

Раздел 5. «Химические и фармацевтические технологии. Безопасность жизнедеятельности»



Сурет 1. Бастапқы реакция массасы – зертханалық процесс аяқталғаннан кейін үш қабатты қоспа.

Тазалау үшін тазартылған сумен бірнеше рет шаю жүргізілді (150 мл-ден 4-5 рет). Содан кейін органы бейтарапқа келтіру үшін 19,7 г қосылды.

Оқшауланған гидрогельге 30 мл этанол мен су қосылып, шайқалып, қоспаның бөлінуіне рұқсат етілді. Содан кейін 150 мл бензол (C_6H_6) қосылды, бірақ ол реакцияға түспей, жеке жоғарғы қабат ретінде қалды. Оны алып тастағаннан кейін этилацетат ($CH_3COOCH_2CH_3$) қосылды, бұл қоспаның түсін бірден қоңырға айналдырды.

24 сағат инфузиядан кейін қоспасы қабаттарға бөлінеді:

- Төменгі қабат құмға ұқсайтын тығыз зат.
- Жоғарғы қабат сары сұйықтық.



Сурет 2. Этилацетатты экстракция – экстрагентті қосқаннан кейінгі екі қабатты жүйе .

Механикалық бөлу және кептіруден кейін ацетаттар мен белгісіз сары ұнтақты қосылыс алынды.

Тәжірибе барысында потенциалды жаңа қосылыстары бар бірнеше фазаларды бөліп алуға болады. Ең қызықты өнім - бұл қосымша талдауды қажет ететін сары ұнтақ.

Өнімдерді анықтау үшін спектроскопиялық талдау (ИК, ЯМР), хроматографиялық бөлу (TSH, GC-MS) және элементтік талдау жоспарланған.

Раздел 5. «Химические и фармацевтические технологии. Безопасность жизнедеятельности»

Қорытындылар

Жүргізілген зерттеулер нәтижесінде:

Дифенилкетонның ацетиленмен калий гидроксиді қатысында әрекеттесуі күрделі көп қабатты жүйенің түзілуіне әкелді.

2. Сірке қышқылын, суды, бензолды және этилацетатты қолданып сатылы тазарту ацетаттарды және жаңа белгісіз қосылысты бөліп алуға мүмкіндік берді.

3. Алынған сары ұнтақты зат химиялық табиғатын анықтау үшін қосымша талдауды қажет етеді.

Талданған зерттеулер көрсеткендей, дифенилкетонның ацетиленмен сілтілі ортадағы реакциясы жаңа қосылыстар алудың перспективалы әдісі бола алады, ал органикалық еріткіштерді пайдаланып экстракциялау оларды оқшаулаудың негізгі кезеңі болып табылады. Әрі қарайғы зерттеулер реакция жағдайларын оңтайландыруға, жаңа катализаторларды іздеуге және алынған өнімдердің қасиеттерін зерттеуге бағытталуы мүмкін.

Әдебиеттер тізімі

1 Смит Дж. және т.б. Ацетиленнің карбонил қосылыстарымен әрекеттесуі: шолу. Org. Химия. Rev., 2015, 48(3), 215-230.

2 Чжан Л. және т.б. Ацетиленді кетондарға қосудың каталитикалық жүйелері. Дж.Катал., 2018 ж., 364, 127-142.

3 Котляревский И.Л., Шварцберг М.Е., Фишер Л.Б., Ацетилен қосылыстарының реакциялары, Новосиб., 1967; Марш Дж., Органикалық химия, аударма. Ағылшын тілінен, 2 т., М., 1987, б. 222; 3 т., М., 1987, - 95 б.

4 Котляревский И.Л., Карпицкая Л.Г., Химия ацетилен., Томск., 1981., Томск университетінің баспасы, 140 б.

5 Щелкунов А.В., Монодоғалы ацетилендердің синтезі., Алма-Ата., 1970., Қазақ КСР ғылымы, - 157 б.

6 Антонов В.Н., Лепид А.С., Ацетилен өндірісі., Мәскеу, «Химия», 1970. - 415 б.

Г.С.Глеулесова., Т.С.Каппарова, А.А.Чернышева, А.Ж. Мереке

Исследование методов синтеза ацетиленгликолей

Статья посвящена исследованию взаимодействия дифенилкетона с ацетиленом в щелочной среде в растворителе белый спирт. Это важно для изучения с точки зрения разработки новых методов органического синтеза и разработки каталитических систем. Реакцию проводили в присутствии гидроксида калия, образовывалась многослойная система. Для обработки использовали экстракцию, промывку, нейтрализацию и органические растворители (бензол, этилацетат). В результате образовались ацетаты и неизвестный желтый порошок, что потребовало дальнейшего анализа. Исследование включало экстракцию, катализ и подбор реагентов. Полученные результаты могут быть использованы в органической химии и способствовать созданию новых реакционных систем. Данная работа позволяет усовершенствовать методы получения органических соединений и глубже изучить особенности их строения. Полученные результаты могут быть использованы в органической химии и способствовать созданию новых реакционных систем.

Ключевые слова: дифенилкетон, ацетилен, щелочная среда, хромовая смесь, белый спирт, экстракция, органические растворители.

Раздел 5. «Химические и фармацевтические технологии. Безопасность жизнедеятельности»

G.S. Tleulesova, T.S. Kapparova, A.A. Chernyshova, A.Zh. Mereke

Study of Methods for the Synthesis of Acetyleneglycols

The article is devoted to the study of the reaction of diphenylketone with acetylene in an alkaline medium in a solvent of white spirit. The study is important in terms of the development of new methods of organic synthesis and the development of catalytic systems. The reaction was carried out in the presence of potassium hydroxide, forming a multilayer system. Extraction, washing, neutralization and organic solvents (benzene, ethyl acetate) were used for work-up. As a result, acetates and an unknown yellow powder were formed, which requires additional analysis. The study included extraction, catalysis and the selection of reagents. The results obtained can be used in organic chemistry and contribute to the development of new reaction systems. This work allows us to improve the methods for obtaining organic compounds and to study their structural features in more depth. The results obtained can be used in organic chemistry and contribute to the development of new reaction systems.

Keywords: diphenylketone, acetylene, alkaline medium, chromium compound, white spirit, extraction, organic solvents.

References

- 1 Smith J. Et al. Reaction of acetylene with carbonyl compounds: a review. *Org. Chemistry. Rev.*, 2015, 48(3), 215-230.
- 2 Zhang L. Et al. Catalytic systems for the addition of acetylene to ketones. *J. Catal.*, 2018, 364, 127-142.
- 3 Kotlyarevsky I.L., Shvartsberg M.E., Fisher L.B., *Reactions of acetylene compounds*, Novosib., 1967; Marsh J., *Organic chemistry*, transl. from English, 2 vol., M., 1987, p. 222; 3 vol., M., 1987, - 95 p.
- 4 Kotlyarevsky I.L., Karpitskaya L.G., *Chemistry of acetylene.*, Tomsk., 1981., Tomsk University Press, p. 140.
- 5 Shchelkunov A.V., *Synthesis of monobasic acetylenes.*, Alma-Ata., 1970., Science of the Kazakh SSR, - 157 p.
- 6 Antonov V.N., Lepid A.S., *Production of acetylene*, Moscow, "Khimiya", 1970.- 415 p.

Раздел 5. «Химические и фармацевтические технологии. Безопасность жизнедеятельности»

МРНТИ 31.21.19

УДК: 547.7/.8

А.К. Сыздыков^{1,2} О.А.Нуркенов^{1,2}, С.К. Кабиева¹, А.И. Хлебников³,
А.П.Богоявлинский⁴

¹Карагандинский индустриальный университет, г. Темиртау, Казахстан

²Институт органического синтеза и углекислоты РК, г. Караганда, Казахстан

³Томский политехнический университет, г. Томск, Российская Федерация

⁴Институт микробиологии и вирусологии, г. Алматы, Казахстан

(E-mail: ardak.syzdykov.96@inbox.ru)

Синтез, строение и противовирусная активность новых гидразонов на основе N-аминоморфолина

В статье приведены данные по синтезу гидразонов N-аминоморфолина. Показано, что взаимодействие N-аминоморфолина с функционально-замещенными бензальдегидами и 4-пиридинальдегидом в изопропиловом спирте приводит к образованию соответствующих гидразонов. Исследованы строения синтезированных соединений методами ЯМР ¹H и ¹³C спектроскопии, а также данными двумерных спектров COSY (¹H-¹H), HMQC (¹H-¹³C) и HMBC (¹H-¹³C). Определены значения химических сдвигов, мультиплетность и интегральная интенсивность сигналов ¹H и ¹³C в одномерных спектрах ЯМР. С помощью спектров в форматах COSY (¹H-¹H), HMQC (¹H-¹³C) и HMBC (¹H-¹³C) установлены гомо- и гетероядерные взаимодействия, подтверждающие структуру исследуемых соединений. Приведены данные по изучению антивирусной активности некоторых синтезированных гидразонов.

Ключевые слова: N-аминоморфолин, гидразоны, функционально-замещенные бензальдегиды, ЯМР-спектроскопия; противовирусная активность.

Введение

Одной из важнейших задач современной органической и медицинской химии является создание новых биологически активных соединений для разработки целевых лекарственных препаратов для лечения распространенных заболеваний в обществе. Один из наиболее перспективных подходов к разработке новых фармакологически значимых препаратов заключается в использовании доступных гетероциклических соединений в качестве исходных веществ [1].

Гетероциклические соединения широко распространены в природе и содержатся во многих биологически активных молекулах, что делает их привлекательной отправной точкой для разработки лекарств. Изучая химический состав этих соединений, исследователи могут выявлять новые лекарственные препараты-кандидаты с улучшенной активностью, селективностью и безопасностью [2-4].

В целом, использование гетероциклических соединений при разработке лекарственных препаратов предлагает мощный подход к разработке новых фармакологически значимых средств, способных эффективно лечить различные заболевания.

К таким веществам можно отнести морфолин, а его производные представляют собой класс гетероциклических соединений, которые продемонстрировали разнообразные фармакологические эффекты и терапевтический потенциал. Их широкий спектр действия делает их привлекательными кандидатами для дальнейших исследований и разработки лекарственных средств в различных терапевтических областях.

Производные морфолина продемонстрировали эффективность в качестве ноотропов - веществ, которые могут улучшать когнитивные функции, память, творческие способности или мотивацию. Кроме того, эти соединения показали себя многообещающими при лечении целого ряда заболеваний,

Раздел 5. «Химические и фармацевтические технологии. Безопасность жизнедеятельности»

поражающих различные системы органов, включая дыхательную систему, желудочно-кишечный тракт и сердечно-сосудистую систему, воспалительных состояний, иммунных нарушений и заболеваний центральной нервной системы.

Универсальность и фармакологические свойства производных морфолина делают их ценными мишенями для исследований в области медицинской химии. Дальнейшее изучение этих соединений может привести к разработке новых препаратов с улучшенными профилями эффективности и безопасности для лечения широкого спектра заболеваний [5]. Гидразоны, полученные из гидразида изоникотиновой кислоты (изониазида) и гидразида никотиновой кислоты, проявили значительную фармакологическую активность и используются при разработке различных лекарственных препаратов [6-9]. Вот краткий обзор их применения в различных терапевтических областях: противотуберкулезная активность, противовоспалительные свойства, противосудорожная активность и антидепрессивные эффекты [10-14]. В связи с этим, в продолжение ранее начатых исследований [15-17], нами были синтезированы новые биологически активные гидразоны N-аминоморфолина (8-13).

Методы и материалы

Параметры, используемые для анализа методом высокоэффективной жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС). Вот разбивка некоторых из упомянутых ключевых параметров: хроматограф Agilent 1260 Infinity II («Agilent Technologies», Санта-Клара, Калифорния, США, 2015) был сопряжен с масс-спектрометром высокого разрешения Agilent 6545 LC/Q-TOF («Agilent Technologies», США, 2015). Источник ионизации: Двойной источник ионизации AJS ESI, работающий в режиме положительных ионов.

^1H и ^{13}C спектры ЯМР регистрировали на спектрометре JNM-ECA Jeol 400 (JEOL Ltd., Токио, Япония, 2008; частоты 399,78 и 100,53 МГц соответственно) (частота 399,78 и 100,53 МГц соответственно) с использованием DMSO-d_6 и CDCl_3 Растворители. Химические сдвиги измерялись относительно сигналов остаточных протонов или атомов углерода дейтерированного растворителя. ИК-спектры регистрировали на ИК-фурье-спектрометре ФСМ 1201 («ООО «Инфраспек», Санкт-Петербург, Россия) в таблетках KBr в районе $400\text{--}4000\text{ см}^{-1}$.

Элементный анализ (C, H и N) проводили на приборе элементного анализатора EuroVector PE2400 SERIES II («Eurovector», S.p.A., Рим, Италия, 2019). Температуры плавления определяли с помощью прибора SMP10 («Barloworld Scientific», Стаффордшир, Великобритания, 2017). Анализ ТСХ проводили на планшетах Silufol UV-254 (Serva Feinbiochemica GmbH@Co, Прага, Чехия, 2022) с визуализацией паров йода.

Рентгеноструктурное исследование соединения 15 проводили на аппарате Bruker Optik GmbH (Bruker corp., Ettlingen, Германия), (MoK α , графитовый монохроматор, ω -сканирование, $2,27^\circ \leq \theta \leq 27,51^\circ$) при температуре 296 К. Всего было захвачено 21 510 отражений, в том числе 3147 независимых ($R_{\text{int}} = 0,0322$). Моноклинные кристаллы, $a = 9,9203(3)$, $b = 8,7798(3)$, $c = 15,9274(5)$ Å, $\beta = 98,757(1)^\circ$, $V = 1371,08(8)$ Å 3 , $Z = 4$ ($\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_4$), пространственная группа $P_{21/n}$, $d = 1,338\text{ г/см}^3$, $\mu = 0,099\text{ мм}^{-1}$. Исходный массив измеренных интенсивностей обрабатывался и учитывался с помощью программ SAINT [18] и SADABS [19] (multi-scan, $T_{\text{мин}} = 0,931$, $T_{\text{макс}} = 0,983$) [20].

Структура была расшифрована с помощью прямого метода. Положения неводородных атомов уточнялись в анизотропном приближении методом методических наименьших квадратов с полной матрицей. Атомы водорода располагались в геометрически рассчитанных положениях, а их координаты уточнялись в изотропном приближении с фиксированными позиционными и тепловыми параметрами (модель «райдера»). В расчетах использовалось 2562 отражения независимых отражений с $I \geq 2\sigma(I)$, а количество заданных параметров составило 182. Итоговые коэффициенты дивергенции были следующими: R_1 0,0413; wR_2 0,1137 (для отражений с $I \geq 2\sigma(I)$); R_1 0,0525; wR_2 0,1247 (для всех отражений); и $\text{Goof} = 1,059$. Пики остаточной плотности: $\Delta\rho = 0,227$ и $-0,161\text{ е/Å}^3$. Структура была расшифрована и доработана в соответствии с программами «SHELXT 2014/5» [20] и «SHELXL-2018/3» [21]. Рентгеновские данные в виде файла CIF были переданы на хранение в Кембриджский центр данных по кристаллическим структурам (CCDC 2358257).

Синтез гидразонов (8-13). N-аминоморфолин (0,01 моль) растворяли в 5 мл 2-пропанола, а соответствующий альдегид (0,011 моль) добавляли в 15 мл 2-пропанола. Смесь обрабатывали