

# ПОЛУЧЕНИЕ НОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ КСАНТОГЕНОВЫХ КИСЛОТ

Гаджиева И.Б. Email: Hajiyeva638@scientifictext.ru

Гаджиева Ирада Балай кызы – ассистент,  
кафедра чрезвычайных ситуаций и безопасности жизнедеятельности, строительно-технологический факультет,  
Азербайджанский архитектурно-строительный университет,  
г. Баку, Азербайджанская Республика

**Аннотация:** проведено исследование по реакции взаимодействия хлорацетамида с формальдегидом в слабощелочной среде. Целью работы является синтез новых производных ксантогеновых кислот, содержащих наряду с ксантогеновой группой и амидную группу. Синтезированы *N,N'*-оксидиметиленбисалкилксантогенатоацетамид и *N,N'*- метиленбисалкилксантогенатоацетамид, обладающие биологической активностью. В статье приведены методы исследования и полученные экспериментальные данные, также даны все физико-химические показатели синтезированных новых производных ксантогеновых кислот. Строение синтезированных соединений подтверждено данными ядерной магнитно-резонансной спектроскопии.

**Ключевые слова:** хлорацетамид, конденсация, *N,N'*-оксидиметиленбисхлорацетамид.

## PRODUCTION OF NEW DERIVATION OF XANTHOGENIC ACIDS

Hajiyeva I.B.

Hajiyeva Irada Balay – Assistant,  
DEPARTMENT OF EMERGENCY SITUATION AND SAFETY OF LIFE ACTIVITY,  
CONSTRUKTION OF TECHNOLOGICAL FAKULTY,  
AZERBAIJAN UNIVERSITY OF ARCHITECTURE AND CONSTRUCTION,  
BAKU, REPUBLIC OF AZERBAIJAN

**Abstract:** a study was made of the interaction of chloroacetamide with formaldehyde in a weakly alkaline media. The aim of the work is the synthesis of new derivatives of xanthogenic acids containing amide group, along with the xanthogen group. *N, N'*-oxydimethylenebiskylxanthanoacetamide and *N, N'*-methylenebiskylxanthanoacetamide, having biological activity, were synthesized. The methods of investigation and experimental data, as well as all the physico-chemical parameters of the synthesized new derivatives of xanthogenic acids are given in the article. The structure of the synthesized compounds is confirmed by nuclear magnetic resonance spectroscopy data.

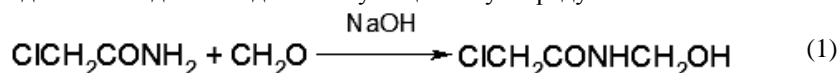
**Keywords:** chloroacetamide, condensation, *N,N'*-oxymethylenebischloroacetamide.

УДК 547.484.34,547.494.254,547.233

Химические соединения, содержащие в молекуле атомы серы, азота и различные функциональные группы улучшают смазывающие, а также биоцидные свойства масел [1-3]. Поэтому синтез новых серо- и азотосодержащих соединений представляет большой научный и практический интерес.

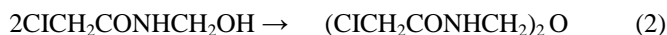
Целью исследований является синтез новых соединений, содержащих наряду с ксантогеновой группой и амидную группу, установление строений и биологической активности новых потенциально биологически активных, *N,N'*-оксидиметиленбисалкилксантогенатоацетамида и *N,N'*-метиленбисалкилксантогенатоацетамида.

Исследования показали, что для получения химически чистого *N*-метилолхлорацетамида с высокопроцентным выходом необходимо создать слабую щелочную среду.



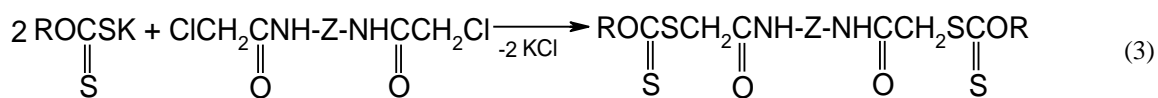
Анализ чистоты веществ определен методом ядерной магнитно-резонансой спектроскопии (ЯМР). Молекула *N*-метилолхлорацетамида содержит сигналы 3 карбоновых атомов, которые построены последовательно по нижеследующей интенсивности:  $\delta_c=42.5$  м.л. ( $\text{CH}_2\text{Cl}$ ), 6.35 м.л. ( $\text{CH}_2\text{-O}$ ) вэ 166.7 м.л. ( $\text{C=O}$ ).

Исследования процесса, в зависимости от температуры, показывают, что при высокой температуре молекула *N*-метилолхлорацетамида конденсируя со второй молекулой, приводит к образованию *N,N'*-оксидиметиленбисалкилксантогенатоацетамида.



Цель получения N-замещенных хлорацетамидов заключалась в синтезе новых соединений как с тиокарбонатной так и амидной группами в молекуле путем взаимодействия их с солями ксантогенных кислот, включая получение N, N'-оксидиметилена и N, N'-метиленисалькилксантогенацетамидов.

Вещества, которые объединяют две ксантогенацетамидные группы в молекуле, были получены реакцией алкилксантогенатов калия и бисхлорацетамидов, при мольном соотношении их 2:1 соответственно.



Z=CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>, R=C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>.

Z=CH<sub>2</sub>, R=C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>, C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>.

Реакцию проводят в растворе диметилформаида. Это обосновано тем, что метилен- и оксидиметиленбисхлорацетамиды с высокими температурами плавления плохо растворяются в воде и во время реакции их концентрации очень малы, что увеличивает время протекания реакции, а диметилформаид более приемлем для использования, поскольку он является подходящим растворителем, для всех компонентов реакции.

#### Экспериментальная часть:

##### Синтез N,N'-метиленбисалкилксантогенацетамидов.

**Метод А.** В двухгорлую колбу добавляли 18,7 г хлорацетамид и 3г (0,1мол) параформ в водяной бане при температуре 120-130°C, 1,5 часа перемешивали. По окончании реакции продукт твердеет. Поэтому его перекристаллизовали в этиловом или изопропиловом спирте. Температура плавления 175°C. Выход чистого N,N'-метиленбисхлорацетамид 17 г (85%), Найдено %: N-13,87; Cl-35,14. C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Вычислено %: N-14,01; Cl-35,45.

**Метод Б.** В двугорлую колбу добавляли 23 г оксидиметилен-бисхлорацетамид 30 мл изопропилового спирта. В течение 2 часов при температуре 70-80°C, добавляя 1-2 мл насыщенную серную кислоту, до получения среды pH < 2. 2 часа перемешивали. Охлажденный полученный продукт переливали на воронку Бюхнера. Промывали дистиллированной водой и 2% гидрокарбонатом натрия до получения реакции нейтрализации. Выход 18 г (90%). Из метода А тоже получали кристаллы N,N'-метиленбисхлорацетамидов.

##### Синтез N,N'-Оксидиметиленбисалкилксантогенацетамидов.

**Метод А.** Общая методика. Перемешивали алкилксантогенат калия, оксидиметиленбисхлорацетамид соотношении 2:1 в растворе диметилформаида 3 часа в водяной бане. Полученный продукт промываем водой и сушим в эксикаторе.

**Метод Б.** По этому методу, О-алкил- S-(N-метилолкарбамоил) метилксантогенат и N,N'-оксидиметиленбисхлорацетамид получали путем конденсации. Продукт получали двумя разными способами. Синтезированы новые соединения N,N'-оксидиметиленбисалкилксантогенацетамид и N,N'-метиленбисалкилксантогенацетамид, строение которых доказано с помощью данных ЯМР – спектроскопии. N,N'-оксидиметилен бисалкилксантогенацетамид и N,N'-метиленбисалкилксантогенацетамид являются биологическими активными соединениями [4]. Особенно актуальным является поиск новых химических средств защиты, не только имеющих противоизносное, противозадирное свойства, а также обладающие антимикробным действием (биоцидное), а также исследование ингибирующих свойств существующих и вновь синтезированных соединений в составе рецептур, обеспечивающих снижение уровня микробов в среде.

Микроорганизмы в процессе своей жизнедеятельности выделяют органические вещества, в которых плесневые грибы, накапливаясь на загрязненных поверхностях комплексные соединения. Бактерии могут активно разрушать не только частиц механизмов, но и поверхность стальной оболочки, либо непосредственно влияя на сталь, либо образуя в аэробных условиях сначала азотистую, а затем — азотную кислоту. Для повышения стойкости в состав масел добавляют присадки: бактерицидные — от бактерий, фунгицидные - от грибов, альгицидные - от водорослей.

В настоящее время с помощью химического синтеза получают тысячи новых соединений, испытания которых на различные виды биоцидной активности являются экономически невыгодными и малоэффективными. В связи с этим является наиболее актуальным использование наряду с традиционными экспериментальными исследованиями альтернативных «вне экспериментальных» методов химического скрининга, основанных на компьютерно-информационных технологиях установления связи молекулярной структуры присадки с её свойствами и позволяющих ускорить поиск эффективных биоцидных присадок. В таблице показаны результаты экспериментов.

Таблица 1. Физико-химические данные N,N'-оксидиметиленбисалкил ксантогенацетамид и N,N'-метиленбисалкилксантогенацетамидов ROCSCH<sub>2</sub>CNH – Z – NHCCH<sub>2</sub>SCORS O O S

№ п/ п	Z	R	Выход, %		Тпл. °С	Найдено, %		Химическая формула	Вычислено, %	
			А метод	В ме- тод		N	S		N	S
1.	CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	90	92		6.72	31.73	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>5</sub> N <sub>2</sub> S <sub>4</sub>	6.99	32.02
2.	CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	92	92	142	5.88	28.13	C <sub>16</sub> H <sub>28</sub> O <sub>5</sub> N <sub>2</sub> S <sub>4</sub>	6.13	28.08
3.	CH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub>	C <sub>9</sub> H <sub>19</sub>	93	92	85	4.56	21.55	C <sub>26</sub> H <sub>48</sub> O <sub>5</sub> N <sub>2</sub> S <sub>4</sub>	4.69	21.49
4.	CH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	90	92		7.34	34.38	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> O <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S <sub>4</sub>	7.56	34.61

Из таблицы видно показатели новых синтезированных соединений N,N'-оксидиметиленисалкилксантогенатоацетамида и N,N'-метиленисалкилксантогенатоацетамид, строение которых подтверждено с помощью данных ЯМР–спектроскопии.

Полученные N,N'-оксидиметиленисалкилксантогенатоацетамид и N,N'-метиленисалкилксантогенатоацетамид являются биологическими активными, имеющие противоизносное, противозадирными свойствами соединениями.

#### *Список литературы / References*

1. Препаративная органическая химия. (Перевод с польского Панова В.В. и Володиной В.С под ред. докт. хим. наук Вульфсона Н.С.) М.-Л., 1964 С. 396-399.
2. Общий практикум по органической химии (Перевод с немецкого под ред. проф. Коста А.Н.). М.: Мир, 1965. С. 393.
3. *Вейганд-Хильгетаг*. Методы эксперимента в органической химии. Перевод с немецкого под ред. проф. Суворова Н.Н. М.: Химия, 1968. С. 445-446.
4. *Насијева Ї.В.* və başqaları. Ksantogenatların bakteriya və göbələklərə qarşı biosid aşqar kimi tədqiqi. *Azərbaycan Kimya Jurnalı*. № 4, 2008. S. 171-173.