzbekistan, Tashkent

Ulugbek Qurbonov

Lecturer Karshi State University,
Uzbekistan, Karshi

Nailya Valeeva

Candidate Technical Sciences,
Tashkent State Technical University named after Islam Karimov,
Uzbekistan, Tashkent

АННОТАЦИЯ

В результате реакции монохлоруксусной кислоты с пентиловым, бензиловым эфирами N,N-диметилбензиламина синтезированы соответствующие четвертичные соли аммония. Реакция монохлористой кислоты со спиртами велась с участием кислотных катализаторов и были получены эфиры с высокими выходами. Было замечено, что реакционная способность насыщенных спиртов снижается с увеличением молекулярной массы. Было установлено, что реакция бензилового спирта с бензилхлоридом идет с более низким выходом по сравнению с другими спиртами. Показано, что для синтеза бензилового эфира монохлоруксусной кислоты удобнее использовать его натриевую соль с бензилхлоридом. Найдены оптимальные условия для синтеза солей четвертичного аммония с использованием этилацетата, ацетона и этанола в качестве растворителей. При использовании этанола в качестве растворителя было установлено, что выход продукта выше, чем у других растворителей. Строение полученных эфиров и солей изучено с помощью ИК- и ПМР-спектров.

ABSTRACT

As a result of the reaction of monochloroacetic acid with pentyl, benzyl esters of N, N-dimethylbenzylamine, the corresponding quaternary ammonium salts were synthesized. The reaction of monochlorous acid with alcohols was carried out with the participation of acid catalysts and esters were obtained in high yields. It has been observed that the reactivity of saturated alcohols decreases with increasing molecular weight. It was found that the reaction of benzyl alcohol with benzyl chloride occurs in a lower yield compared to other alcohols. It is shown that for the synthesis of benzyl ester of monochloroacetic acid, it is more convenient to use its sodium salt with benzyl chloride. The optimal conditions for the synthesis of quaternary ammonium salts using ethyl acetate, acetone and ethanol as solvents have been found. Using ethanol as solvent, it was found that the product yield is higher than that of other solvents. The structure of obtained esters and salts was studied using IR and PMR spectra.

Ключевые слова: диметилбензиламин, эфир монохлоруксусной кислоты, пентильный эфир монохлоруксусной кислоты, бензиловый эфир монохлоруксусной кислоты, этанол, ацетон, этилацетат.

Keyword: dimethylbenzylamine, monochlorous acid ether, monochlorous acid pentyl ether, monochlorous acid benzyl ether, ethanol, acetone, ethylacetate.

Одним из самых простых и эффективных методов борьбы с коррозией являются ингибиторы кислотной коррозии. В настоящее время большое значение имеют ингибиторы кислотной коррозии в нефтегазодобывающей, металлургической, пищевой промышленности, теплоэнергетической промышленности. Ингибиторы, используемые в настоящее время, представляют собой азотистые поверхностно-активные соединения, которые представляют большой интерес. Среди них четвертичные аммониевые соединения считаются высокоэффективными в качестве ингибиторов коррозии в промышленности [1]. Четвертичные аммониевые соли, содержащие фенильный радикал, широко применяются во многих областях медицины и промышленности. Эти соединения используются в качестве фунгицидов, биоцидов и антимикробных дезинфицирующих средств. [2]. Китайские ученые также синтезировали соли хитозана, такие как N,N, N-триметилхитозан, N-метил-N,N-диметилхитозан, N-фурфурил-N, N-диметилхитозан, и изучили их антибактериальную

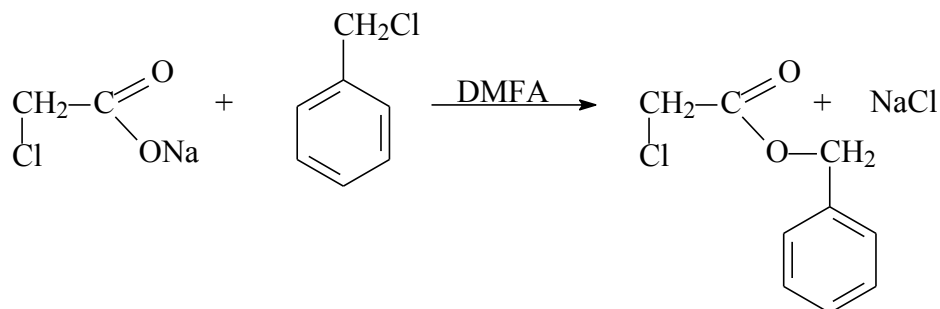
активность [3, 4, 5] Имеются также данные о синтезе четвертичных аммониевых солей, содержащих полимерные и функциональные группы, и их биологической активности.

Результаты и их анализ

Тот факт, что выход продукта реакции монохлоруксусной кислоты с бензиловым спиртом при выше указанных условиях даже ниже, чем выход насыщенных спиртов, можно объяснить легким образованием бензильного катиона и другими его изменениями.

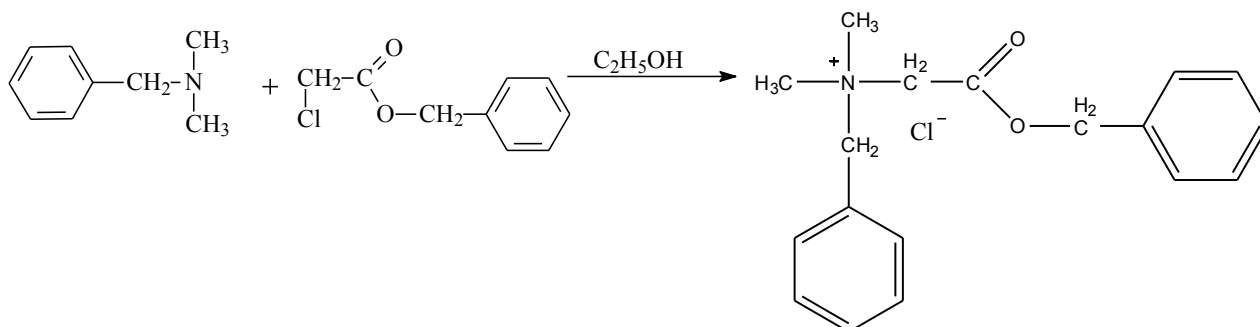
Действительно, в этой реакции, помимо низкого выхода соответствующего эфира, наблюдалось также образование смолистых продуктов.

Поэтому для получения бензилового эфира монохлоруксусной кислоты с более высоким выходом были проведены реакции натриевой соли монохлоруксусной кислоты с бензилхлоридом на основе известной методики [8].



В результате этой реакции мы получили более высокий выход (73%), чем в предыдущих реакциях.

Уравнение реакции диметилбензиламина с бензиловым эфиром монохлоруксусной кислоты протекает следующим образом.



Реакцию проводили при разных температурах, меняя молярные соотношения реагентов и в различных

растворителях. Результаты приведены в следующих таблицах.

Таблица 1.

Влияние растворителей на выход N-бензил-2-(бензилокси)-N,N-диметил-2- оксоэтиламмония хлорида

№	Молярные соотношения диметилбензиламина и бензилового эфира монохлоруксусной кислоты	Растворитель	Выход %
1	1:1	Этилацетат	65
2	1:1	Этил спирт (абсолют)	84
3	1:1	Ацетон	73

В этих экспериментах мы изучали влияние растворителей на выход реакции и в качестве растворителей использовали этилацетат, этиловый спирт и ацетон. Из результатов можно увидеть, что

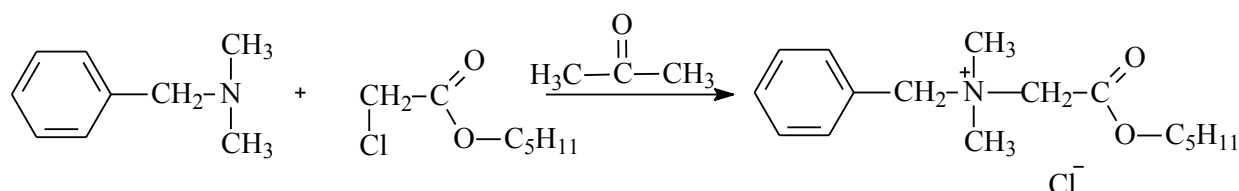
в этаноле получен продукт реакции с высоким выходом. Полученное соединение проанализировали с физико-химическими методами.

Таблица 2.

Влияние молярных соотношений реагентов на выход хлорида N-бензил-2- (2,5-диметилбензилокси) -N,N-диметил-2-оксоэтиламмония

№	Молярные соотношения диметилбензиламина и бензилового эфира монохлоруксусной кислоты	Растворитель	Выход %
1	1:1	Этанол	65
2	1:1,5	Этанол	78
3	1:2	Этанол	88

Реакция диметилбензиламина с пентиловым эфиром монохлоруксусной кислоты



Реакции проводили в различных условиях, и оптимальные условия были проанализированы методами ИК - и ПМР-анализа полученных соединений.

В приведенной ниже таблице приведены оптимальные условия реакции.

Таблица 3.

Влияние мольных соотношений реагентов на выход хлорида N-бензил-N, N-диэтил-2-оксо-2 (пентилокси) этиламмония

Третиц-ный амин	Эфир монохлоруксусной кислоты	Температура реакции, °С	Мольные соотношения реагентов	Растворитель	Время реакции	Выход, %
Диметил-бензил-амин	Пентиловый эфир	60	1:1	Этанол	6	65
		60	1:1,5	Этанол	6	78
		60	1:2	Этанол	6	82

Эксперименты показали, что хорошие результаты для повышения выхода реакций получаются при использовании ацетона в качестве растворителя. Мы определили оптимальные условия реакции, температуры и продолжительности на выход реакции.

Экспериментальная часть.

В круглодонную колбу объемом 50 мл помещают 0,05 моль диметилбензиламина, в ацетоне растворяют пентиловый и бензиловый эфиры монохлоруксусной кислоты, затем осторожно добавляют диметилбензиламин поверх сложных эфиров, растворенных в растворителе. Реакционную смесь нагревают при 60 °С в течение 3 часов. После окончания эксперимента ацетон удаляют, а остаток помещают в эксикатор на 24 часа для просушки. В эксикаторе образовывались игольчатые бесцветные кристаллы. Полученные кристаллы перекристаллизовывали в смеси метанола и воды (5: 1). Высушенную массу взвешивали на весах для расчета выхода продукта.

Выход соли хлорида N-бензил-2- (бензилокси) -N, N-диметил-2-оксоэтанаммония составляет (7 г) 88 %. Температура плавления = 206-209 °С.

Таблица 4.

Реакция диметилбензиламина с бензиловым эфиром монохлоруксусной кислоты

Для реакции взято:

Диметилбензиламин	3,375 гр; 4 мл,	(0,025 моль)
бензиловый эфир МХУК	4,6 гр, 3,8мл	(0,05 моль)
Этанол	9 мл	(0,15 моль)
Диметилбензиламин и бензиловый эфир МХУК	3,375 г : 4,6 г	1:2

Реакцию проводили при нагревании в течение 3 часов.

Выход соли хлорида N-бензил-2- (бензилокси) -N, N-диметил-2-оксоэтанаммония составляет (7 г) 88 %. Температура плавления = 206-209 °С.

Таблица 5.

Реакция диметилбензиламина с пентиловым эфиром монохлоруксусной кислоты

Диметилбензиламин	3,375 гр; 4 мл,	(0,025 моль)
пентиловый эфир МХУК	8,225 гр, 7 мл	(0,05 моль)
Этанол	9 мл	(0,15 моль)
Диметилбензиламин и пентиловый эфир МХУК	3,375 г : 8,225 г	1:2

Реакция протекала при нагревании в течение 3 часов.

Выход соли хлорида N-бензил-N,N-диметил-2-оксо-2 - (пентилокси)этан аммония составляет (6,7 г) 82 % . Температура плавления = 211 °С

ИК-спектры полученных соединений записаны на ИК-спектрометрах SPECORD-75IR и Avator 360 в таблетках KBr, ПМР ¹H спектры получены на спектрометре “Unity 400plus (Varian)”, растворитель CD₃OD, внутренний стандарт – HMDSO

Анализ ИК-спектра хлорида N-бензил-2-(бензилокси) -N, N-диметил-2-оксоэтиламмония,

ν , см⁻¹ 2490-2583 (N⁺), 1197 (C-O-C);1737 (C=O), 2890 (CH₂-CH₂).

¹H ПМР (1H, s), 4.65 (2H, d), 3.95 (2H, d), 3.63 (1H, s), 6.10 (1H, (2H, d), 3.37 (2H)), 1,83 (2H, d), 0,83-1,44 (5H, d)

Анализ ИК-спектра хлорида N-бензил-2-(пентилокси)-N,N-диметил-2-оксоэтиламмония,
 ν , см⁻¹ 2560 (N⁺), 1210 (C-O-C); 2850 (CH₂-CH₂), 1740 C=O.

¹H ПМР 1.04(6H,t.) 3.19(4H,s), 6.73(2H,dd.), 6.87 (1H,

Список литературы:

1. Hamzé A., Rubi E., Arnal P., Boisbrun M., Carcel C., Salom-Roig X., Calas M. (2005). Mono - and bis-thiazolium salts have potent antimalarial activity. *Journal of Medicinal Chemistry*, 48(10), 3639–3643. <https://doi.org/10.1021/jm0492608>.
2. Caldarelli S.A., Boisbrun M., Alarcon K., Hamzé A., Ouattara M., Salom-Roig X., Vial H. (2010). Exploration of potential prodrug approach of the bis-thiazolium salts T3 and T4 for orally delivered antimalarials. *Bioorganic and Medicinal Chemistry Letters*, 20(13), 3953–3956. <https://doi.org/10.1016/j.bmcl.2010.05.001>
3. Caldarelli, S.A., El Fangour, S., Wein, S., Tran Van Ba, C., Périgaud, C., Pellet, A., Peyrottes, S. (2013). New bis-thiazolium analogues as potential antimalarial agents: Design, synthesis, and biological evaluation. *Journal of Medicinal Chemistry*, 56(2), 496–509. <https://doi.org/10.1021/jm3014585>
4. Ortial, S., Denoyelle, S., Wein, S., Berger, O., Durand, T., Escale, R., Vo-Hoang, Y. (2010). Synthesis and evaluation of hybrid bis-cationic salts as antimalarial drugs. *ChemMedChem*, 5(1), 52–55. <https://doi.org/10.1002/cmdc.200900427>
5. Pernak J., & Feder-Kubis J. (2005). Synthesis and properties of chiral ammonium-based ionic liquids. *Chemistry – A European Journal*, 11(15), 4441–4449. <https://doi.org/10.1002/chem.200500026>