

СИНТЕЗ ЛАГОХИЛЕНА С ОРТО-БРОМБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТОЙ

Каюмов Алишер Авазович

преподаватель,

Ташкентский химико-технологический институт

г. Ташкент, Республика Узбекистан

G-mail: alisherqayumov872@gmail.com

АННОТАЦИЯ

С помощью ИК- и УФ-спектроскопии изучено строение вещества, образующегося при взаимодействии дитерпеноида лагохилена с орто-бромбензойной кислотой.

Ключевые слова: *дитерпеноид лагохилена, о-бромбензойная кислота, реакция этерификации, бензол, растворитель.*

REACTION OF LAGOXYLIN WITH ORTHO-BROMOBENZOIC ACID

Alisher Kayumov

Teacher,

Tashkent Chemical and Technological Institute,

Republic of Uzbekistan, Tashkent

ABSTRACT

The structure of the substance formed by the reaction of diterpenoid Lagoxiline with ortho-bromobenzoic acid was studied using IR and UV spectroscopy.

Keywords: *Lagochilin diterpenoids, o-bromo benzoic acid, etherification reaction, benzene, solvent.*

Природные соединения, выделенные из растений, обладают относительно высокой биологической активностью, и особое место среди таких соединений занимают терпеноиды и их производные. Растения вида *Lagochilus* имеют большую практическую ценность благодаря своим лечебным свойствам. Они с древних времен входят в число эффективных кровоостанавливающих лекарственных растений на Востоке и применяются как действенное лекарство при различных кровотечениях. Основным действующим веществом растения *Lagochilus* является четырехатомный спирт-лагохиленовый дитерпеноид. Синтез

лагохилина и его различных производных и определение их биологической активности, создание на их основе эффективных препаратов с гемостатической активностью являются актуальными темами.

Целью реакции дитерпеноида лагохилена с о-бромбензойной кислотой является образование водорастворимых соединений лагохилена.

Экспериментальная часть

Реакцию этерификации лагохилена о-бромбензойной кислотой проводили в бензольном растворителе. По сравнению с лагохиленом количество углекислого вещества получено в 4 раза больше. Основной целью этого является получение тетрабромбензоата лагохилена. Исходные вещества, взятые на электронных аналитических весах, помещали в колбу вместимостью 100 мл и растворяли в 10 мл бензола. Колбу с реакционной смесью нагревали при 80 °С в течение 8 часов с помощью магнитной мешалки. Процесс реакции контролировали каждые 30 мин с помощью YuQX. Теоретически в составе полученного продукта реакции, помимо тетрапроизводного, присутствуют также вещества, содержащие -моно-, -ди-, -трибромбензоат в небольшом количестве. Для выделения из них тетрапродукта использовали метод колоночной хроматографии. Al₂O₃ получали в виде силикагеля. В этом случае система представляет собой бензол:ацетон 3:1.

После завершения реакции смесь очищали от водорастворимых добавок 10%-ным раствором Na₂CO₃, а оставшийся органический растворитель удаляли из системы с помощью роторного испарителя. Оказалось, что выделенное вещество представляет собой маслянистое вещество красновато-коричневого цвета, хорошо растворимое в органических растворителях ацетоне, бензоле, хлороформе, диэтиловом эфире и плохо растворимое в воде.

Общее уравнение процесса выглядит следующим образом:

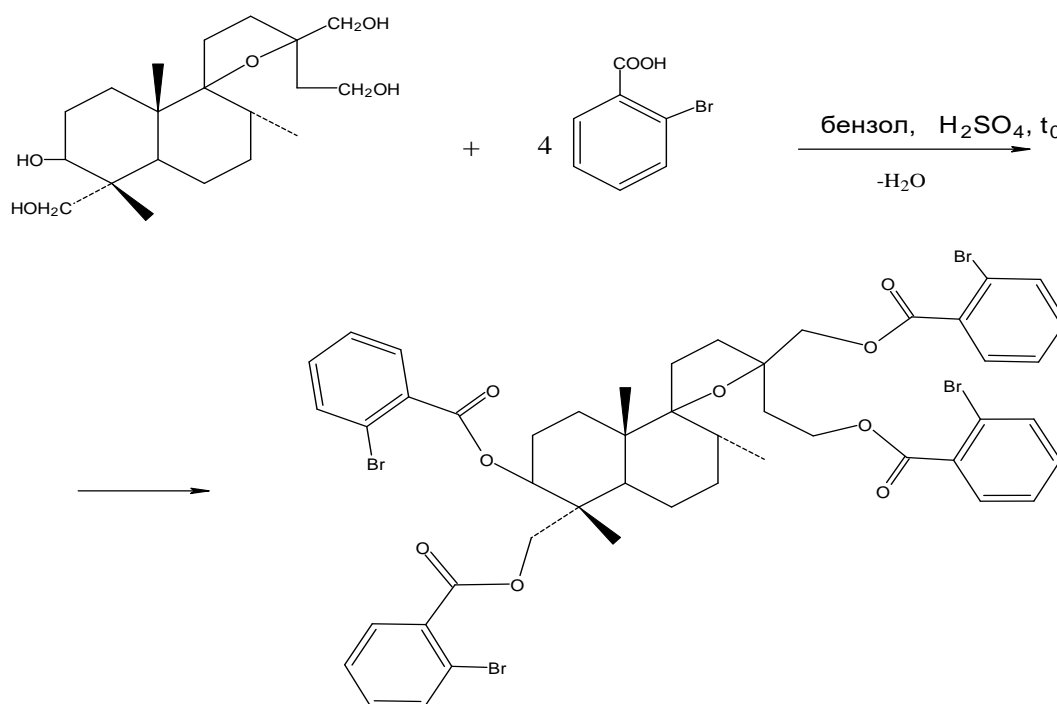


Рисунок 1. Химическая схема о-бромбензойной кислоты с лагоксилином.

Также были сняты и проанализированы ИК-спектры полученного вещества.

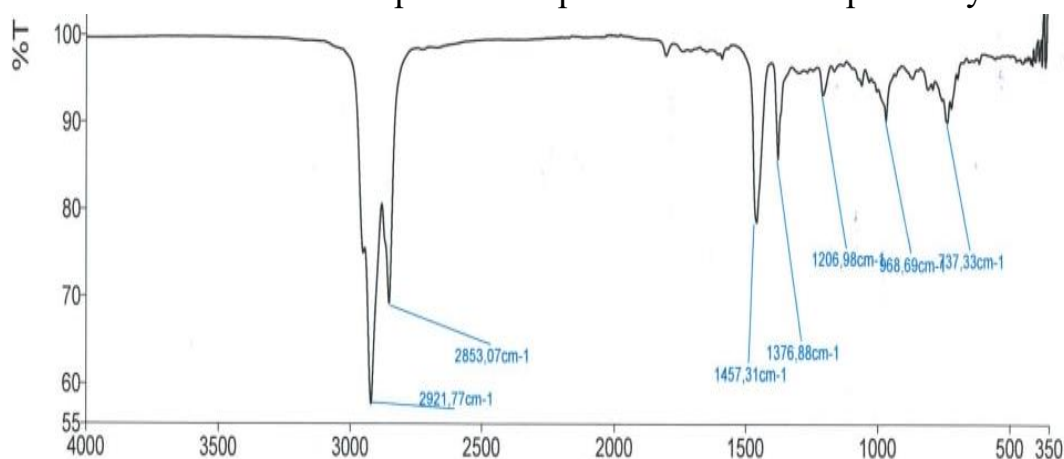


Рис. 2. Эфирный ИК-спектр лагохилена с о-бромбензойной кислотой

Спектральный анализ выявил симметричные валентные колебания метиленовых групп (CH_2) в области 2853 см^{-1} . Наблюдаемый сигнал в области 2921 см^{-1} можно проанализировать по колебаниям связи C-H в алкильных фрагментах в диапазоне $3000\text{-}2840 \text{ см}^{-1}$, что является сигналом, данным этой связью.

Здесь снова наблюдаются два деформационных колебания в метильной группе: симметричное деформационное колебание ($\delta_s \text{CH}_3$) в области 1376 см^{-1} и асимметричное деформационное колебание ($\delta_{as} \text{CH}_3$), наблюдаемое в области 1457 см^{-1} .

Связь сложного эфира C-O находится в диапазоне $1300\text{-}1000 \text{ см}^{-1}$, что в нашем случае соответствует частоте валентных колебаний 1206 см^{-1} .

Деформационные колебания связей С-Н в бензольном кольце внеплоскостны в диапазоне 900-675 см^{-1} , колебания в обертонах наблюдаются в областях 2000-1650 см^{-1} .

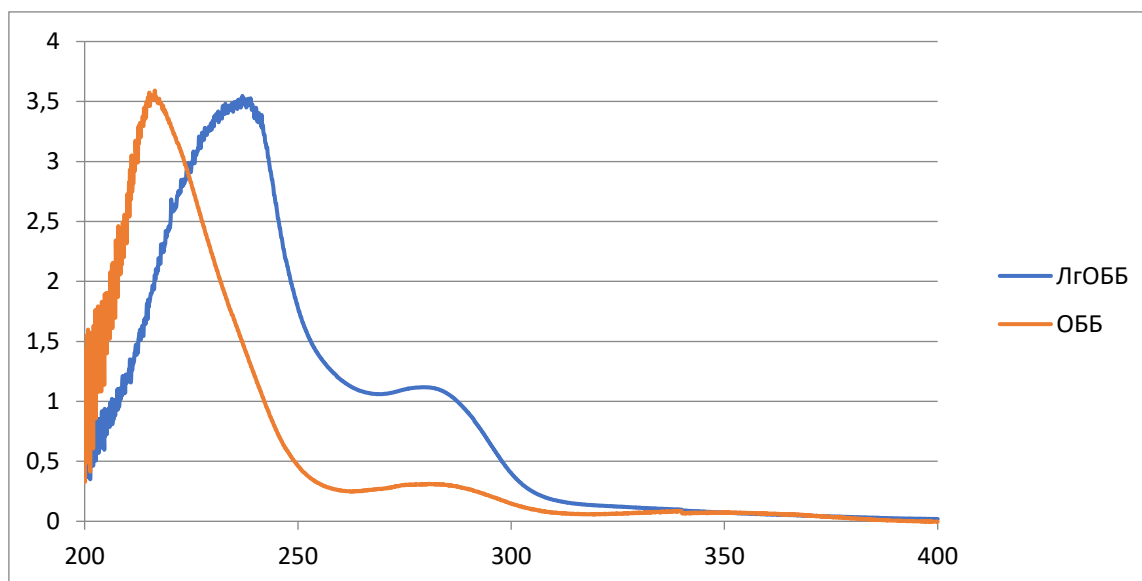


Рисунок 3. УФ-спектр эфира лагоксилина с ОББ

Как видно на приведенной выше диаграмме, интенсивный максимум поглощения, соответствующий переходу $n \rightarrow \pi^*$ в УФ-спектре ОББ, появляется в системе с 85% спиртом при длинах волн 216 нм. Одновременно с «батохромным» сдвигом при 238 нм в УФ-спектре эфира ЛгОББ наблюдался и «гиперхромный» эффект. На основании наблюдаемых батохромных сдвигов в УФ-спектре и увеличения оптической плотности за счет образования нового продукта в результате химической реакции, т. е. «гиперхромного» эффекта, можно заключить, что эфир лагоксилина с о-бромбензойной кислотой образовалась -бромбензойная кислота.

Эфир, образуемый лагохиленом с о-бромбензойной кислотой, также изучался высокоэффективной жидкостной хроматографией. Это выглядит следующим образом:

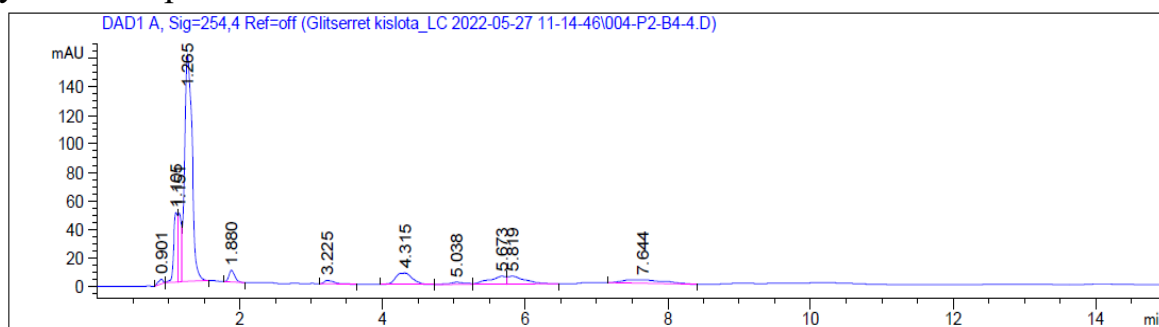


Рисунок 4. Хроматограмма высокоэффективная жидкостная хроматография эфира лагохилен с о-бромбензойной кислотой

Можно видеть, что эфир лагохилена, образованный о-бромбензойной кислотой, проявлялся с высоким пиком при 1,26 мин при длине волны 272 нм. Структура лагохилена не может быть проанализирована с помощью высокоэффективная жидкостная хроматография. Но мы видим, что поглощение происходит за счет ароматического кольца в нашем продукте. Наша ароматическая угольная кислота, вступившая в реакцию, появляется в этих сигналах с более высоким пиком раньше, чем образовавшийся продукт.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Акопов И.Э, Миронов В.Н, Новак Е.Н, Пасечников Ф.Г, Ядрова В.М. Влияние новогаленового препарата «лагохилена» и таблеток лагохилуса на процесс свертывания крови и гемостаз // Науч. тр. Кубанского мед. инс-та. Краснодар. 1971. Т.33. С.13-22.
2. Матчанов А.Д. Синтез производных лабдановых дитерпеноидов, глицирризиновая кислота и разработка эффективных гемостатических лекарственных препаратов.// Дисс. на соискание уч. степени докт. хим. наук. Т. - 2017. - 183с.
3. Radiata F.D., Tran D.X., Masaaki Y., Shinkichi T., Chemical composition and antioxidant, antibacterial and antifungal activities of the essential oils from *Bidens pilosa* Linn. var// №9-2008- p 346–352.
4. Брель А.К, Лисина С.В. Синтез и фармакологическая активность новых производных салициловой кислоты и аспирина как потенциальных лекарственных препаратов// Успехи современного естествознания.-2006 г. №11.- С.-95-96.
5. Лисина С.В. Синтез и исследование свойств производных салициловой кислоты//Автореферат канд.дисс. Волгоград-2009 г. С-6-7.
6. Левданский В.А, Левданский А.В, Кузнецов Б.Н. Новые способы одностадийного синтеза аллобетулина, бензоата и фталата аллобетулина//Химия растительного сырья. 2010. №1. С. 75–80.
7. Брель А.К, Лисина С.В. Кинетика алкилирования соли салициловой кислоты аллилбромидом//Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. №5, 2010. С. 178-179.
8. Wang Li-Qiong, Zhang Zheng-Bo, Li Xiao-Yong, Nie Jin. “Этерификации бензойной кислоты спиртами// Yingyong huaxue N 3, 2003, т.20, стр.219-222.

9. Аппазов Н.О, Ниязова Д.Ж, Акылбеков Н.И, Омаров Е.А, Еспенбетова Ш.О, Назаров Е.А. Синтез этилбензоата в условиях сверхвысококачественного облучения//Фундаментальные исследования № 9, 2014 с. 1721-1725.

10. pat. 2011/0251420 A1 US./ Method for producing carboxylic acid esters / Jarren Peters, Walter Distendorf 13.10.2011.

11. Леонтьева А. И., Овчинникова Т. О. Исследование кинетики процессов переэтерификации и полиэтерификации при использовании ультрадисперсных катализаторов //Вестник Тамбовского государственного технического университета. – 2011. – Т. 17. – №. 4. – С. 1028-1031.

12. Matchanov A. D. et al. Preparation and physicochemical and biological properties of molecular associates of lagochilin and lagochirsine with glycyrrhizic acid and its monoammonium salt //Chemistry of Natural Compounds. – 2017. – Т. 53. – С. 665-669.