

**O‘ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O‘RTA MAXSUS
TA‘LIM VAZIRLIGI**

Mirzo Ulug‘bek nomidagi O‘zbekiston Milliy Universiteti

Qo‘lyozma huquqida

MUSTANOVA SOJIDA JOBBAROVNA

**N-(β -BROMETIL)FTALIMIDNING BUTILBENZOL
BILAN REAKSIYASI**

MALAKAVIY BITIRUV ISHI

Ish ko‘rildi va himoya
qilishga ruxsat berildi

Ilmiy rahbar:
k.f.n, Yuldasheva M.R.

Toshkent-2014 y.

MUNDARIJA

KIRISH.....	3
I. ADABIYOTLAR SHARHI.....	
1.1. Ftalimid hosilalari	7
1.2. Butilbenzollar asosida sintezlar	7
1.3 Aromatik birikmalarni amidoalkillash reaksiyalari	8
II. NATIJALAR TAHLILI	
2.1. N-(β -brometil)ftalimid sintezi	26
2.2. Uchlami butilbenzolning N-(β -brometil)ftalimid bilan reaksiyalari natijalari tahlili	36
III. TAJRIBALAR BO‘LIMI	40
3.1. Ishlatilgan reagentlar	40
3.2. N-(β -gidroksietil)ftalimid va N-(β -broetil)ftalimid sintezi	43
3.3. Uchlamchi butilbenzolni N-(β -brometil)ftalimid bilan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ishtirokida amidoalkillash	45
3.4. Uchlamchi butilbenzolni N-(β -brometil)ftalimid bilan MoCl_5 ishtirokida amidoalkillash	46
XULOSALAR	48
ADABIYOTLAR RO‘YXATI	56

Qisqartma soʻzlar

β -GEF- N-(β -gidroksietil)ftalimid

β -BMF -N-(β -brometil)ftalimid

T_{suyuq.} -suyuqlanish harorati

T_{qayn.} -qaynash harorati

YUQX -yupqa qatlam xromatografiya

IQ- spektr -infraqizil spektr

Kirish

Mavzuning dolzarbligi: Aromatik birikmalarni N-galogenalkilftalimid bilan amidoalkillash reaksiyalari halqaga alkilamin guruhini kiritish uchun keng ishlatiladi va bu reaksiyalarda ftalimid guruhi oson chiqib ketuvchi guruh sifatida qo'llaniladi. Ftalimid va uning hosilalari asosida olinishi qiyin bo'lgan murakkab tuzilishli geterohalqali birikmalarni, alkanbisaminlar hamda birlamchi aminlarni sintez qilishda, suvda eruvchan yuvuvchi vositalar olishda qo'llaniladi. Shu bilan birgalikda N-(β -gidroksi)etilftalimid reaksiyalar borishida muhim hisoblanadi hamda β -гидроксиэтилфталимид asosida sintez qilinadigan moddalar xalq xўжалигининг турли соҳаларида, масалан, агрокимё ва каучук кимё саноатида муҳим оралик маҳсулот.

Aromatik birikmalar tarkibiga amidoalkillash reaksiyalari yordamida alkilftalimid guruhini kiritib olingan moddalarni gidroliz qilish yordamida birlamchi amin olish imkoniyati mavjud.

Adabiyot manbalarida N-(β -brometil)ftalimid bilan butilbenzollarning reaksiyalari berilmagan va kam miqdordagi Lyuis kislotalari amidoalkillash reaksiyalarida qo'llanilmagan.

Malakaviy bitiruv ishi ITI mavzulari rejasi bilan bog'liqligi.

Ish Mirzo Ulug'bek nomidagi O'zbekiston Milliy universiteti organik kimyo kafedrasida faoliyat olib borgan YoF.7.03. «Aromatik birikmalarning etilolimidlar bilan proton va oz miqdordagi aproton kislotalar ishtirokida maqsadli sintezlar tadqiqoti» mavzusidagi davlat ilmiy granti dasturi asosida bajarildi.

Ishning maqsadi. Ushbu malakaviy bitiruv ishi uchlamchi butilbenzolni N-(β -brometil)ftalimid bilan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ va MoCl_5 ishtirokida amidoalkillash reaksiyalarini o'rganishga bag'ishlangan.

Ishning vazifalari. Oldinga qo'yilgan maqsadni amalga oshirish uchun quyidagi vazifalar belgilab olindi:

- N-(β -brometil)ftalimid sintez qilish;

- N-(β-brometil)ftalimid bilan uchlamchi butilbenzol reaksiyasini $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ishtirokida oʻrganish va reaksiya mahsuloti unumiga turli omillarning taʼsirini aniqlash;

- N-(β-brometil)ftalimid bilan uchlamchi butilbenzol reaksiyasini MoCl_5 katalizatori ishtirokida oʻrganish;

- Olingan mahsulot tuzilishini fizik-kimyoviy tadqiqot usullari yordamida aniqlash;

Ishning ilmiy yangiligi va amaliy ahamiyati:

-birinchi marta uchlamchi butilbenzolni N-(β-brometil)ftalimid bilan temir(III)xlodid va molebden(V)xlodid ishtirokida amidoalkillash reaksiyalari oʻrganildi va tegishli mahsulotlar yuqori unum bilan sintez qilindi.

- reaksiyaning borishiga va mahsulot unumiga katalizator, reagentlarning mollar nisbatlarining, temperaturaning taʼsiri oʻrganildi.

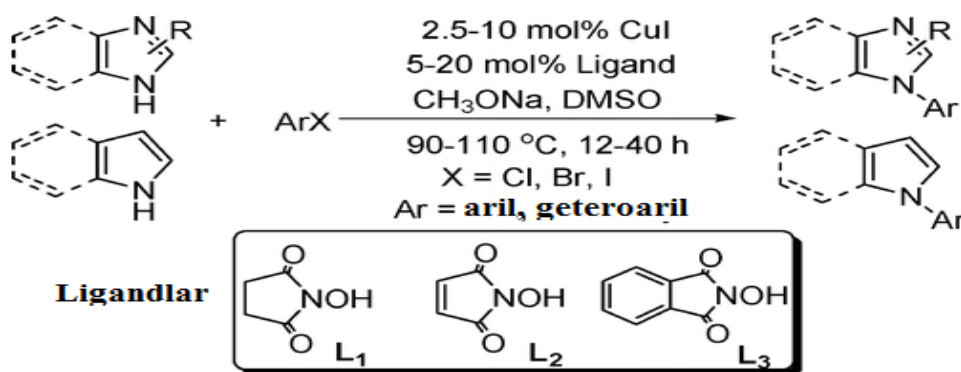
Malakaviy bituruvishining tuzilishi va hajmi: Malakaviy bituruv ishi kirish, adabiyotlar sharhi, natijalar tahlili, tajribalar boʻlimi hamda xulosa, adabiyotlar roʻyxatidan tashkil topgan boʻlib, 40 betni tashkil qiladi. Olingan natijalar jadvalda umumlashtirilgan va spektrlari ilovada keltirilgan. Ishda (37) ta adabiyot maʼlumotlaridan foydalanilgan.

Ishning muhokamasi: N-(β-brometil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, MoCl_5 ishtirokida amidoalkillash reaksiyalari natijalari asosida olingan maʼlumotlar kafedra majlisida muhokama qilindi va himoyaga tavsiya etildi.

I BOB. ADABIYOTLAR SHARHI

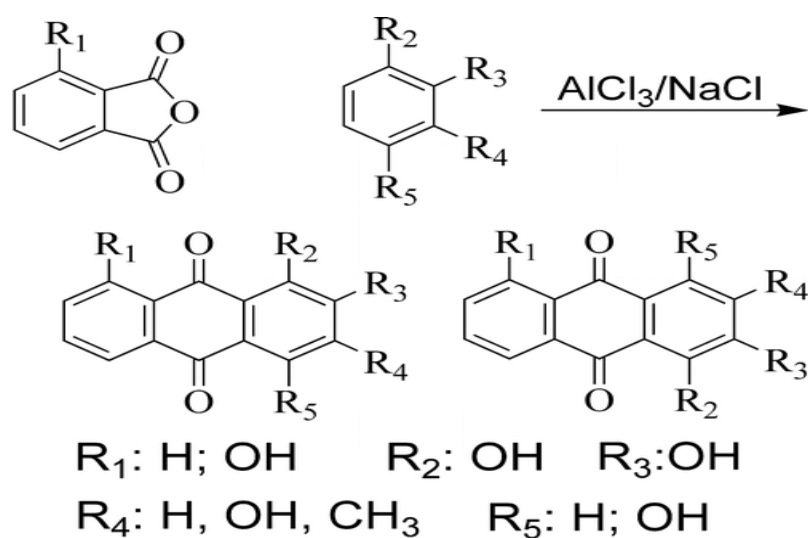
Ftalimid hosilalari

Ftalimid asosida sintez qilingan birikmalar tibbiyotda farmatsevtik preparatlar-dorivor moddalar [1] va organik sintezda oraliq mahsulotlar [2], qishloq xo'jaligida inteksitsidlar [3], hamda suvda eruvchan yuvuvchi vositalar[4], ftalimid hosilalaridan sopolimer olinib, sun'iy charm olishda keng qo'llaniladi. Aromatik birikmalar va ularning funksional hosilalarini kam miqdordagi Lyuis kislotalari ishtirokida alkillash va atsillash reaksiyalarini davomi sifatida, olinishi qiyin bo'lgan aminlar sintezida foydalaniladigan mahsulotlar olish uchun amidoalkillash reaksiyalari o'rganilib kelinmoqda. Amidoalkillash reaksiyalari uchun amidoalkillovchi reagent sifatida ftalimid hosilalari tanlab olingan. Adabiyotlarda N-gidroksiftalimiddan foydalangan holda N-arillash reaksiyalari olib borilgan. Pirrollar, indollar, imidazollarni aril va geteroarilgalogenidlar(Cl, Br, I) bilan CuI katalizatori, N-gidroksisuksinimid(L₁), N-gidroksimaleimid(L₂) yoki N-gidroksiftalimid ligandlari, asos CH₃ONa va erituvchi DMSO bilan N-arillash uchun arzon katalizator, samarali va oson tajribaga asoslangan usul rivojlangandir. Reaksiya uchun mis(I)yodid katalizator sifatida qo'llanilgan. Erituvchi sifatida dimetilsulfooksiddan foydalanilib, reaksiya 90-110° C haroratda olib borilgan [5]:



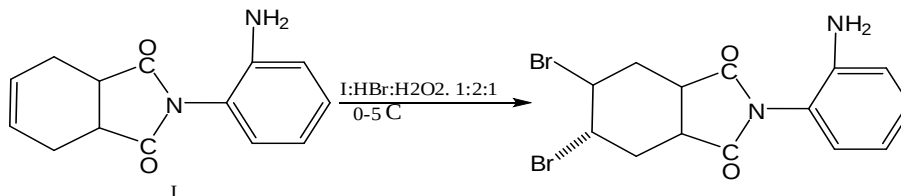
Ftal anhidridi bilan Fridel-kraft bo'yicha benzol hosilalarini atsillash reaksiyalari olib borilib, nematoda parazitiga qarshi moddalar sifatida qo'llaniluvchi antraxinon hosilalari sintez qilingan. Limfatik filarioz (fil kasalligi), dunyo hamjamiyatining sog'ligida global muammo bo'lib, parazitik nematoda Wuchereria bancrofti va Brugia malayi (qurtlar nomi) lar bilan chaqiriladi. Olimlar

oldin patogen (kasalni chaqiruvchi) ichak shistosmoz trematodalariga qarshi tasiri kuchli bo'lgan dayliy (gul nomi) tomiridan bo'lgan antrohinonlar haqida ish olib borishgan edi. Endi esa yangi A-S antrahinonlar va ularning xususiyatlari haqida quyidagi malumotlarni berishgan. Ftal angidridi va almashtirilgan benzollardan Fridel-Kraft bo'yicha bir bosqichda atsillash reaksiyasi bilan A-S antraxinonlar sintez qilingan. Ushbu sintetik antroxinonlarning filyariga (nematoda turi) qarshi xususiyatlarini mikrofilariyaga va malayi qurtlarining erkagi va urg'ochisiga qarshi sinovdan o'tkazishdi va ijobiy natijalar olishgan [6].



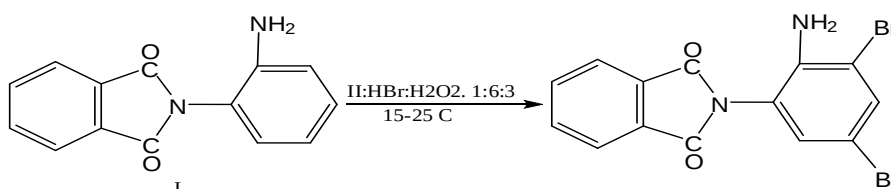
Maliyen yoki ftal kislotalarning alifatik diefiri geksametilendiamin bilan oson reaksiyaga kirishadi. Shuningdek etelendiamin va monoetanolamin bilan ham 1,2-etelindiaminni metil yoki etil efiri bilan (maliyen kislotaning efiri) qutbsiz organik erituvchilarda (benzol, toluol) qaynatilganda reaksiyaga kirishadi. Yuqori unum bilan to'yinmagan turdagi poliamid smolalari olingan. Poliamidlarning kimyoviy tuzilishi metanol bilan reaksiyasida ajralib chiqqan miqdorlar bilan tasdiqlanadi. Dey SanjeevK., Lightner David A. lar tomonidan ftalimidning etil spirtidagi eritmasi bilan 2,5-dimetoksitetragidrofuranni dioksandagi eritmasida qaynatish bilan ishlov berilgan va natijada 1,1-bipirrol sintez qilingan. Olingan moddaning rentgen tuzilishi o'rganilgan [7].

Olimlar tomonidan N-(o-aminofenil)imid sis-4-siklogeksen-1,2-dikarbon kislotaning va N-(o-aminofenil)imid ftal kislotaning bromlash reaksiyalari o'rganilgan. Reaksiya uchun oksidlovchi sifatida 40%li bromid kislota eritmasi va 28% li vodorod peroksididan foydalanilgan, reaksiya 0-5⁰C da olib borilgan [8]:

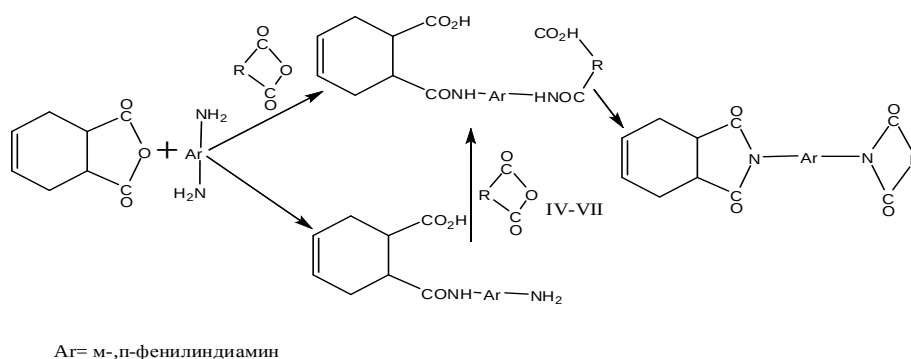


Ushbu reaksiyada mahsulot 60% unum bilan hosil bo'ladi.

N-(o-aminofenil)imid ftal kislota bilan reaksiya 15-25⁰Sda olib borilgan va 65% unum bilan mahsulot hosil bo'lgan [9]:



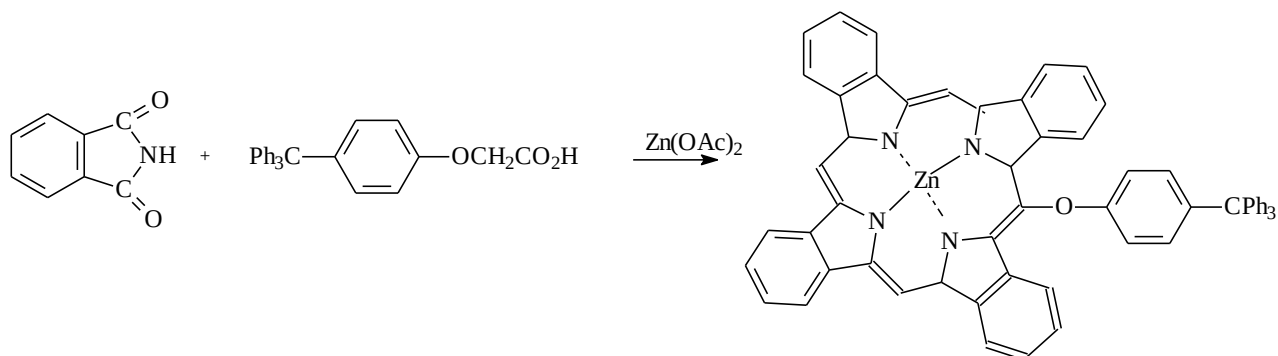
Bundan tashqari bis-imidlar aralashasini olishda reagentlar nisbatining va erituvchining ta'siti urganilgan. Reaksiya uchun atseton erituvchisida ekvimolyar nisbatda m- yoki p-diaminfenilen va sis-siklogeks-4-en-1,2-dikarbon kislota 4:1 va 5:1 nisbatda olingan va reaksiya xona haroratida olib borilgan [10]:



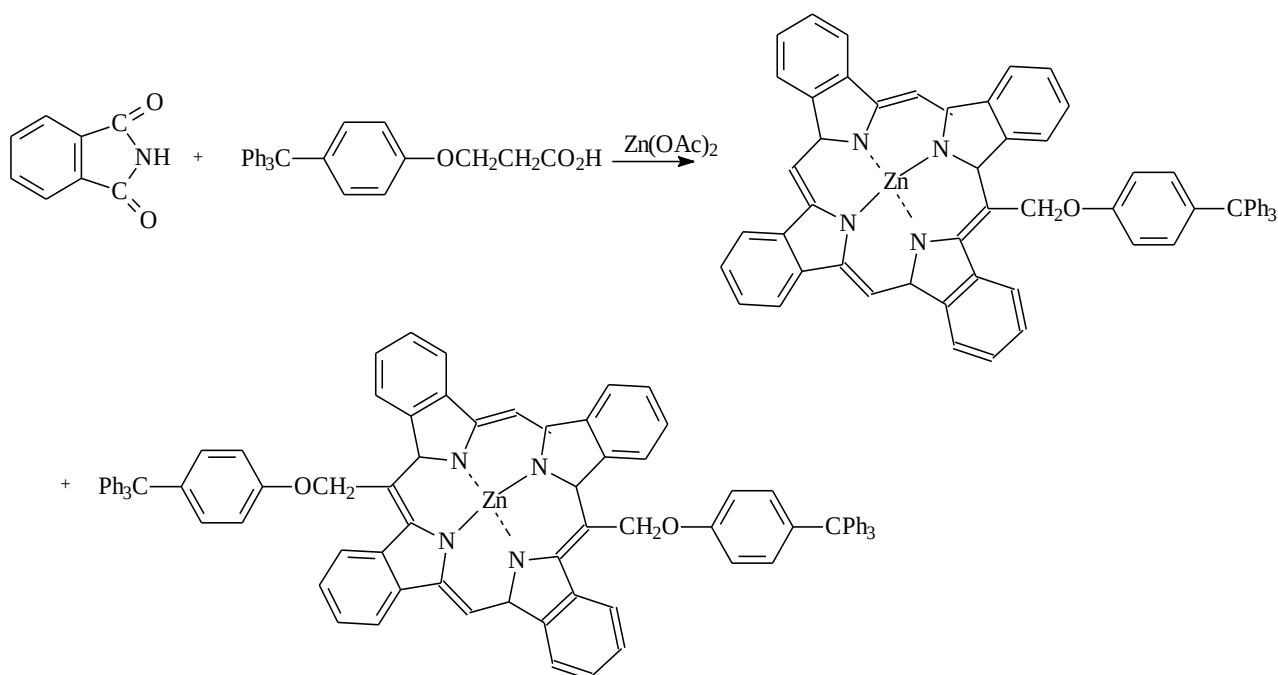
Ftalimid asosida olinadigan tetrabenzoporfirinlar onkologik kasalliklarning dionoztikasida va fotodinamik davolashda [11], bundan tashqari katalizatorlar sifatida qullaniladi [12].

N.E.Galanin, L.A.Yakubov, G.P.Shaposhnikov tomonidin ftalimidning [4-(trifenilmetil)fenoksi]sirka kislota va 3-[4-(trifenilmetil)fenoksi] propan kislotalar

bilan reaksiyalari urganilgan. Reaksiyada ftalimid va kislotalar 1:1 nisbatda olinib rux atsetati ishtirokida 1 soat davomida 320⁰C da qizdirilgan soʻngra aralashma sovutilib xloroformda qayta kristallab tozalangan[13].



Ushbu reaksiya 24% unum bilan borgan.



Ushbu reaksiyada 1 va 2 mahsulotlarning unumi 9% va 11% ni tashkil etgan.

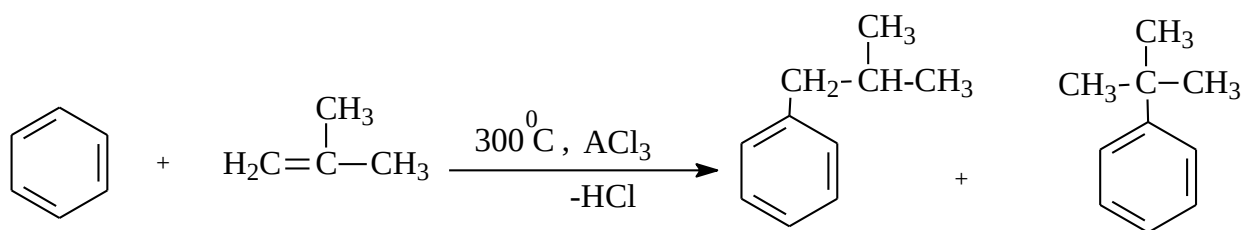
1,4-digidropiridin va Gancha-4-P-3,5-dietoksikarbonil 2,6-dimetil-1,4-digidropirinlarning, N-gidroksiftalimid katalizatori ishtirokida molekulyar kislorod yordamida oksidlashning qulay usuli hisoblanadi. Reaksiya qaynatish bilan 0.5-5 soat davomida olib borildi va 2,6-dimetil-4-R-3,5-dietoksikarbonilpiridin olingan, mahsulot unumi 72-99% [14].

Butilbenzollar asosida sintezlar

Biz amidoalkillash reaksiyalarini o'rganmoqchi bo'lgan butilbenzollarning olinish usullari va kimyoviy xossalarini o'rgandik.

Uchlamchi butilbenzol Xill sistemasi bo'yicha brutto formulasi $C_{10}H_{14}$, molekulyar massasi 134.218 (m.a.b), suyuqlanish temperaturasi $-58.1^{\circ}C$, qaynash temperaturasi $169.2^{\circ}C$. Butilbenzollar olishning klassik va keng tarqalgan usuli Fridel-Krafts bo'yicha alkillash hisoblanadi [15].

Bu usul bo'yicha benzol va izobutilen $300^{\circ}S$ da Lyuis kislotalari ishtirokidagi reaksiyasidan olinadi:

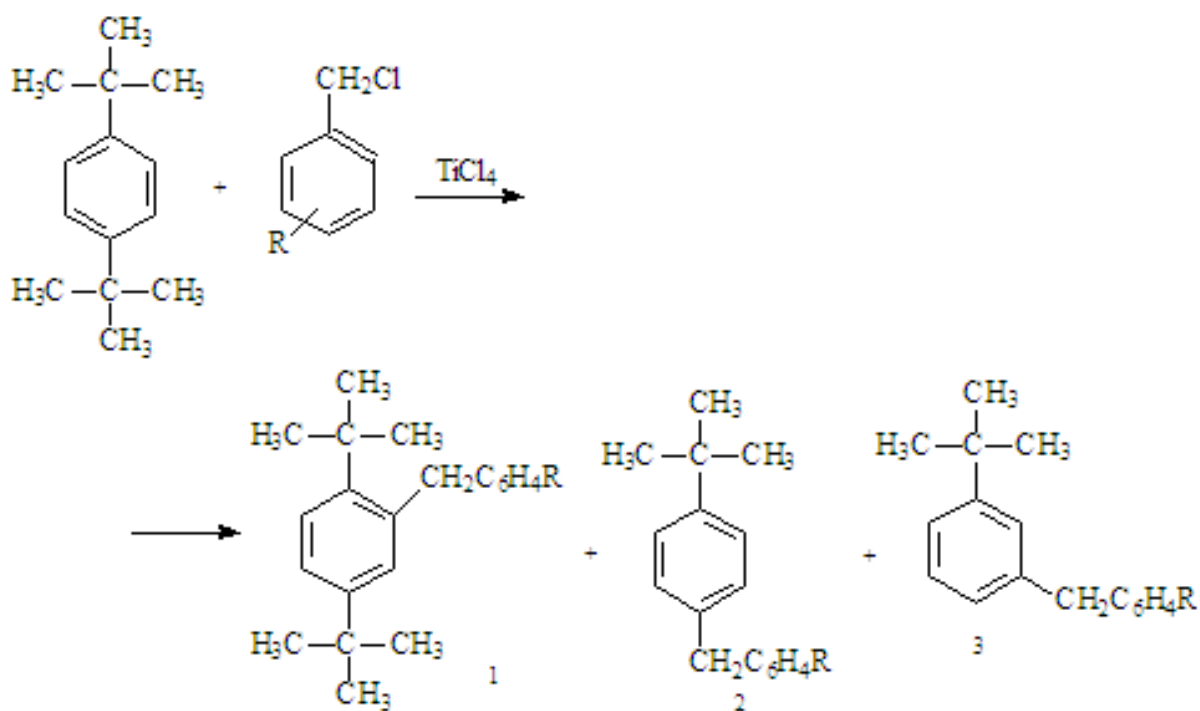


Uchlamchibutilbenzol yon zanjirining tarmoqlanganligi uchun yon zanjiri tarmoqlanmagan alkilbenzollarga nisbatan barqaror hisoblanadi [16].

Yu. V. Pozdnyakovich, R. P. Savyak, G. B. Kondratova va S. M. Sheynlar tomonidan 1,4-di uchlamchibutilbenzolning benzilxlorid bilan alkillash reaksiyasini titan (IV) xlorid ishtirokida o'rganilgan va tegishli mahsulotlar sintez qilishgan. Benzillash reaksiyasida orto almashgan hosiladan tashqari meta almashgan hosila ham hosil bo'lgan. Yana ipso-hujum bilan reaksiya borishini ham ko'rishimiz mumkin.

Dastlabki tajribada reaksiya moddani geksaftorbenzol erituvchisida 20-25 gradus temperaturada eritilib, 2 va 24 soat davomida qaynatish orqali olib borishgan. Hosil bo'lgan modda 15% li sulfat kislota yordamida yuvib olingan hamda kalsiy xlorid bilan quritib olingan. Olingan moddalar atsetonda eritilib, gaz-suyuqlik xromotografiyasi yordamida tarkibi aniqlangan [17].

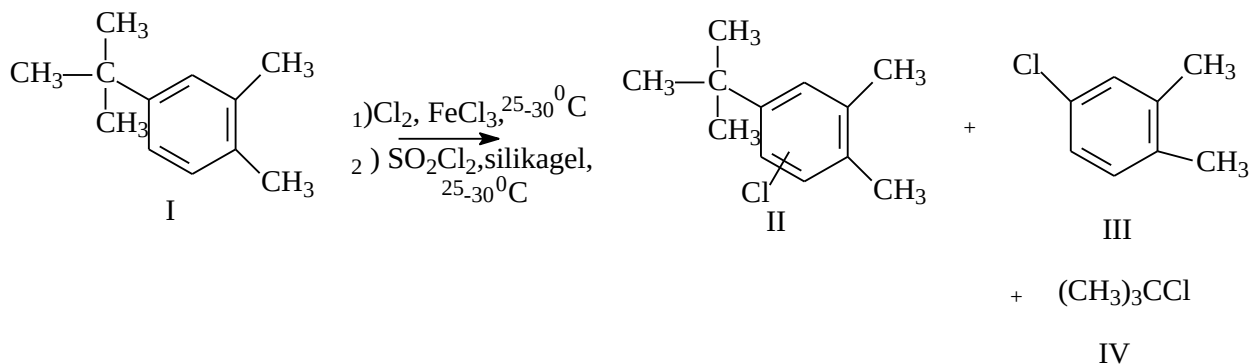
Reaksiya tenglamasi quyidagicha:



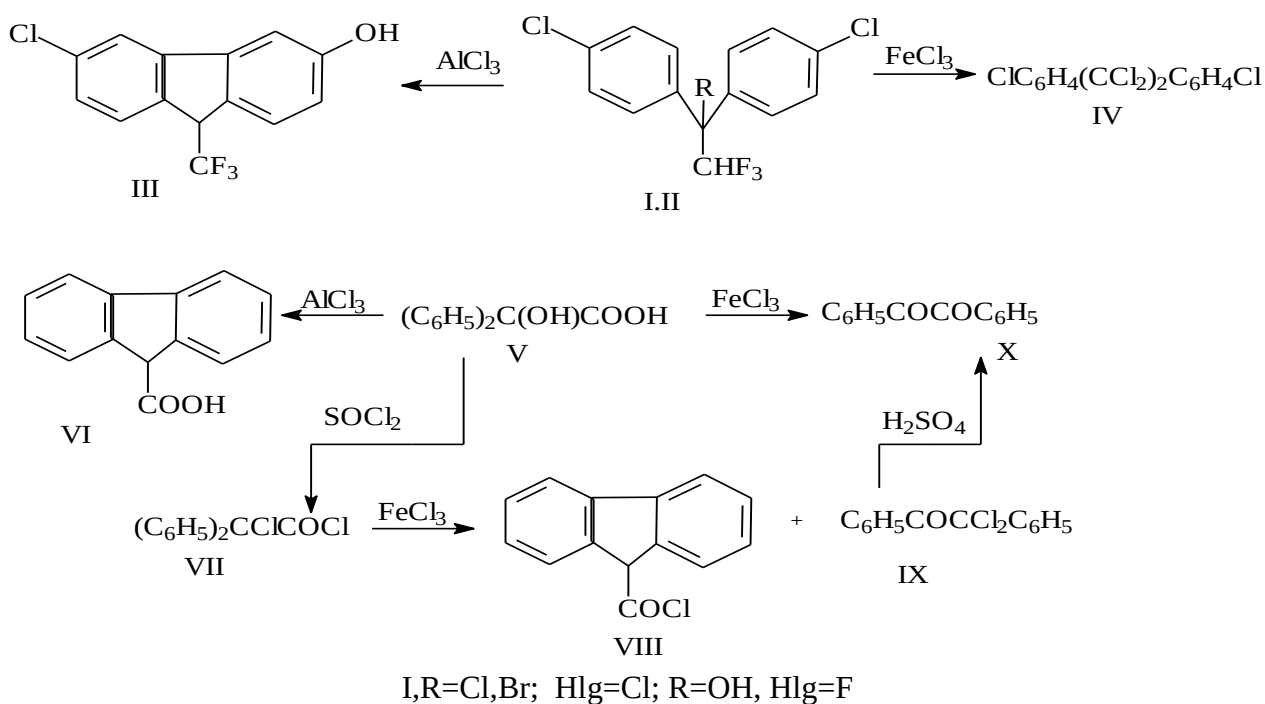
Bu reaksiya geksatorbenzolda 2 soat davomida olib borilgan. Bunda 1- mahsulot unumi 79%, 2-mahsulot unumi 9%, 3-mahsulot unumi 6% ni tashkil qilgan. Reaksiya shu erituvchida 24 soat davomida olib borilganda 1-mahsulot unumi 76%, 2-mahsulot unumi 8%, 3-mahsulot unumi 16% bo'lgan. Xuddi shu reaksiya uchun xloroform ishlatilganda va 1 soat davomida olib borilganda 1-mahsulot 77%, 2-mahsulot 10%, 3-mahsulot 8% unum bilan hosil bo'lgan. 68 soat davomida shu erituvchida olib borilganda esa 1-mahsulot 11%, 2-mahsulot 9%, 3-mahsulot 54% unum bilan hosil bo'lishi aniqlangan. Demak, olingan erituvchilardan tashqari reaksiyaning davomiyligiga ham bog'liq holda reaksiya mahsulotlari keskin o'zgarishi mumkin [17].

Yu. V. Tanchuk, I. A. Ralchuklar 1,2-dimetil,3-xlor,5-uchlamchibutilbenzolni tanlab ta'sir qilish imkonini o'rganganishganlarida 1,2-dimetil 4-uchlamchi butyl benzolni temir(III) xlorid ishtirokida xlorlash yo'li bilan yoki selikogel ishtirokida sulfurillaganda izomer xlor ,1,2-dimetil 4-uchlamchibutilbenzol bilan birga vodorod atomlari xlor bilan almashinishi natijasida mahsulot 10-15% unum bilan hosil bo'ladi [18].

VIII

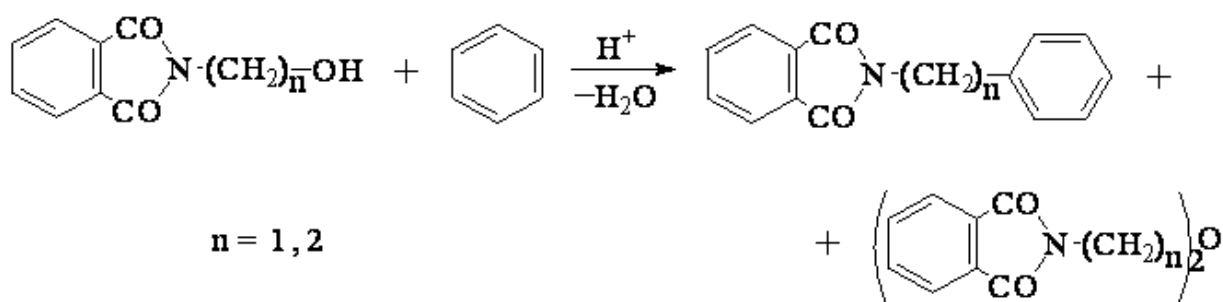


Adabiyot malumotlarida benzoy kislotasining Lyuis kislotalari ishtirokidagi reaksiyalar o'rganilgan va benzoy kislota alyuminiy xlorid bilan 3:1 mol nisbatda reaksiyaga kirishganda bu 9-fluoren karbon kislota hosil bo'lishiga olib kelgan[19]. Bunda assimetrik 1,1-diaril-1,2,2,2- tetragalogenetan (I) bilan reaksiyada alyuminiy xloridni temir (III) xloridga almashtirganda reaksiya quyidagi yo'nalishga ega bo'ldi: asosiy mahsulot sifatida simmetrik 1,2-diaril-1,1,2,2-tetragalogenetan (II) hosil bo'ladi. Boshqa Lyuis kislotalari ham temir (III) xlorid kabi (I) va (II) ga o'xshash reaksiyalarni beradi, lekin mahsulot unumi kam bo'ladi:



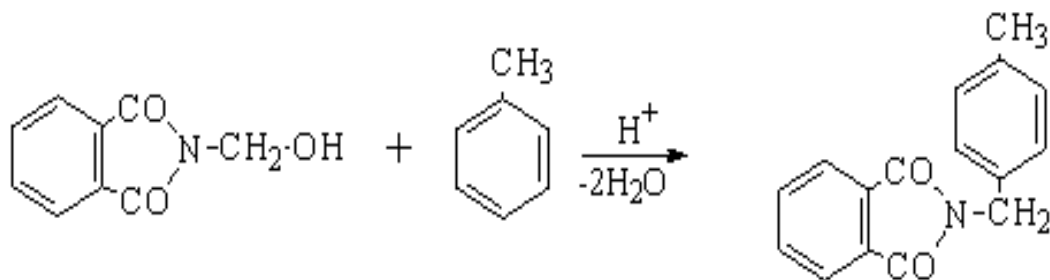
Aromatik birikmalarni amidoalkillash reaksiyalari

Aromatik uglevodorodlardan benzol, toluol, etilbenzol, ksilol izomerlari, psevdokumol va mezitilenni amidoalkillash reaksiyalari N-MFI, N-BMF (N-brommetilftalimid) va β -GEF (β -gidroksietilftalimid) bilan o'rganilgan [20-24]. Benzolning N-MFI va β -GEF bilan reaksiyalari natijasida mos ravishda 56% va 24% unum bilan mono-almashgan mahsulotlar va oddiy efirlar hosil bo'lishi aniqlangan:

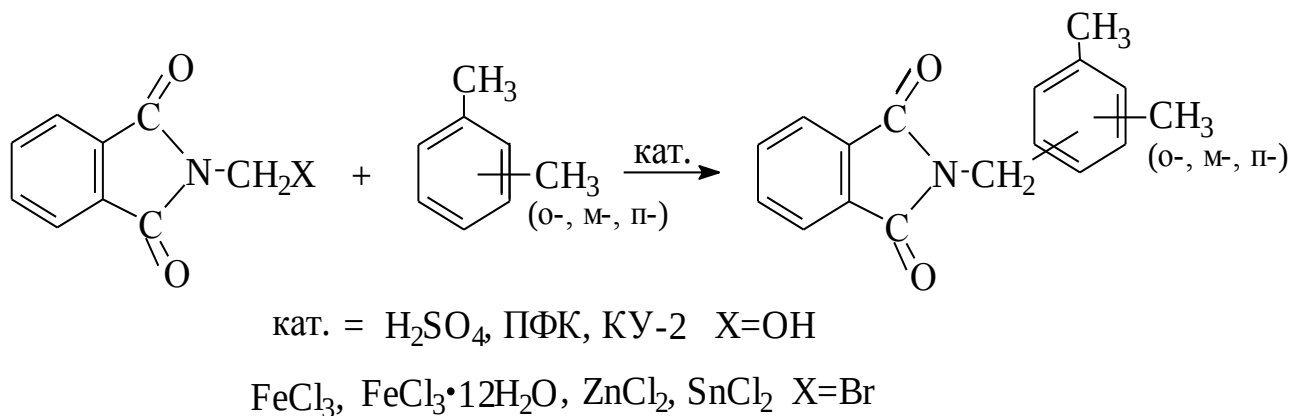


Reagent sifatida N-brommetilftalimid (N-BMF) qo'llanilganda faqat 83% unum bilan benzilftalimid sintez qilingan [20].

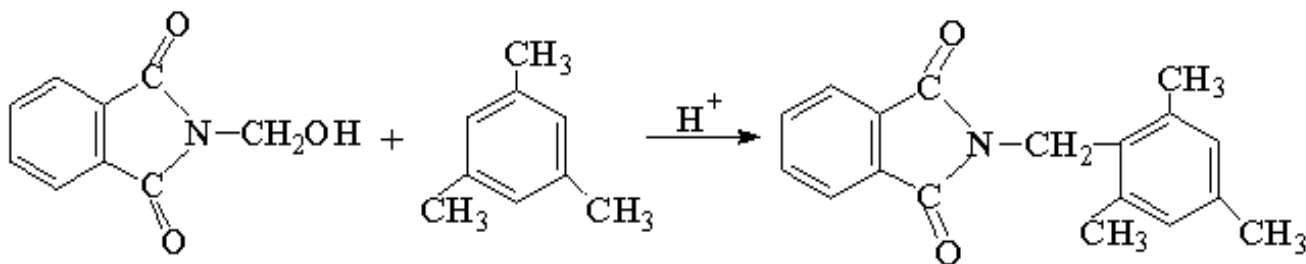
Toluolni N-MFI bilan amidoalkillash reaksiyasi kons.H₂SO₄ ishtrokida olib borilgan. Bu reaksiya uchun boshlang'ich reagentlar N-MFI, toluol va kons.H₂SO₄ katalizatori 1:3:3 mollar nisbatida olingan va reaksiya kuchli aralashtirish bilan 95-100⁰S haroratda 4 soat davomida qizdirish bilan olib borilgan [21]. Tajriba natijasida faqat 50% unum bilan para-almashingan izomer 4-(N-ftalimidometil)toluol hosil bo'lganligi aniqlangan. Keyingi reaksiyalar KU-2 va PFK katalizatori bilan o'rganilgan. Bu reaksiyalarda 4-(N-ftalimidometil)toluolning unumi mos ravishda 40% va 68% ga teng bo'lgan:



o-, m-, p-ksilollar bilan N-MFI reaksiyalarda ham 100⁰S dan oshiq bo‘lmagan haroratda faqat bitta mono-almashgan hosilalar hosil bo‘lishi aniqlangan. Faqat katalizator sifatida kam miqdordagi Lyuis kislotalaridan foydalanilganda mahsulot unumi 95-96% gacha ortishi aniqlangan [22-24]:



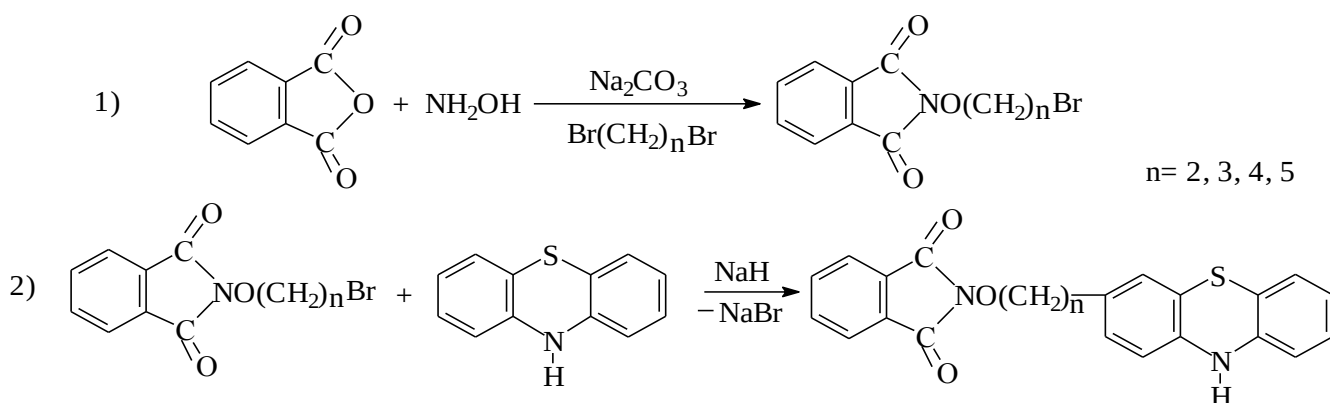
Katalizator sifatida triftorsirka kislotasidan foydalanilganda ham mezitilenning mono-almashgan mahsuloti 86% bilan hosil bo‘lgan [25]:



Substrat sifatida etilbenzol olinganda esa reaksiyaning haroratiga ko‘ra o-almashgan izomer hosil bo‘lishi ham aniqlangan. Reaksiya N-MFI, etilbenzol va sulfat kislotaning 1:3:3 mol nisbatlarida 95-100⁰C da qizdirish bilan olib borilgan va 4-(N-ftalimidometil)etilbenzol 68% unum bilan hosil bo‘lishi aniqlangan. Reaksiya harorati 120-125⁰S gacha oshirilganda 4-(N-ftalimidometil)etilbenzol unumi kamayishi (45%) va 2-(N-ftalimidometil)etilbenzol (15%) hosil bo‘lishi aniqlangan [26]

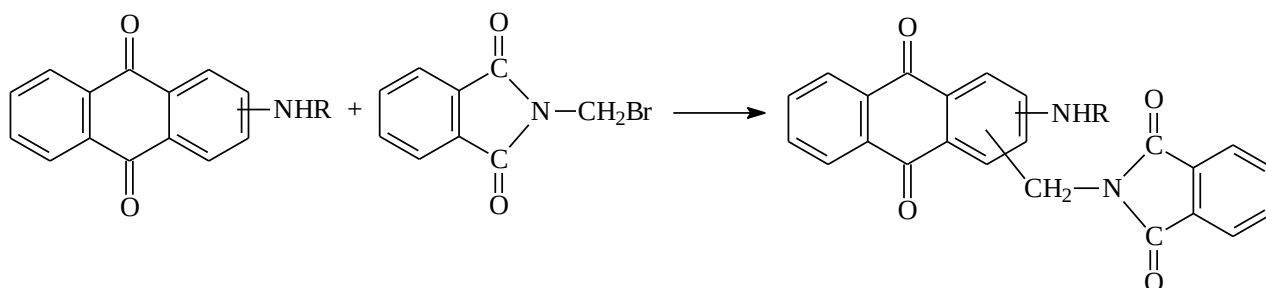
Agar reaksiya 100⁰C yuqori (135⁰C) haroratda olib borilsa reagentlar N-MFI, etilbenzol va sulfat kislotaning mol nisbatlarini o‘zgartirish bilan olib borilganda (10:1:3), bunda orto-almashgan izomer hosil bo‘lmasdan faqat para-

almashgan izomer unumi 61% hosil bo'lishi aniqlangan. Xindistonlik olimlar ftal anhidridiga ammoniy gidroksid va natriy karbonat bilan ishlov berib, keyin dibromalkanlar bilan kondensatsiya reaksiyasidan N-bromalkoksiftalimidlar olishgan va ulardan arilalkoksiftalimidlar sintez qilishgan [27]:

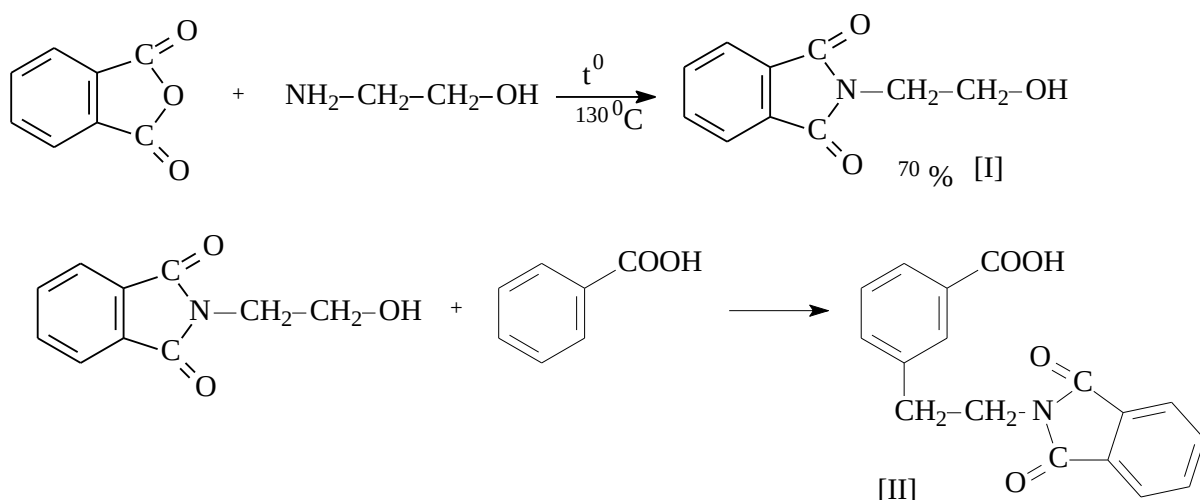


Bu reaksiyaning ikkinchi bosqichi DMSO eritmasida, 40⁰S haroratda 2 soat davomida olib borilgan va 60% unum bilan fenotiozin-10-il alkoksiftalimid sintez qilingan.

9,10-Antraxinonning hosilalari N-brommetilftalimid bilan amidoalkillash reaksiyalari yordamida sintez qilingan. N-brommetilftalimid N-oksimetilftalimidga nisbatan faol amidoalkillovchi agent bo'lganligi uchun reaksiya yumshoq sharoitda L'yuis kislotalari katalizatorligida ketgan[28]:



Ftalangidridining monoetanolamin bilan 130⁰Sda 1 soat davomidagi reaksiyasi natijasida 70-80% unum bilan N-(β-gidroksietil)ftalimid sintez qilingan. Olingan mahsulotning benzoy kislotasi bilan reaksiyalari o'rganilgan. Reaksiya 4 soat davomida HCl ishtirokida olib borilga[29]:



Adabiyot ma'lumotlari bilan tanishib chiqib, quyidagilarni aytishimiz mumkin:

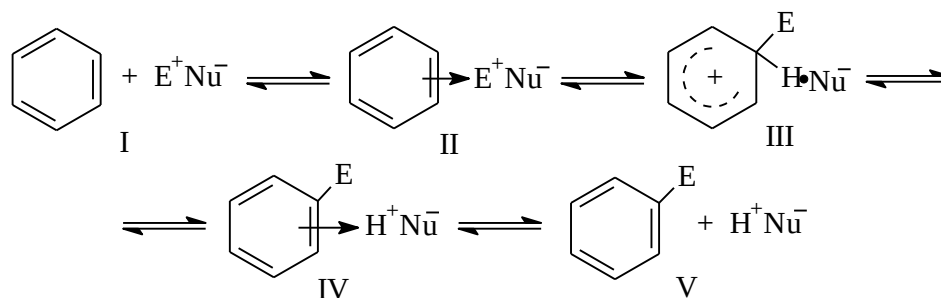
- ftalimid guruh tutgan birikmalar biologik faol moddalar sintezida;
- qishloq xo'jaligida insektitsid va qattiq suvda cho'kma hosil qilmaydigan, eruvchan yuvuvchi vositalar olishda;
- ftalimid hosilalari fotokopiya, kauchuk kimyo sanoati mahsulotlari sintezi uchun muhim oraliq mahsulot olishda;
- ftalimidning gidroksialkil, galogenalkilimidlaridan murakkab tuzilishli birikmalar sintezida va oson chiqib ketuvchi guruh sifatida aminlar sintezida keng qo'llaniladi. Bu ma'lumotlar amidoalkil mahsulotlarning amaliy ahamiyatini ko'rsatadi.

Aromatik birikmalarni turli amidoalkillovchi reagent bilan reaksiyalarida katalizator sifatida Lyuis kislotalari AlCl_3 , ZnCl_2 qo'llaniladi. Lekin, boshqa FeCl_3 kabi aproton kislotalardan foydalanilmagan. Aromatik birikmalarni amidoalkillashda kam miqdordagi Lyuis kislotalari qo'llash imkoniyati borligi bu reaksiyalarning nazariy ahamiyatini yanada oshiradi.

II BOB. N-(β-GIDROKSIETIL)FTALIMIDNING BUTILBENZOL BILAN REAKSIYASI NATIJALARI TAHLILI

Mirzo Ulugʻbek nomidagi Oʻzbekiston Milliy universiteti organik kimyo kafedrasida bir necha yillardan beri aromatik uglevodorodlar va ularning funksional hosilalarini amidoalkillash reaksiyalari muntazam ravishda oʻrganib kelinmoqda. Bu ishlarning natijasida benzol, toluol, izomer ksilollar kabi koʻplab aromatik uglevodorodlarni N-metilolftalimid, β-gidroksietilftalimid, N-brommetilftalimid bilan benzodioksan-1,4ni, rezorsinning mono- va dimetil efirlarini, gidroksinon dimetil efirini N-metilolatsetamid, N-metilolxloratsetamid, atsetonitril, benzonitril va paraform bilan amidoalkillash reaksiyalari oʻrganilgan. Ushbu malakaviy bitiruv ishi amidoalkillash reaksiyalarining davomi boʻlib, uchlamchi butilbenzolni N-(β-brometil)ftalimid bilan temir(III)xlorid va molebden(V)xlorid ishtirokida amidoalkillash reaksiyalarini oʻrganishga bagʻishlangan.

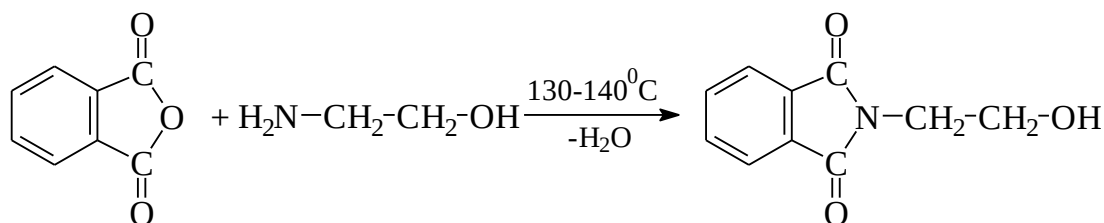
Aromatik birikmalarni amidoalkillash reaksiyalari qoʻllanilgan elektrofil reagentga va katalizator turiga koʻra oksoniy ioni yoki ion jufti hosil boʻlishi orqali elektrofil almashinish bilan boradi [30]:



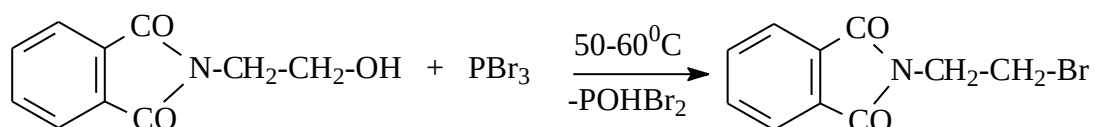
Boshlangʻich moddalar sintezi

Aromatik uglevodorodlarni amidoalkillash reaksiyalari metilolftalimid bilan keng oʻrganilgan. Biz uchlamchi butilbenzolni amidoalkillash reaksiyasi uchun reagent sifatida N-(β-brometil)ftalimidni tanlab oldik.

Dastlab biz N-(β-gidroksietil)ftalimidni 70-80% unum bilan ftal anhidridi va monoetanolamindan adabiyotda [29] ma'lum usul bo'yicha sintez qilib olindi. Reaksiya tenglamasi quyidagicha:

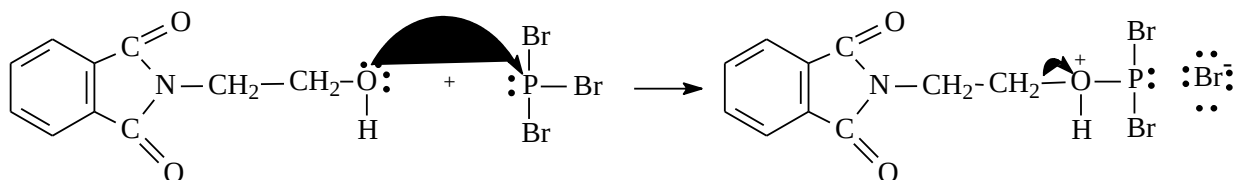


Buning uchun termometr, teskari sovutgich bilan jihozlangan tubi yumaloq 2 og'izli kolbaga 22,2 g (0,15 mol) ftal anhidrid va 9,15 g (0,15 mol) monoetanolamin(1:1) solindi. Reaksiya aralashmasi 90 min. davomida qum hammomida 135-140°C da qizdirish bilan olib borildi. Reaksiya tugagandan so'ng reaksiya aralashmasi distillangan suvga quyib olindi. Bunda oq cho'kma hosil bo'ldi. Cho'kmani filtrlab oldik. Olingan N-(β-gidroksietil)ftalimid etil spirtida qayta kristallab tozalandi va ochiq havoda quritildi. Toza holdagi N-(β-gidroksietil)ftalimidning suyuqlanish haroratini 126-128°C, YUQX tozaligi $R_f=0,33$ (silufol, sistema benzol:atseton=3:1). Bu natijalar adabiyotdagi malumotlar bilan mos keldi. Biz N-(β-gidroksietil)ftalimidni sintez qilib olganimizdan so'ng, uni bromlash uchun jihozlar yig'dik: teskari sovutgich, tomizgich voronka va mexanik aralashtirgich bilan jihozlangan 3 og'izli tubi yumaloq kolbani shtativga o'rnatdik va kolbaga 32,6 g (0,17 mol) N-(β-gidroksietil)ftalimid solindi va aralashtirib turilgan holda 16 ml (0,17 mol) fosfor(III)-bromid 1 soat mobaynida tomchilatib qo'shildi. Reaksiyani mo'rili shkafda 75 min. davomida, suv hammomida past haroratda qizdirish yo'li bilan olib bordik. Reaksiya tugagandan so'ng reaksiya aralashmasi muz ustiga sekin-asta aralashtirish bilan quyib oldik. Bu tajribamizda ham oq cho'kma hosil bo'ldi:

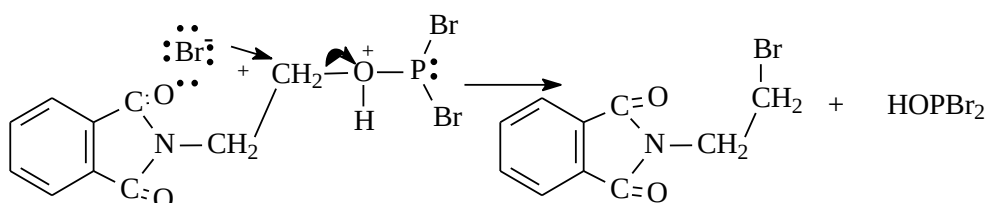


Oligan N-(β-brometil)ftalimidni suyuqlanish haroratini hamda YUQX tozaligi aniqlandi. $T_{\text{suyuq.}}=78-79^{\circ}\text{C}$.

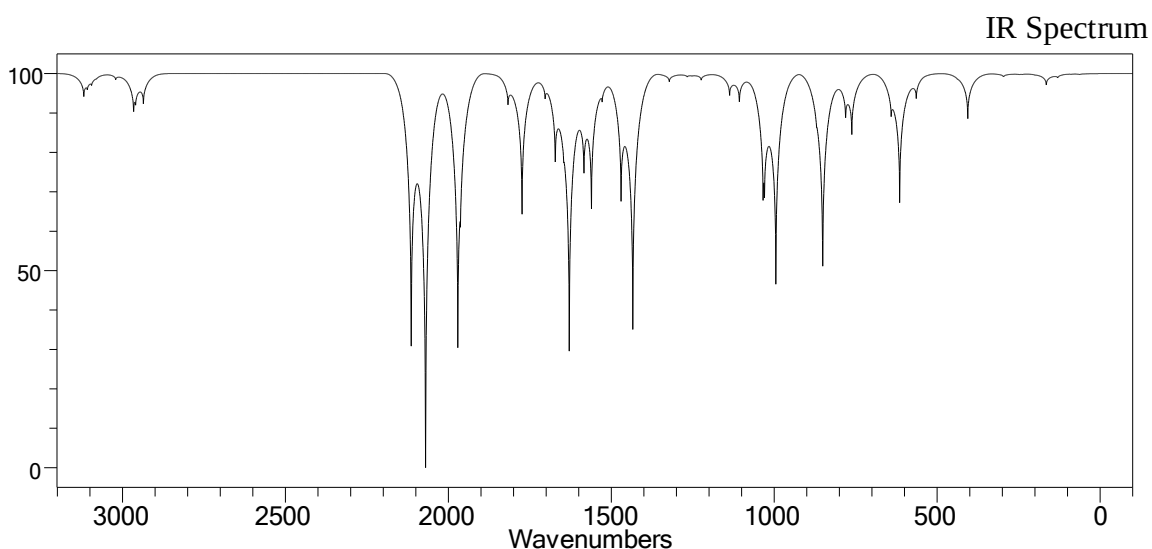
N-(β-Brometil)ftalimidni sintezi bimolekulyar nukleofil almashinish boradi [31]. Dastlab, reaksiya spirt kislorodi taqsimlanmagan elektron juftining fosfor bromidga hujumi bilan boshlanadi:



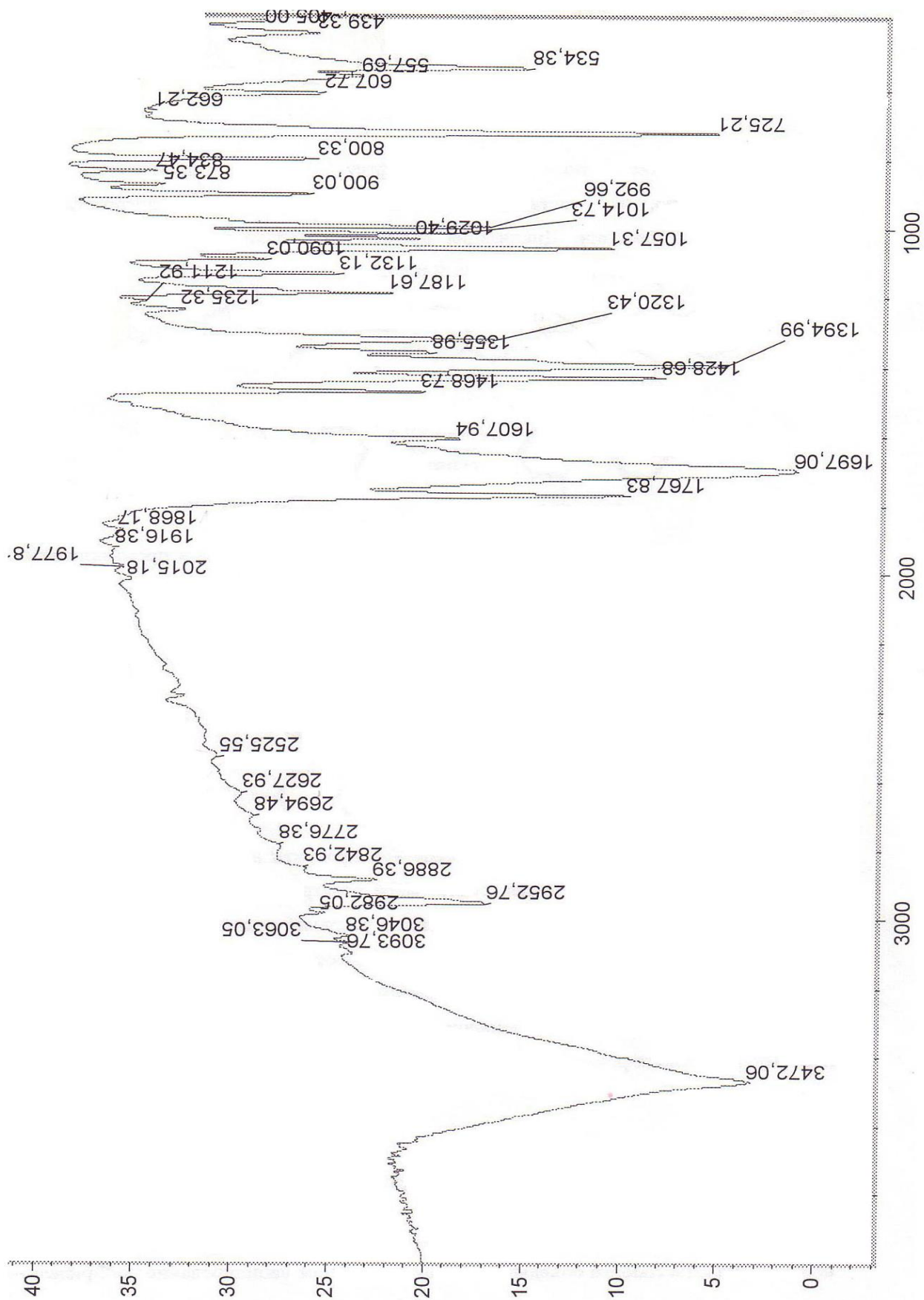
Keyin esa, brom anioni fosfor tutgan molekula bilan S_N2 mexanizmida reaksiyaga kirishadi:



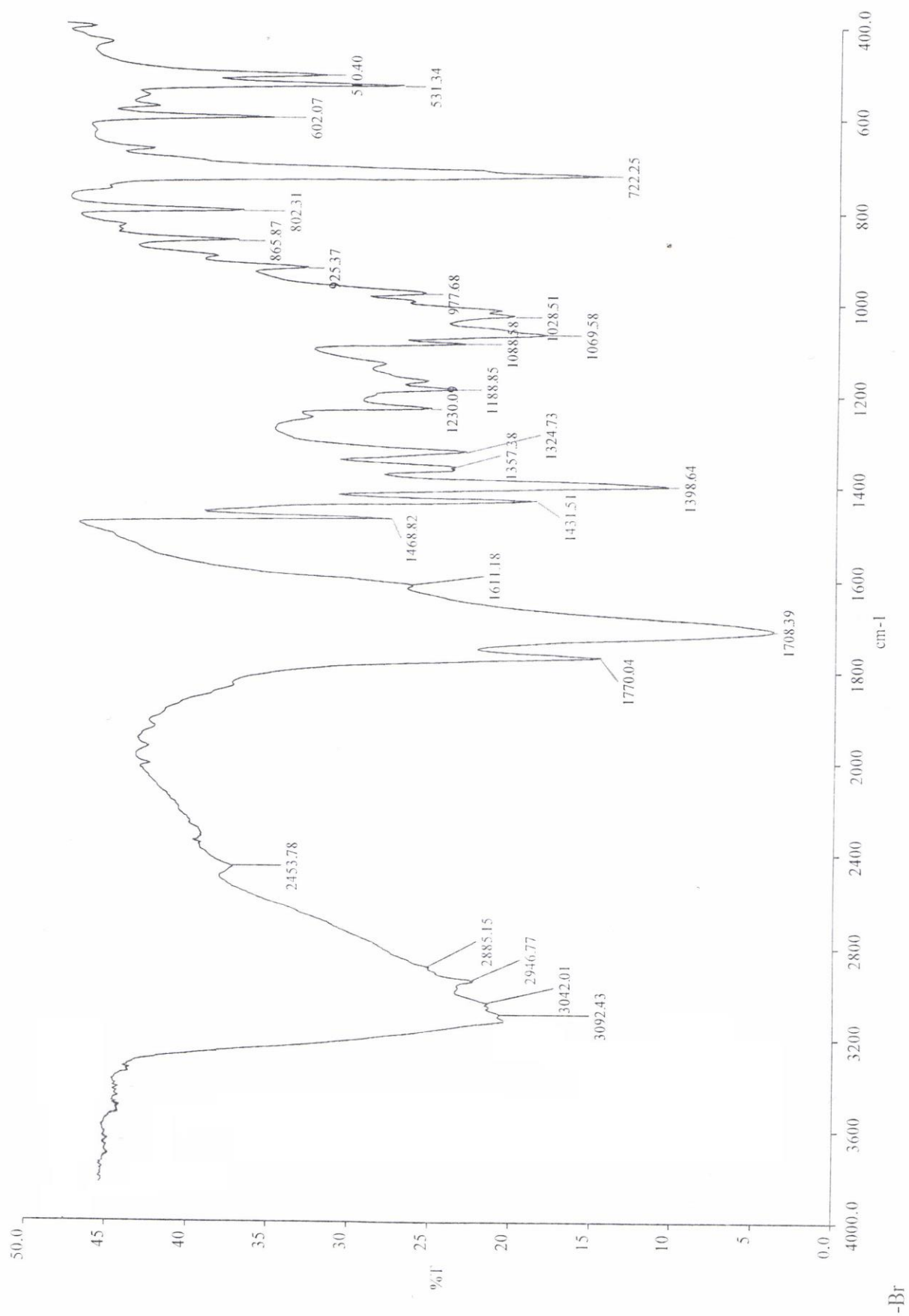
Adabiyotda [32] $T_{\text{suyuq.}}=80-82^{\circ}\text{C}$. Olingan moddalarning IQ-spektrlarini o'rgandik.



N-(β-brometil)ftalimidning IQ-spektri



N-(β-Gidroksietil)ftalimidning IQ-spektri



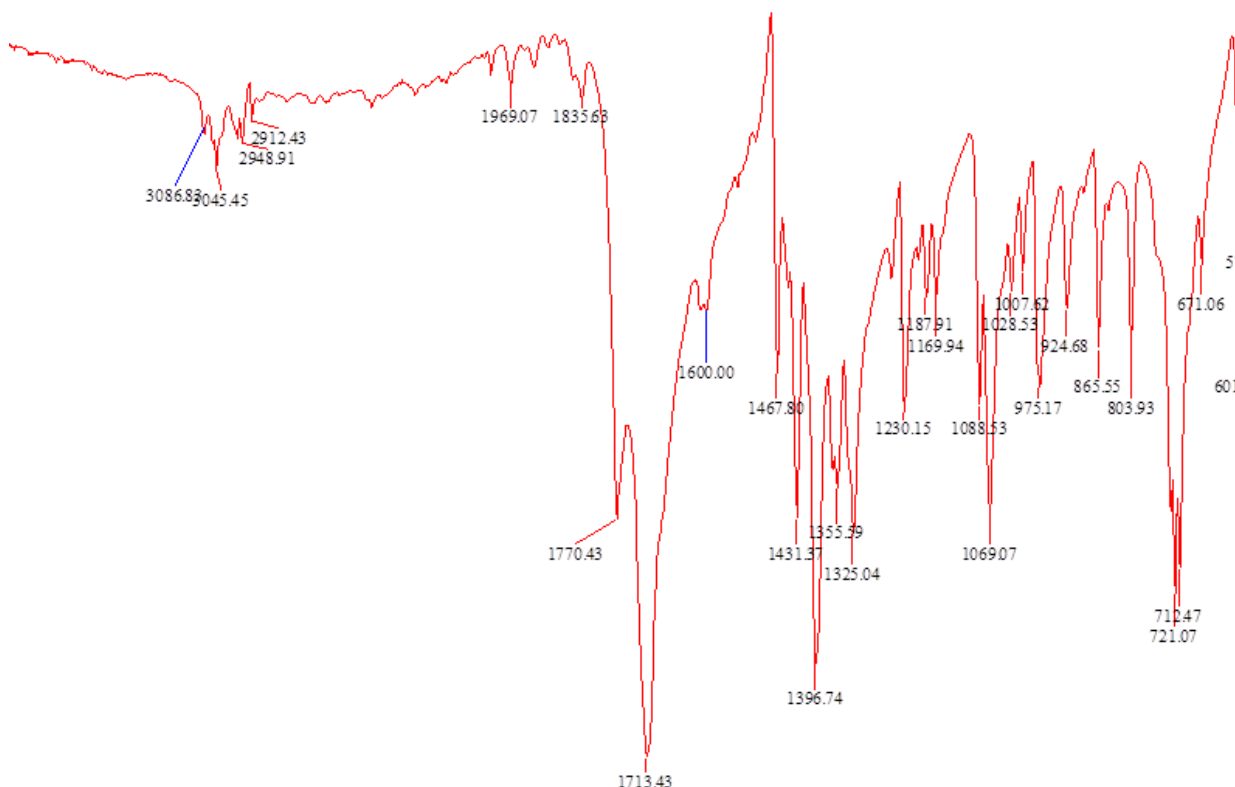
N-(β-Brometil)ftalimidning IQ-spektri

N-(β-brometil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan reaksiyalari

Butilbenzolning N-(β-brometil)ftalimid bilan reaksiyalari aproton katalizatori ishtirokida va reagentlarning turli nisbatlarida olib borildi.

N-(β-gidroksietil)ftalimid sintez qilinishi oson, yuqori unum bilan hosil bo'lishi bilan amidoalkillovchi reagentlar orasida alohida o'rin tutadi. Biz, β-BEF bilan uchlamchi butilbenzolni reaksiyalarini reagentlarning turli nisbatlarida temir(III)xlorid va molebden(V)xlorid ishtirokida o'rgandik. Dastlab, uchlamchi butilbenzolni N-(β-brometil)ftalimid bilan reaksiyasini temir(III)xlorid ishtirokida olib bordik. Uchlamchi butilbenzol: β-BEF:temir(III)xlorid 3:1:0.1 nisbatda olinib, reaksiya kum xammomida 125-130⁰C haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 1.5 soat davomida qizdirildi. Reaksiya tugagandan so'ng, uni xona haroratigacha sovitdik va olingan moddani suv bilan ekstratsiya qilib oldik. So'ng moddamizni quritib olib, etil spirtida qayta kristallab oldik. Yupqa qatlamli xromatografiyasida olingan mahsulotimiz tekshirildi. YUQX uchun erituvchi sifatida benzol va atsetonning 3:1 mollar nisbatidan foydalandik. Yupqa qatlamli xromatografiyasida bitta yangi dog' hosil bo'lgani aniqlandi. Bu moddaning suyuqlanish harorati , $R_f=0,63$. Reaksiya unumi 62% ni tashkil qildi. Reaksiya natijasida olingan moddamizning nomi 4-(α-ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol. Bu moddaning IQ-spektrini o'rganganimizda dalmashigan aromatik uglevodorodlar borligini aniqladik [33]: 1230 sm^{-1} sohada 1,2-almashigan aromatik halqaning; 1169, 1187 sm^{-1} sohalarda 1,4- almashigan aromatik halqaning yassi deformatsion tebranishlari; 712, 721 sm^{-1} sohalarda 1,2-almashigan, 865, 803 sm^{-1} sohalarda esa 1,4- almashigan aromatik halqaning yassi bo'lmagan tebranishlar; 2912 sm^{-1} sohada metil (CH_3) guruhiningsimmetrik valent tebranishlari, 2948 sm^{-1} sohada metil (CH_3) guruhining assimmetrik valent tebranishlari; 1393, 1355 sm^{-1} sohalarda metil (CH_3) guruhiningsimmetrik deformatsion tebranishlari, 1467, 1431 sm^{-1} sohalarda metil (CH_3) guruhining assimmetrik deformatsion tebranishlari; 1325 sm^{-1} sohada $-\text{CH}$ guruhining

deformatsion tebranishi; 1713, 1770 sm^{-1} sohada amid bog'ining valent tebranishlari borligi aniqlandi:



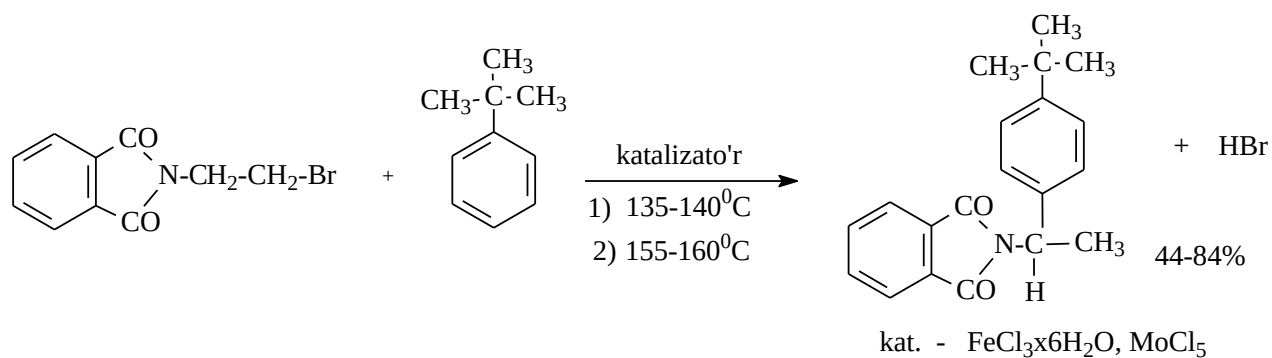
3-Rasm

Biz keyingi reaksiyani katalizatorsiz ham olib bordik. Bunda 135-140 $^{\circ}\text{C}$ haroratda olib borilganda reaksiya umuman bormadi, lekin harorat 155-160 $^{\circ}\text{C}$ ga oshirganimizda HBr gazi ajralishni boshladi va 15 daqiqa davomida gaz ajralishi to'xtadi. Bu eritmani shu holicha 24 soat qo'yganimida oz miqdorda cho'kma tushdi. Tushgan cho'kmani filtirlab olib quritdik. Bu moddaning suyuqlanish haroratini 85 $^{\circ}\text{C}$ ekanligini aniqladik.

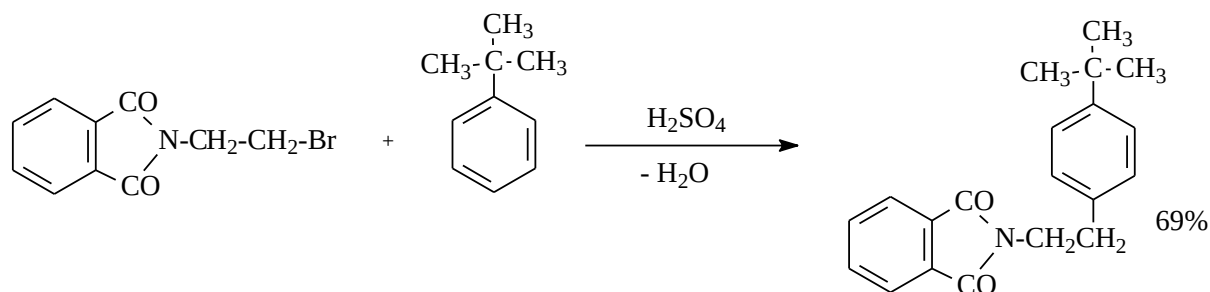
teng ekanligi aniqlandi. Yupqa qatlamli xromatografiya tozaligini tekshirganimizda $R_f=0,63$ ekanligi ham topildi. IQ- spektrini o'rganganimizda, qatalizator bilan olib borilgan reaksiya natijasida olingan mahsulot bilan bir xil modda olinganligini aniqladik. O'rganilgan spektrlar natijasida metil va amid guruhlar borligi tasdiqlandi.

Keyingi tajribamizni xuddi shu mollar nisbatida faqat sharoitni o'zgartirgan holda olib bordik. Reaksiyani kum xammomida 135-140⁰C haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 2.5 soat davomida olib borganimizda, mahsulot unumi yuqoriroq 60% ni tashkil qildi. Bu moddaning ham suyuqlanish harorati 85⁰C. YUpqa qatlam xromatografiyasida tozaligini aniqlaganimizda bitta dog' hosil bo'ldi. $R_f=0,63$ teng ekanligi aniqlandi. IQ-spektrini o'rganganimizda, quyidagi yutilish chiziqlari borligi ko'rishimiz mumkin: 1230 sm^{-1} sohada 1,2-almashingan aromatik halqaning; 1169, 1187 sm^{-1} sohalarda 1,4- almashingan aromatik halqaning yassi deformatsion tebranishlari; 712, 721 sm^{-1} sohalarda 1,2-almashingan, 865, 803 sm^{-1} sohalarda esa 1,4- almashingan aromatik halqaning yassi bo'lmagan tebranishlar; 2912 sm^{-1} sohada metil (CH_3) guruhiningsimmetrik valent tebranishlari, 2948 sm^{-1} sohada metil (CH_3) guruhining assimmetrik valent tebranishlari; 1393, 1355 sm^{-1} sohalarda metil (CH_3) guruhiningsimmetrik deformatsion tebranishlari, 1467, 1431 sm^{-1} sohalarda metil (CH_3) guruhining assimmetrik deformatsion tebranishlari; 1325 sm^{-1} sohada $-\text{CH}$ guruhining deformatsion tebranishi; 1713, 1770 sm^{-1} sohada amid bog'ining valent tebranishlari borligi aniqlandi. Olingan spektr natijasi va fizik konstantalari dastlabki tajriba asosida olingan mahsulot bilan bir xil modda ekanligini ko'rsatdi.

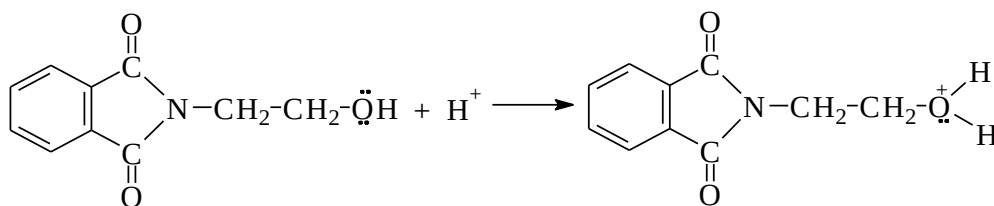
Biz mahsulot unumini yanada oshirish maqsadida reaksiyani molebden(V) xlorid ishtirokida olib bordik. Bunda biz vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay o'rnatilgan suvli teskari sovitgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki og'izli kolbaga uchlamchi butilbenzol, N-(β -brometil)ftalimid va molebden (V) xlorid moddalarni soldik. Reaksiya aralashmasini qum xammomida 155-160⁰C haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 2 soat davomida olib bordik. Moddamizni sirka kislotada qayta kristallab tozalab oldik. Bu reaksiya unumi 64 % tashkil etdi. $R_f=0,63$. Olib borilgan reaksiyalarning umumiy tenglamasini quyidagicha keltirdik:

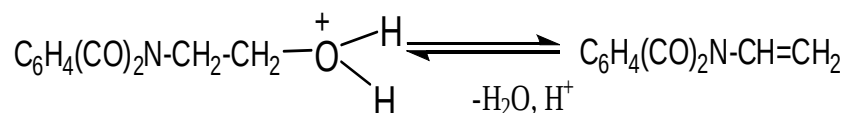


Biz olingan mahsulotning tuzilishini tasdiqlash maqsadida β -gidroksietilftalimid bilan ham reaksiya olib bordik. Reaksiya uchun reagentlar uchlamchibutilbenzol: N-(β -gidroksietil)ftalimid: $\text{H}_2\text{SO}_4=3:1:2$ mollar nisbatida olindi. Reaksiya $95-100^{\circ}\text{C}$ da teskari sovutgich bilan jihozlangan uch og'izli kolbada 3 soat davomida suv hammomida qizdirib, mexanik aralashtirgich bilan aralashtirib turilgan holda olib borildi. Olingan modda YUQX tekshirildi va suyuqlanish harorati aniqlandi. Bu modda 4-(β -ftalimidoetil)uchlamchibutilbenzol bo'lib, $T_{\text{suYuq.}} = 145-146^{\circ}\text{C}$ dan iborat. Reaksiyaning tenglamasi quyidagicha:



Adabiyotlarda ma'lumotlarida keltirilishicha reaksiya haroratining oshishi N-(β -gidroksietil)ftalimid birlamchi spirt bo'lganligi sababli, elektroil reagentdan suvning chiqib ketishi natijasida qo'shimcha mahsulotlar hosil bo'lishi yoki N-(β -gidroksietil)ftalimiding oddiy efiri chiqishi mumkinligi aytib o'tilgan:

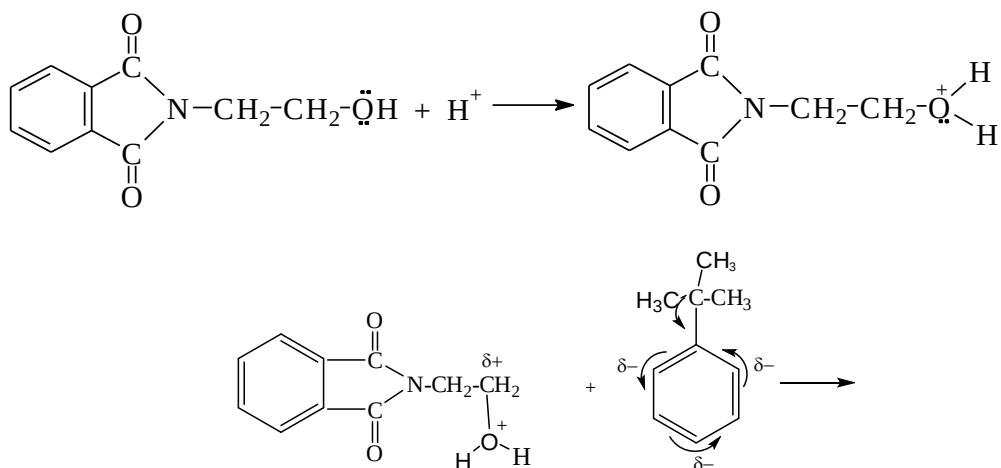


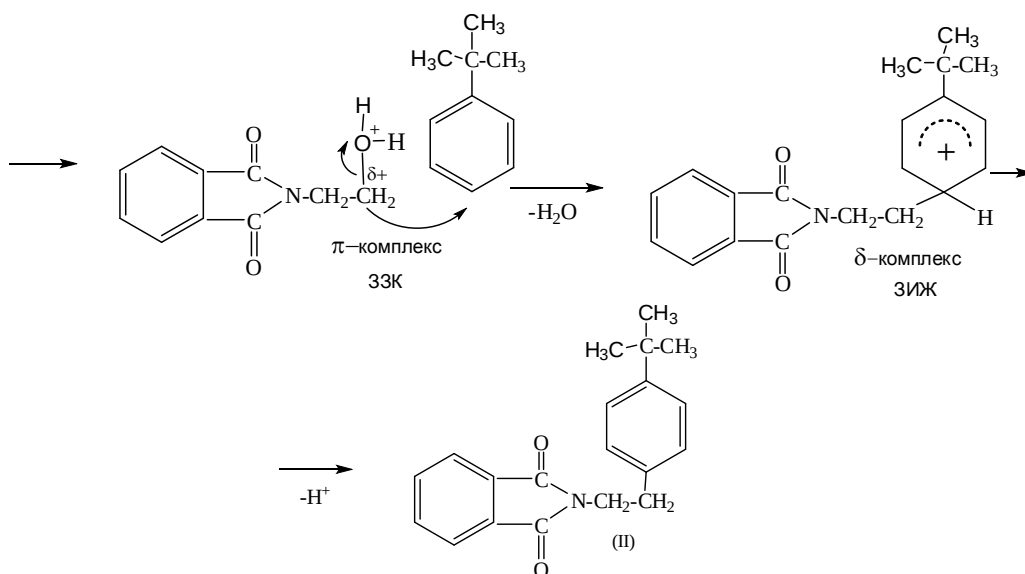


SHularga asoslangan holda biz N-(β-gidroksietil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol reaksiyani yuqori haroratlarda olib bormadik.

Uchlamchi butilbenzolni N-(β-gidroksietil)ftalimid va N-(β-brometil)ftalimid bilan amidoalkillash reaksiyalarida turli mahsulotlarning hosil bo‘lishini reaksiyalarning mexanizmlari yordamida tushintirishga harakat qildik.

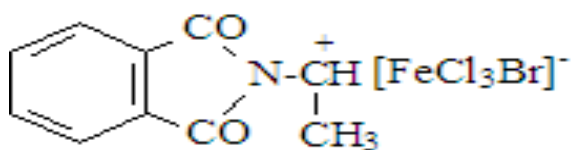
Uchlamchibutilbenzolni N-(β-gidroksietil)ftalimid bilan amidoalkillash reaksiyasi proton kislotasi- H_2SO_4 katalizatori ishtirokida borganligi sababli bu reaksiya oksoniy kompleksi hosil qilishi bilan boradi. Spirt va sulfat kislotaning protoni hisobiga oksoniy (I)kompleksini hosil qiladi:



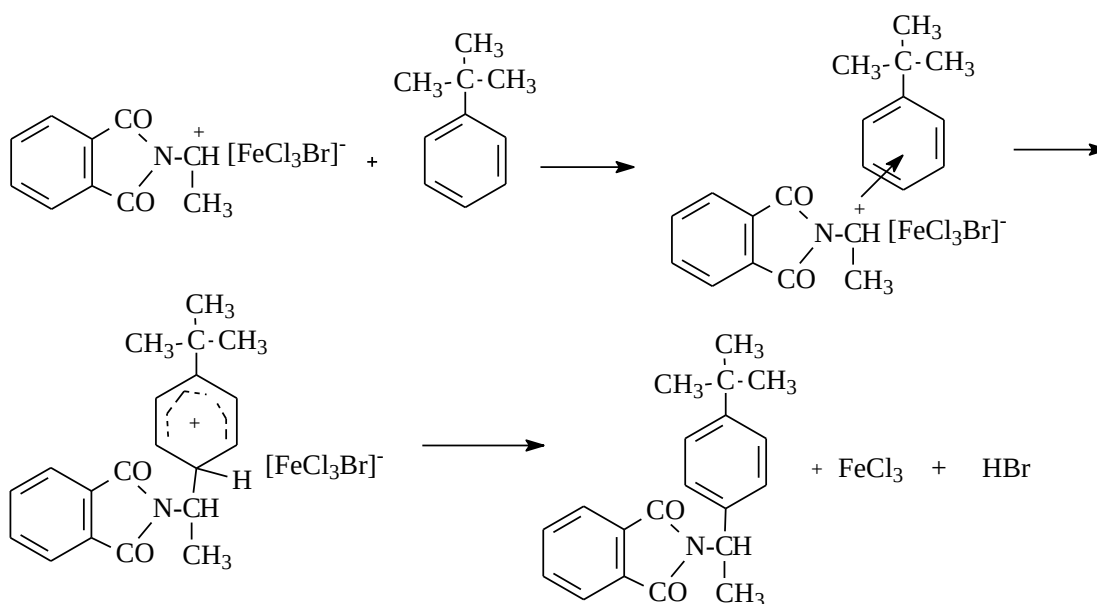


Oksoniy kompleksi aromatik halqaga elektrofil sifatida xujum qiladi va sinxron almashinish natijasida izomerizatsiyaga uchramagan reaksiya mahsulotini (II) beradi.

N-(β -brometil)ftalimid bilan Lyuis kislotalar ishtirokida boradigan reaksiyalarda quyidagicha holatni ko‘rishimiz mumkin. Dastlab, spirtlariga nisbatan elektrofillik xossasi kuchli bo‘lgan galogenalkilftalimid Lyuis kislotalari bilan kompleks ion hosil qiladi. Bu ionimiz barqarorligini oshirishi natijasida ichki energiyasini kamaytirib birlamchidan ikkilamchi karbokationga o‘tadi va quyidagicha ion juftlarini beradi:



Qayta zaryad taqsimlanishi natijasida hosil bo‘lgan III kompleks esa uchlamchi butilbenzol bilan reaksiyaga kirishadi va izomer mahsulotni hosil qiladi.



Oʻrganilgan tajribalarni tahlil qilish bilan quyidagi xulosalarni qilishimiz mumkin:

- N-(β-gidroksietil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan reaksiyasi natijasida para almashingan 4-(β-ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol hosil boʻladi;
- N-(β-gidroksietil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan reaksiyasida temperaturaning oshishi mahsulot unumining ortishiga taʼsir qilmaydi;
- N-(β-brometil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol reaksiyasini katalizatorsiz olib borish uchun reaksiya harorati 155⁰C dan yuqori boʻlishi zarur, agar katalizator qoʻllanilsa reaksiyaning borish harorat 130⁰C pasayadi va unum yuqori boʻladi;
- N-(β-brometil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan Lyuis kislotalari ishtirokidagi reaksiyasi natijasida para almashingan 4-(α-ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol hosil boʻladi;
- Uchlamchi butilbenzolning N-(β-brometil)ftalimid bilan reaksiyasida elektrofil reagentning karbokation hosil qilish izomer mahsulot hosil boʻlishiga sababchi boʻladi.

III BOB. TAJRIBALAR QISMI

Ishlatilgan reagentlar

1. Ftal anhidrid-«x.ch.» yorliqli. $T_{\text{suyuq.}}=131^{\circ}\text{C}$.
2. Monoetanolamin, haydab tozalandi. $T_{\text{qayn.}}=169-171^{\circ}\text{C}$. Adabiyotda [34] $T_{\text{qayn.}}=171^{\circ}\text{C}$.
3. N-(β -gidroksietil)ftalimid- adabiyotda malum usul bilan ftal anhidriddan monoetanolamin tasir ettirib olindi. $T_{\text{suyuq.}}=126-128^{\circ}\text{C}$. Adabiyotda [1] $T_{\text{suyuq.}}=127-128^{\circ}\text{C}$.
4. N-(β -brometil)ftalimid- adabiyotda malum usul bilan N-(β -gidroksietil)-ftalimiddan fosfor(III) bromid tasir ettirib olindi. $T_{\text{suyuq.}}=78-79^{\circ}\text{C}$. Adabiyotda $T_{\text{suyuq.}}=80-82^{\circ}\text{C}$.
5. Uchlanchibutilbenzol- haydab tozalandi. $T_{\text{suyuq.}}=-95^{\circ}\text{C}$. Adabiyotda $T_{\text{k}}=169^{\circ}\text{C}$. 12°C $d_4^{20}=0,8605$ g/ml [34]
6. Etil spirti $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, $T_{\text{qayn.}}=78^{\circ}\text{C}$; $n_D^{20}=1,3590$,
8. Бензол (абс). Қайн. т. $78-79^{\circ}\text{C}$; $n_D^{20}=1,5008$. Адабиётда [35] $T_{\text{қайн.}}=80^{\circ}\text{C}$; $n_D^{20}=1,5011$.
7. Atseton. Zichligi $0,7899$ g/sm, $T_{\text{suyuq.}}=-95^{\circ}\text{C}$. $T_{\text{k}}=56,1^{\circ}\text{C}$ [36]
9. Сульфат кислота-«х.ч.» ёрлиқли. $d_4^{20}=1,84$ г/мл.
10. Sirka kislota $M_r=60,05$ g/mol. Zichligi $1,0492$. Suyuqlanish harorati $T_{\text{suyuq.}}=16,75^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{suyuq.}}=118,1^{\circ}\text{C}$ [37]

N-(β -gidroksietil)ftalimid sintezi

Olingan reagentlar

Ftal anhidrid- 22,2 g (0,15 mol)

Monoetanolamin- 9,15 g (0,15 mol)

Termometr, teskari sovutgich bilan jihozlangan tubi yumaloq 2 og'izli kolbaga 22,2 g (0,15 mol) ftal anhidrid va 9,15 g (0,15 mol) monoetanolamin solib, reaksiya aralashmasi 90 min. davomida qum hammomida $130-140^{\circ}\text{S}$ da qizdirish

bilan olib borildi. Reaksiya tugagach reaksiya aralashmasiga distillangan suvga quyildi. Hosil bo'lgan cho'kma filtrlab olindi va ochiq havoda quritildi. Olingan N-(β -gidroksietil)ftalimid etil spirtida qayta kristallab tozalangach, ochiq havoda quritildi. Olingan N-(β -gidroksietil)ftalimidning massasi 22,3 g (78%). $T_{\text{suyuq.}}=126-128^{\circ}\text{S}$. YUQX tozaligi aniqlandi $R_f=0,33$ (silufol, sistema benzol:atseton=3:1). $T_{\text{suyuq.}}=127-128^{\circ}\text{C}$.

N-(β -gidroksietil)ftalimid-oq rangli kristall modda. $T_{\text{suyuq.}}=126-128^{\circ}\text{S}$ (CH_3COOH , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$). $R_f=0,33$ (silufol, sistema benzol:atseton=3:1).

IQ-spektridagi o'ziga xos yutilish chastotalari (sm^{-1}); 2886 da CH_2 guruhning simmetrik tebranishlari, 2952.76 da esa assimmetrik tebranishlari; 3472 da OH guruhning valent tebranishlari; 1428 da azotga bog'langan CH_2 guruhning deformatsion tebranishlari; azotga bog'langan $\text{C}=\text{O}$ guruhning valent tebranishlari 1697, 1767 da; aromatik halqadagi $\text{C}=\text{C}$ bog'ining tebranishlari; 1708., 725 da esa 1,2-dialmashingan aromatik halqadagi CH bog'ining deformatsion tebranishlari kuzatildi

N-(β -brometil)ftalimid sintezi

Olingan reagentlar

N-(β -gidroksietil)ftalimid- 32,6 g (0,17 mol)

Fosfor (III)-bromid- 16 ml (0,17 mol)

Teskari sovutgich, tomizgich voronka va mexanik aralashtirgich bilan jihozlangan 3 og'izli tubi yumaloq kolbaga 32,6 g (0,17 mol) N-(β -gidroksietil)ftalimid solindi. Reaksiya aralashmasi suv hammomida past olovda qizdirib va aralashtirib turilgan holda 16 ml (0,17 mol) fosfor(III)-bromid 1 soat mobaynida tomchilatib qo'shildi. Reaksiya 75 min. davomida olib borildi. Reaksiya tugagach reaksiya aralashmasi muz ustiga sekin-asta aralashtirish bilan quyildi. Hosil bo'lgan cho'kma filtrlab quritilgach, sirka kislotada qayta kristallab tozalandi. N-(β -brometil)ftalimid massasi 34 g (79 %), $T_{\text{suyuq.}}=78-79^{\circ}\text{C}$. Adabiyotda $T_{\text{suyuq.}}=80-82^{\circ}\text{C}$.

N-(β-brometil)ftalimid-oq kristall modda. $T_{\text{suyuq.}}=78-79^{\circ}\text{C}$. (CH_3COOH). $R_f=0,88$ (silufol, benzol: atseton=3:1).

IQ-spektridagi oʻziga xos yutilish chastotalari (sm^{-1}); 2885 da CH_2 guruhning simmetrik tebranishlari, 2946 da esa assimmetrik tebranishlari; 1431 da azotga bogʻlangan CH_2 guruhning deformatsion tebranishlari; 1708, 1770 da azotga bogʻlangan $\text{C}=\text{O}$ guruhning valent tebranishlari; aromatik halqadagi $\text{C}=\text{C}$ bogʻining valent tebranishlari 1611 da; 722 da esa 1,2-dialmashingan aromatik halqadagi CH bogʻining deformatsion tebranishlari kuzatildi.

N-(β-brometil)ftalimidning uchlambutilbenzol bilan temir (III) xlorid ishtirokidagi reaksiyasi

1-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	4.02g (0.03 mol)
N-(β-brometil)ftalimid	2.54 g (0.01 mol)
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.027 g (10^{-4} mol)
Reagentlarning mollar nisbati	3:1:0.1

Vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay urnatilgan suvli teskari sovitgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki ogʻizli kolbaga (0.03 mol) uchlamchi butilbenzol, 2.54 g (0.01 mol) N-(β-brometil)ftalimid va 0.027g temir(III) xlorid olti molekula suv kushildi. Reaksiya aralashmasi kum xammomida 120-130 C haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 1.5 soat davomida kizdirildi. Reaksiya tugagandan sung reaksiya aralashmasi uy xaroratigacha sovitildi. Reaksiya aralashmasi sovigandan soʻng suv bilan ekstraksiya qilindi va tushgan choʻkma filtrlab olindi va quritildi. Etil spirtida qayta kristallanib tozalandi. 4-(α-Ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol miqdori 1.72g. Reaksiya unumi 56 %. Yupqa qatlamli xromatografiyada tozligi va suyuqlanish harorati aniqlandi: $R_f=0,63$. $T_{\text{suyuq.}}=85^{\circ}\text{C}$.

2-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	4.02g (0.03 mol)
N-(β-brometil)ftalimid	2.54 g (0.01 mol)
FeCl ₃ ·6H ₂ O	0.027 g (10 ⁻⁴ mol)

Reagentlarning mollar nisbati 3:1:0.1

Vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay oʻrnatilgan suvli testkari sovitgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki ogʻizli kolbaga 4.02g (0.03 mol) uchlamchi butilbenzol, 2.54 g(0.01 mol) N-(β-brometil)ftalimid va 0.027g temir(III) xlorid olti molekula suv kushildi. Reaksiya aralashmasi kum xammomida 135-140 S haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 2.5 soat davomida kizdirildi. Reaksiya tugagandan sung reaksiya aralashmasi uy xaroratigacha sovitildi. Reaksiya aralashmasi sovigandan soʻng suv bilan ekstraksiya qilindi va tushgan chʻykma filtrlab olindi va quritildi. Etil spirtida qayta kristallanib tozalandi. 4-(α-Ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol miqdori 1.8g Reaksiya unumi 60 %. YuQX tozaligi aniqlandi $R_f=0,63$. $T_{\text{suyuq.}}=85^{\circ}\text{C}$

N-(β-brometil)ftalimidning uchlamchibutilbenzol bilan molebden(V) xlorid ishtirokidagi reaksiyasi

3-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	4.02 g (0.03 mol)
N-(β-brometil)ftalimid	2.54 g (0.01 mol)
Molebden (V) xlorid	0.00055 g (2*10 ⁻⁶ mol)

Reagentlarning mollar nisbati 1.5:0.5:0.0001

Vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay urnatilgan suvli testkari sovitgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki ogʻizli kolbaga 4.02g (0.03 mol) uchlamchi butilbenzol, 2.54 g(0.01 mol) N-(β-

brometil)ftalimid va 0.001g Molebden (V) xlorid kushildi. Reaksiya aralashmasi kum xammomida 155-160 °C haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 2 soat davomida kizdirildi. Reaksiya tugagandan sung reaksiya aralashmasi uy xaroratigacha sovitildi. Reaksiya aralashmasi sovigandan so'ng suv bilan ekstraksiya qilindi va tushgan chýkma filtrlab olindi va quritildi. Sirka kislotada qayta kristallanib tozalandi. 4-(α-Ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol 1.97 g Reaksiya unumi 64 %. $R_f=0,63$ Suyuqlanish harorati aniqlandi $T_{\text{suyuq.}}=85^{\circ}\text{C}$

4-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	6.4 ml (0.02 mol)
N-(β-brometil)ftalimid	4.5 g (0.01 mol)
Molebden (V) xlorid	0.00055 g ($2 \cdot 10^{-6}$ mol)

Reagentlarning mollar nisbati 1:0.5:0.0001

Vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay urnatilgan suvli teskari sovitgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki og'izli kolbaga (0.02 mol) uchlamchi butilbenzol, 4.5 g(0.01 mol) N-(β-brometil)ftalimid va 0.00055g Molebden (V) xlorid kushildi. Reaksiya aralashmasi kum xammomida 155-160°C haroratda gaz ajralib chikishi tugaguncha 2,5 soat davomida kizdirildi. Reaksiya tugagandan sung reaksiya aralashmasi uy xaroratigacha sovitildi. Reaksiya aralashmasi sovigandan so'ng suv bilan ekstraksiya qilindi va tushgan chýkma filtrlab olindi va quritildi. Sirka kislotada qayta kristallanib tozalandi. 4-(α-Ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol g 3.26r Reaksiya unumi 60 %.YuQX tozaligi aniqlandi $R_f=0,63$. Suyuqlanish harorati $T_{\text{suyuq.}}=85^{\circ}\text{C}$

N-(β-brometil)ftalimidning butilbenzol bilan sulfat kislota ishtirokidagi reaksiyasi 5-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	4.02g (0.03 mol)
-----------------------	------------------

N-(β-brometil)ftalimid	2.54 g (0.01 mol)
Sulfat kislota	1.96 g (0,02 mol)

Reaksiya uchun reagentlar uchlamchibutilbenzol: N-(β-gidroksietil)ftalimid: $H_2SO_4=3:1:2$ mollar nisbatida olindi. Reaksiya 95-100⁰C da teskari sovutgich bilan jihozlangan uch ogʻizli kolbada 3 soat davomida suv hammomida qizdirib, mexanik aralashtirgich bilan aralashtirib turilgan holda olib borildi. Mahsulot etil spirtida qayta kristallandi Olingan modda YUQX tekshirildi va suyuqlanish harorati aniqlandi. Bu modda 4-(β-ftalimidoetil)uchlamchibutilbenzol boʻlib, Tsuyuq.= 145-146⁰C dan iborat. Reaksiya unumi 1.69 g(55%)

N-(β-brometil)ftalimidning butilbenzol bilan reaksiyasi

6-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	4.02g (0.03 mol)
N-(β-brometil)ftalimid	2.54 g (0.01 mol)
Reagentlarning mollar nisbati	3:1

Vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay urnatilgan suvli teskari sovutgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki ogʻizli kolbaga 4.02g (0.03 mol) uchlamchi butilbenzol va 2.54 g(0.01 mol) N-(β-brometil)ftalimid kushildi. Reaksiya aralashmasi qum xammomida 135-140⁰C haroratda gaz ajralib chiqishi tugaguncha 2 soat davomida qizdirildi. Lekin bu tajribada vodorod bromid gazi umuman ajralib chiqmadi. Reaksiya bormadi deb hisoblandi.

N-(β-brometil)ftalimidning butilbenzol bilan reaksiyasi

7-tajriba

Olingan reagentlar:

Uchlamchi butilbenzol	4.02g (0.03 mol)
N-(β-brometil)ftalimid	2.54 g (0.01 mol)
Reagentlarning mollar nisbati	3:1

Vodorod bromid gazini chiqarib yuborish uchun rezina nay urnatilgan suvli teskari sovitgich, mexanik aralashtirgich va termometr bilan jixozlangan ikki og‘izli kolbaga 4.02g (0.03 mol) uchlamchi butilbenzol va 2.54 g(0.01 mol) N-(β-brometil)ftalimid kushildi. Reaksiya aralashmasi qum xammomida 155-160°C haroratda gaz ajralib chiqishi tugaguncha 2 soat davomida qizdirildi. Bu tajribada gaz 15 daqiqa davomida ajralib chiqdi, 15 daqiqadan so‘ng gaz ajralib chiqishi to‘xtadi. Reaksiya tugagandan so‘ng reaksiya aralashmasi uy haroratigacha sovitildi. Reaksiya aralashmasi sovigandan so‘ng suv bilan ekstraksiya qilindi va tushgan cho‘kma filtrlab olindi va quritildi. 4-(α-Ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol 0.73г. Reaksiya unumi 24 % . Yuqx tozaligi aniqlandi $R_f=0,63$. $T_{\text{suyuq.}}=85^{\circ}\text{C}$

XULOSALAR

- Uchlamchi butilbenzolni N-(β -gidroksietil)ftalimid bilan amidoalkillashda Lyus kislotalari qollanilsa reaksiya harorati 155°C dan 130°C ga pasayadi.
- N-(β -brometil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ishtirokidagi reaksiyasidan 4-(α -ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol hosil bo'ladi.
- Uchlamchi butilbenzolni N-(β -brometil)ftalimid bilan MoCl_5 va $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ katalizatorlari ishtirokidagi amidoalkillash reaksiyasi olib borilganda mahsuloti unumi MoCl_5 katalizatori ishtirokida yuqori bo'ladi.
- N-(β -brometil)ftalimidning uchlamchi butilbenzol bilan reaksiyasidan izomer 4-(α -ftalimidoetil)uchlamchi butilbenzol hosil bo'lishini taxminiy reaksiya mexanizmi bilan tushintirildi.

Foydalanilgan adabiyotlar ro'yxati

1. Tianyu products: Phthalimide, N-(hydroxymethyl)phthalimide, N-(hydroxyethyl)phthalimide. –www.tianyufinechem.com. /Phthalimide intermediates. Dew Medica Chemical Industry.-www.universal aromaticcom.com.
2. Pat. 6875768. USA. Phthalimide derivatives, intermediates in the production thereof, and agricultural/horticultural insecticides and method for using the same. Machiya Kouzou, Endoh Kazuyoshi, Furuya Takashi, Nakao Hayami, Gotoh Makoto, Kohno Eiji //RJ.Xim.-2005. 19O 248P.
3. Pat. 6875768. USA. Phthalimide derivatives, intermediates in the production thereof, and agricultural/horticultural insecticides and method for using the same. Machiya Kouzou, Endoh Kazuyoshi, Furuya Takashi, Nakao Hayami, Gotoh Makoto, Kohno Eiji //RJ.Xim.-2005. 19O 2
4. Zayavka 2401371. Velikobritaniya. Water-soluble package containing phthalimidoperhexanoic acid detergent. Reckitt Benckiser N.V., Fregonese Daniele, Housmekerides Chris // RJ.Xim.-2005. 08R2.13P..
5. Ma Heng-Chang, Jiang Xuan-Zhen. N-Hydroxyimides as Efficient Ligands for the Copper-Catalyzed N-Arylation of Pyrole, Imidazole, and Indole. J. Org. N23, 2007, t.72, cnh. 8943-8946
6. Dhananjeyan Muguntu R., Milev Youli P., Kron Michael A., Nai Muraleedharan G. Synthesis and activity of substituted anthraquinones against a human filarial parasite, Brugia malayi. J. Med. Chem. N8, 2005, t 48, str.2822-2830.
7. Dey Sanjeev K, Lightner David A. 1,1'-Bipyrroles: Synthesis and Stereochemistry. J. Org. Chem. N 24, 2007, t.72, C. 9395-9397.
9. Идроисова С.И. Бромирование N-(о-аминофенил)имида цис-4-циклогенсен-1,2-дикарбоновой кислоты и N-(о-аминофенил)имида фталевой кислоты. Жур.Орг.Хим. 2003, т.39, С.757-759.
10. Идроисова С.И. Синтез смещанных бис-имидов циклических орто-дикарбоновых кислот. Жур.Орг.Хим. 2003б, т.39. С. 213-216.
11. N.Kobayashi Bull. Chem.Soc.Jpn. 2001,75,1.

12. A.A. Evseev, M.I. Bazanov, N.E. Galanin, A.V. Petrov. Andrijewski G. Izv. vuzov. Xim. i xim texnol. 2004, 47, 24.
13. N.E. Galanin, L.A. Yakubov, G.P. Shaposhnikov. Sintez i svoystva [4-(trifenilmetil)fenoksi]uksusnoy i 3-[4-(trifenilmetil)fenoksi] propionovoy kislot i ix kondensatsiya s ftalimidom s obrazovaniem mezo-zameshennykh tetrabenzoporfirinov. Jur. Org. Xim. 2009. T. 45. str. 1037-1045.
14. Han Bing, Liu Zhengang, Mu Ruizhu, Zhang Wei, Liu Zhong-Li, Yu Wei. A metal-free catalytic aerobic aromatization of Hantzsch 1,4-dihydropyridines by N-hydroxyphthalimide. Synlett N 15, 2005, str. 2333-2334
15. Neyland. YA. O., Organicheskaya ximiya, Vysshaya shkola-1990 g, s 185.
16. O.A. Reutov, A.L. Kurs, K.P. Butin. Organicheskaya ximiya chast 2 izdatelstvo Moskovskogo Universiteta -1999 g. Str. 469.
17. Pozdnyakovich Yu. V., Savyak R. P., Kondratova G. B. va Sheyn S. M.. J. Org. ximii. 1987, Tom 23, вып. 12. st 2597-2602.
18. sfddftdf/. gfh. jurnal organicheskoy ximii. tom XX. вып. 5 (1984)
19. sfddftdf/. gfh. jurnal organicheskoy ximii. tom XX. вып. 5 (1984)
20. Axmedov Q. H., Yuldasheva M. P., Eshmetov P. Amidoalkilirovanie benzola i n-atsetotoluidina // O'zR FA da bo'lib o'tgan Xalqaro ilmiy-amaliy anjumani ma'ruzalari matni. 18-19 mart 2009 y. 200 b.
21. Юлдашева М.Р., Нурметова Х.Р. Амидоалкилирование толуола и бензойной кислоты N-метилолфталимидом в присутствии кислот // Кимё факультети ёш олимлари ва профессор ўқитувчилари илмий-амалий конференцияси материаллари тўплами. -Тошкент, 2007. –Б. 46.
22. Ахмедов Қ.Н., Юлдашева М.Р. Амидоалкилирование ксилолов // Вестник НУУЗ. -Ташкент, 2005. - №4. –С. 59-62
23. Ахмедов Қ.Н., Юлдашева М.Р., Турсунова М.Р. Взаимодействие изомерных ксилолов с Н-бромметилфталимидом в присутствии каталитических количеств катализаторов // Узб. хим. журнал. -Ташкент, 2006. - №2. -С. 28-32.

24. Ахмедов Қ.Н., Азимова Г.З., Тожибоева М.З., Юлдашева М.Р. Реакции β-гидроксиэтилфталимида с о-, м- и п-ксилолами в присутствии протонных кислот // Вестник НУУЗ. -Ташкент, 2005. - №4. - С. 67-70.
25. J.Barry, E.Meyeda, S.Ross, Tetrahedron 33, 369 1977
26. 14. Ахмедов Қ.Н, Юлдашева М.Р, Исломов Ю.У. Синтез биологически активных веществ реакцией амидоалкилирования // O‘zR FA da bo‘lib o‘tgan Xalqaro ilmiy-amaliy anjumani ma’ruzalari matni. 18-19 mart. 2009. 199 b.
27. Sonal R, Kumar B. L., Talesara G. L. Syntheesis of some arylalkoxy-ftthalimides// J.Indian.Chem.Soc. -Calcutta, 2002. -№ 79 (2).
28. Пенкин Е.О., Пенкин К.О., Чиркова Я.А. Амидометилирование аминопроизводных 9,10-антрахинона // 8 Молодежная научная школа-конференция по органической химии, Казан, 22-26 июн, 2005. С. 233.
29. Sahu S.K., Mishra S.K., Mandal S., Choudhury P., Suutradhar S. Synthesis and biological evaluation of 3-(phthalimidoethyl)-4-substituted cinnamoly substituted benzanilides. J.India Chem. Soc. № 8, 2006, t.83, P.832-834.
30. Axmedov K.N., Yo‘ldoshev X.Y., Yuldasheva M.R. Organik kimyo usullari // O‘quv qo‘llanma. II qism. 2012, 7-42 b.
31. Axmedov K.N., Yo‘ldoshev X.Y., Axmedov U.Ch. Organik kimyo usullari // O‘quv qo‘llanma. I qism. 2013, 39 b.
32. Chem 3D Ultra 10.0. Chem Office 2006.
33. Казыцина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ИК-, ЯМР и масс спектроскопии в органической химии. М.; 1979. С. 60-91
34. Свойства органических соединений. Справочник. Под ред. Потехина А.А. -Л.: Химия, 1984. С. 44-446.
35. Справочник химика. Т. II. Основные свойства неорганических и органических соединений. Москва. Изд.Химия-1964 г.
- 36.Internet ru.wikipedia.org
- 37.Internet www.chemport.ru

