

ISSN 0042-1707



O'ZBEKISTON
FANLAR AKADEMIYASI

O'ZBEKISTON
KIMYO
JURNALI

УЗБЕКСКИЙ
ХИМИЧЕСКИЙ
ЖУРНАЛ

UZBEK
CHEMICAL
JOURNAL

<http://www.uzchemj.uz>

6/ 2021

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI FANLAR AKADEMIYASI
АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН
ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF UZBEKISTAN

**O'ZBEKISTON
KIMYO
JURNALI**

**УЗБЕКСКИЙ
ХИМИЧЕСКИЙ
ЖУРНАЛ**

**UZBEK
CHEMICAL
JOURNAL**

Издается с января 1957 г. по 6 номеров в год

6 / 2021

ТАШКЕНТ – 2021

- циклобирикиш реакциясида (1,4-изомер) ҳосил бўлиши;
- ҳарорат, вақт давомийлиги ва катализаторлар таъсири ўрганилган;

S. G. Usmanova, I. A. Abdugafurov, I. S. Ortikov, A. J. Kurbanova

SYNTHESIS OF 1,2,3-TRIAZOLES DERIVATIVES ON THE BASE OF PROPARGYLOXY-BENZALDEHYDES AND SOME AROMATIC AZIDES

Abstract. Background. Acetylene derivatives are raw materials for the synthesis of hard-to-reach carbo- and heterocycles. The chemical properties of substances containing a triple bond are of interest in connection with the search for biologically active substances among them. The synthesis of compounds on this basis with organic azides is also relevant.

Purpose: Synthesis of phenylazide and some aromatic azides containing substituents in the para state. Study of the reactions of an azide-alkyne cyclic compound with the resulting azides and propargyloxybenzaldehydes in the presence of a catalyst. Study of the effect of solvent, temperature and catalyst on the course of the reaction. Establishment of the structure of the obtained substances.

Methodology. Phenyl azide and some aromatic azides containing substituents in the para position have been synthesized. Their reactions of a 1,3-dipolar cyclic compound between para-propargyloxybenzaldehydes in the presence of a catalyst were studied. The structure of the synthesized substances was established with -IR, ¹H NMR, ¹³C NMR - spectral methods.

Originality: Para-propargyloxybenzaldehyde and the corresponding 4-((1-phenyl-1H-1,2,3-triazol-4-yl)methoxy)benzaldehydes were synthesized for the first time. Copper(I) salts were used as a catalyst. Copper(I) iodide was used as a catalyst, and the factors influencing the course of the reaction were determined.

Findings. 4-((1-Phenyl-1H-1,2,3-triazol-4-yl)methoxy)benzaldehyde derivatives were synthesized in high yields. Their IR, ¹H NMR, ¹³C NMR spectra were analyzed and their structures were proved.

Key words: azide-alkyne reaction of a cyclic compound, para-bromophenylazide, para-propargyloxybenzaldehyde, copper(I) halide, ortho-xylene, ¹H NMR spectroscopy, 4-((1-phenyl-1H-1,2,3-triazole-4-yl)methoxy)benzaldehyde

Highlights:

- para-propargyloxybenzaldehyde based on para-oxybenzaldehyde;
- phenylazide and its derivatives containing substituents in the para-position;
- reactions of azide-alkyne cyclic compound;
- formation of an isomer (1,4-isomer) in a cyclic addition reaction;
- studied the role of temperature, time and catalyst

УДК: 547.789:547.298.3

З. Ж. ПУЛАТОВА, А. Р. ХУРРАМОВ, Х. М. БОБАКУЛОВ, Б. Ж. ЭЛМУРАДОВ СИНТЕЗ И СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ АЗОМЕТИНОВ И АМИДОВ - ИСХОДНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ДЛЯ СИНТЕЗА БЕНЗОКСАЗОЛОВ

Институт химии растительных веществ им. акад. С.Ю. Юнусова АН РУз, E-mail: b_elmuradov@mail.ru

Дата поступления 16.11. 2021

Реферат. Предпосылки проблемы. Известно, что азометины являются очень важными промежуточными соединениями для получения бензоксазолов, которые являются потенциально биологически активными гетероциклическими соединениями. Поэтому разработка простых и удобных методов синтеза замещенных азометинов очень актуальна, как с теоретической, так и практической точки зрения органической химии.

Цель: проведение реакций (замещенных) аминафенолов с ароматическими альдегидами в различных условиях и определение факторов, влияющих на тип продуктов, определение структур.

Методология. Реакции 2-аминофенола, 4-нитро-2-аминофенола, 4-хлор-2-аминофенолов с альдегидами проводили в различных условиях. В результате получены азометины и ацетамид с высокими выходами, вместо ожидаемых 2-арилбензоксазолов. Строение синтезированных веществ доказано на основе результатов ¹H и ¹³C ЯМР спектроскопии и РСА.

Научная новизна. Осуществлен простой и удобный синтез азометиннов, которые являются необходимыми синтонами для синтеза новых гетероциклических соединений. Выявлено, что конденсация аминифенолов и ароматических альдегидов в зависимости от факторов, влияющих на ход реакции, может идти по разным направлениям.

Полученные данные. Синтезированы азометинны и амиды с высокими выходами, которые широко используются для синтеза замещенных бензоксазолов. Проанализированы ^1H и ^{13}C ЯМР спектры полученных веществ, также данные РСА монокристаллов и установлены их химические строения.

Ключевые слова: синтез, аминифенолы, ароматические альдегиды, бензоксазолы, азометинны, циклизация, конденсация.

Особенности:

- реакция аминифенолов с альдегидами в этаноле в отсутствие катализатора;
- взаимодействие исходных реагентов в кислой среде в зависимости от соотношения масс реагентов и температуры.

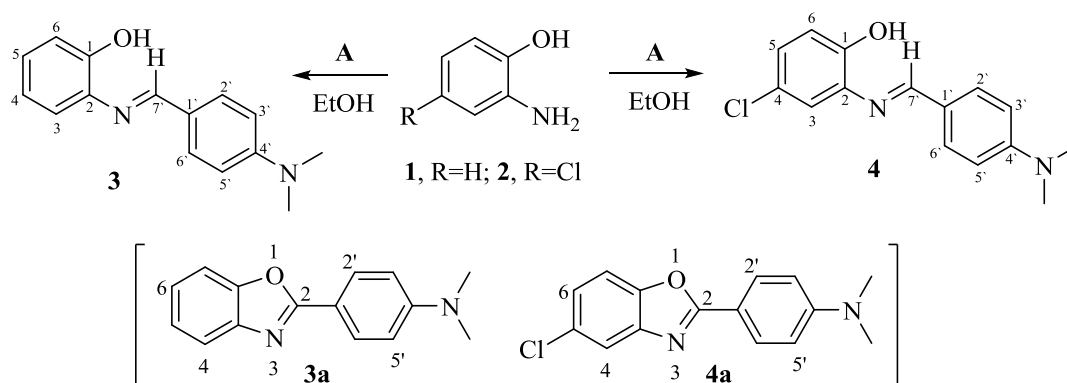
Введение. Одним из важнейших вопросов сегодня является направленный синтез новых перспективных биологически активных соединений, их успешное применение против различных заболеваний в сельском хозяйстве и медицине. В частности, на основе бензоксазолов разработаны антибактериальные [1], противогрибковые [2], противораковые [3], противовоспалительные [4], антигистаминные средства [5], противопаркинсонические [6], ингибиторы вируса гепатита С [7]. В связи с этим особое значение приобретает создание дешевых, высокоэффективных и экологически чистых отечественных препаратов, улучшение их физико-химических и биологических свойств.

Исследования в области бензоксазолов начались намного раньше. Во многих странах мира активно проводятся исследования на основе этого класса соединений. В литературе 2-арилбензоксазолы синтезированы различными способами. Известно, что гидроксильные и аминогруппы в молекуле *o*-аминифенолов очень активны и легко вступают в реакции нуклеофильного замещения [8]. Также возможно, что реакция идет в другом направлении, то есть в присутствии гидроксильной группы, или одновременно обе группы могут вступать в реакции.

Методы и материалы. Использованы растворители: этиловый спирт, гексан, ацетон, метиловый спирт; Спектры ЯМР регистрировали на спектрометрах JNM-ECZ400R и JNM-ECZ600R (Jeol, Япония) с рабочими частотами 400 и 600 МГц в растворах CDCl_3 и $\text{DMCO-d}_6 + \text{CCl}_4$. В качестве внутреннего стандарта в спектрах ЯМР ^1H использовали ТМС, а в спектрах ЯМР ^{13}C - химический сдвиг растворителя (CDCl_3 – 77.16, DMCO-d_6 , - 39.52 м.д. относительно ТМС). За ходом реакций следили методом тонкослойной хроматографии (ТСХ), в качестве элюента использовали смесь $\text{C}_6\text{H}_6:\text{CH}_3\text{OH}$ - 20:1 (система А), $\text{CHCl}_3:\text{CH}_3\text{OH}$ -40:1 (система Б). Температуру плавления синтезированных соединений определяли на приборах «Voetius» (Германия) и «MEL-TEMP» (США).

Результаты и обсуждение. Основной целью данного исследования было изучение взаимодействия (замещенных) аминифенолов (**1**, R=H; **2**, X=Cl; **5**, X=NO₂) с ароматическими альдегидами (*o*-гидроксибензальдегид - салициловый альдегид, *n*-диметиламинобензальдегид, *n*-нитробензальдегид) в различных условиях, и определение основных факторов, влияющих на протекание процесса и тип продукта реакции. Для этого, реакции проводили в нейтральной (этанол) и кислой (ледяная AcOH) средах, в различных условиях (разные соотношения реагентов, температура и продолжительность).

Первоначально циклизацию (замещенных) аминифенолов (**1**, **2**) с *n*-диметиламино- бензальдегидом (**A**) проводили нагреванием смеси реагентов в этаноле и получили соответствующие азометинны (**3**, **4**) с хорошими выходами, но при этом образование ожидаемых продуктов циклизации - 2-замещенных бензоксазолов (**3a**, **4a**) не обнаружили:



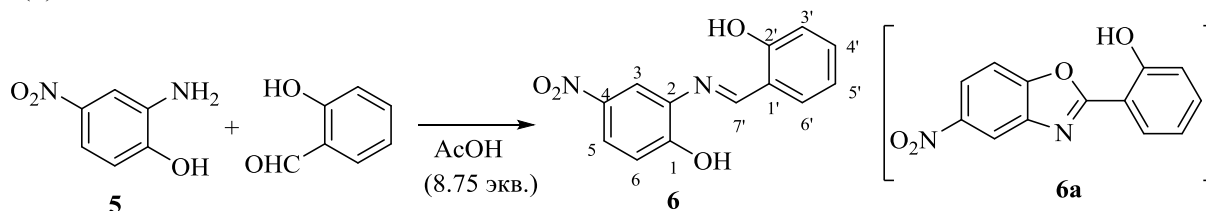
Химическое строение азометинов **3** и **4** установили на основании анализа данных ЯМР ^1H и ^{13}C -спектров. Подробные данные спектров ЯМР ^1H и ^{13}C двух азометинов приведены в таблице 1.

Таблица 1. Химические сдвиги ^1H и ^{13}C ЯМР соединений **3** и **4** (CDCl_3 , δ , м.д., 400МГц)

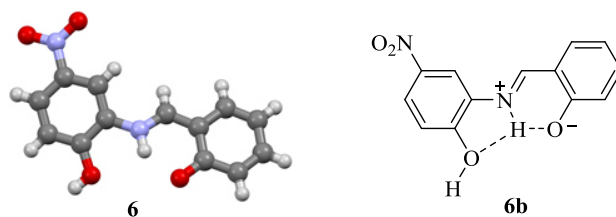
Атом C	3		4	
	δ_{C}	δ_{H} (J/Гц)	δ_{C}	δ_{H} (J/Гц)
1	152.81		153.11	
2	136.76		137.60	
3	115.72	7.24, дд, (7.9, 1.5)	116.05	7.16, д, (2.5)
4	120.07	6.88, ддд, (7.9, 7.3, 1.4)	123.62	
5	127.50	7.12, ддд, (8.0, 7.3, 1.5)	126.94	7.00, дд, (8.6, 2.4)
6	114.51	6.98, дд, (8.0, 1.4)	115.47	6.84, д, (8.5)
1'	124.12		124.90	
2', 6'	130.69	7.78, д, (8.9)	131.03	7.73, д, (9.0)
3', 5'	111.68	6.73, д, (8.9)	111.69	6.67, д, (9.0)
4'	152.00		150.61	
7'	157.32	8.54, с	158.42	8.42, с
N(CH ₃) ₂	40.28	3.06, с	40.27	3.02, с

Реакции проводили при температуре кипения растворителя - этанола (78°C) в течение 12-18 часов. Следует отметить, что реакция с ароматическими альдегидами и аминами, которые содержат электроноакцепторные (нитро) группы, идет относительно труднее. Это явление можно объяснить электроноакцепторным влиянием этой группы.

В ходе исследования реакция 4-нитро-2-аминофенола (**5**) с салициловым альдегидом проводили в кислой (ледяная AcOH) среде. Для этого смесь реагентов в соотношении **5**: альдегид: AcOH - 1: 1: 8.75 нагревали при 110°C в течение 4 часов. В результате синтезирован соответствующий азометин (**6**) с выходом 90%:



То есть, при этом протекает электрофильное присоединение-элиминирование альдегида в аминогруппу с образованием основания Шиффа - (E)-2-(гидроксибензилиден)амино-4-нитрофенола (**6**). Следует отметить, что в этой реакции ледяная уксусная кислота выполняет роль растворителя и катализатора. Также не наблюдается образование ожидаемого продукта циклизации-замещенного бензоксазола (**6a**). Химическое строение полученного продукта (**6**) установлено методом ^1H и ^{13}C ЯМР спектроскопии (табл. 2), а также РСА анализа его монокристаллов, выращенного из ДМСО (рис.1). Результаты согласуются с данными, недавно опубликованными в литературе [9]:

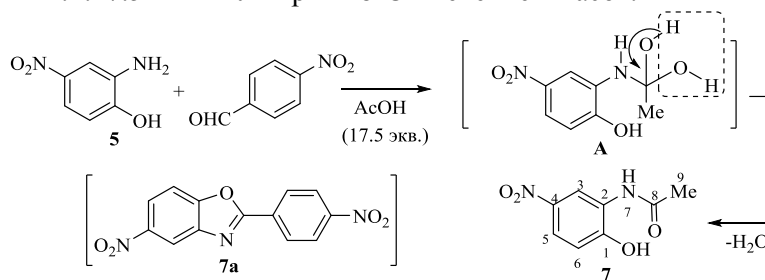
Рис.1. Структура соединения **6** в кристалле.

Литературные данные показывают, что соединение **6** находится в кристалле в форме внутримолекулярной соли (**6b**).

Таблица 2. Химические сдвиги ^1H и ^{13}C ЯМР соединения **6** (ДМСО- d_6 + CCl_4 , δ , м.д., 400 МГц)

Атом С	δ_{C}	δ_{H} (J/Гц)
1	157.39	
2	135.60	
3	115.33	8.16, д, (2.7)
4	139.82	
5	122.95	7.97, дд, (9.0, 2.7)
6	115.98	7.07, д, (9.0)
1'	119.09	
2'	160.74	
3'	116.52	6.91, м
4'	132.81	7.37, дд, (7.3, 1.7)
5'	118.36	6.91, м
6'	132.47	7.57, дд, (7.9, 1.7)
7'	164.04	8.98, с
1-ОН	-	13.02, уш.с
2-ОН	-	11.04, уш.с

Продолжая исследования в кислой среде, реакция 4-нитро-2-аминофенола (**5**) с 4-нитробензальдегидом проведена в ледяной уксусной кислоте. При этом смесь реагентов в соотношении **5**:альдегид:АсОН - 1:1:17.5 кипятили при 118°C в течение 4 часов:



В результате соответствующий N-(2-гидрокси-5-нитрофенил) ацетамид (**7**) синтезирован с выходом 75%. Структуру полученного амида (**7**) установили на основании анализа данных спектров ЯМР ^1H и ^{13}C (рис. 2 и 3), а также экспериментов HSQC и HMBC (табл. 3).

Таблица 3. Химические сдвиги ^1H и ^{13}C ЯМР соединения **7** (ДМСО- d_6 + CCl_4 , δ , м.д., 600 МГц)

Атом С	δ_{C}	δ_{H} (J/Гц)	HMBC H→C
1	153.10		
2	126.79		
3	116.36	8.86, д, (2.8)	C-1, 2, 4, 5
4	139.34		
5	119.64	7.80, дд, (8.9, 2.8)	C-1, 3, 4
6	114.53	6.94, д, (8.9)	C-1, 2, 4
8	168.68		
9	23.57	2.15, с	C-8
NH	-	9.24, уш.с	C-1, 3, 8
1-ОН	-	11.24, уш.с.	

Примечательно, что, когда реакция проведена в присутствии ледяной уксусной кислоты в соотношении 1:17.5, образование ацетамида происходит за счёт уксусной кислоты, т.е. 4-нитробензальдегид не участвует в реакции. Это можно объяснить высокой концентрацией кислоты в растворе. В этом случае промежуточный продукт - 1-((2-гидрокси-5-нитрофенил) амино) этан-1,1-диол (**A**) первоначально образуется из аминофенола и уксусной кислоты, который дегидратируется в условиях реакции и превращается в соответствующий продукт - N-(2-гидрокси-5-нитрофенил) ацетамид (**7**). Также не наблюдалось образование ожидаемого продукта циклизации – соединения **7a**.

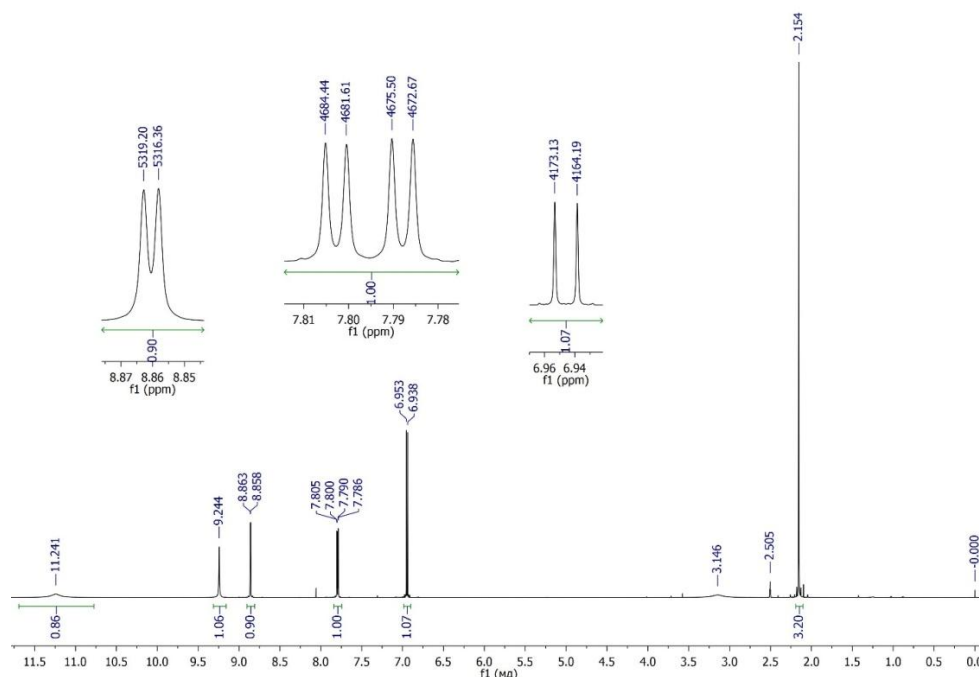


Рис.2. ^1H ЯМР- спектр соединения **7** в ДМСО- d_6 + CCl_4

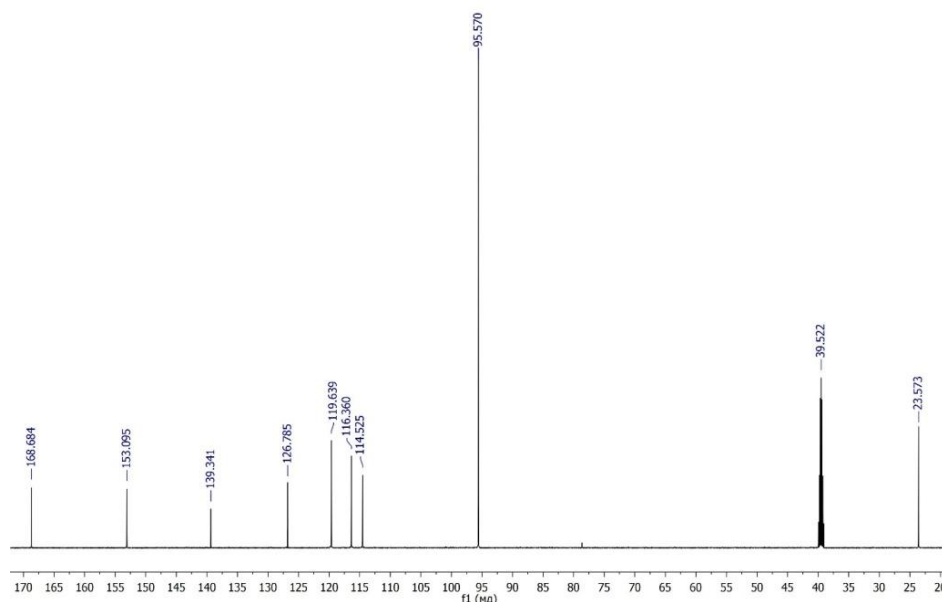


Рис.3. ^{13}C ЯМР - спектр соединения **7** в ДМСО- d_6 + CCl_4

(*E*)-2-((4-(Диметиламино)бензилиден)амино)фенол (**3**): 1.09 г (0.01 моль) 2-аминофенола и 1.49 г (0.01 моль) 4-диметиламинобензальдегида помещали в двухгорлую круглодонную колбу объемом 100 мл, снабженную механической мешалкой, обратным холодильником и термометром. К смеси добавляли 5 мл этилового спирта и перемешивали в течение 10 минут, затем нагревали на водяной бане при 78°C в течение 12 часов. Реакционную смесь охлаждали и растворяли кипячением в 5 мл

гексана, выпавший при охлаждении осадок отфильтровывали, и вещество сушили на открытом воздухе. Полученное вещество дважды перекристаллизовывали из гексана и получали 2.48 г (98%) (*E*)-2-((4-(диметиламино)бензилиден)амино)фенол (**3**) с температурой плавления 98-100°C, Rf 0.58 (система А), брутто-формула C₁₅H₁₆N₂O. Данные спектров ¹H и ¹³C ЯМР приведены в таблице 1.

(*E*)-4-Хлор-2-((4-(диметиламино)бензилиден)амино)фенол (**4**). С помощью вышеописанного метода из 1.435 г (10 ммоль) 4-хлор-2-аминофенола и 1.49 г (10 ммоль) 4-диметиламинобензальдегида получили 2.18 г (80%) (*E*)-4-хлор-2-((4-(диметиламино) бензилиден)амино)фенол (**4**) с температурой плавления 138-140°C, Rf 0,6 (А), брутто-формула C₁₅H₁₅ClN₂O. Данные спектров ¹H и ¹³C ЯМР приведены в таблице 1.

(*E*)-2-(Гидроксibenзилиден)амино)-4-нитрофенол (**6**). 1.54 г (10 ммоль) 4-нитро-2-аминофенола и 1.22 г (10 ммоль) 2-гидроксibenзальдегида (салициловый альдегид) помещали в двухгорлую круглодонную колбу объемом 100 мл, снабженную механической мешалкой, обратным холодильником и термометром. К смеси добавляли 5 мл (5.25 г, 87.5 ммоль, d=1.05 г/мл) уксусной кислоты и перемешивали в течение 15 минут, затем нагревали на масляной бане при 110°C в течение 4 часов. Реакционную смесь охлаждали и растворяли кипячением в 5 мл гексана, выпавший при охлаждении осадок отфильтровывали, и вещество сушили на открытом воздухе. Полученное вещество перекристаллизовывали из ДМФА (80%) и получали 2.32 г (90%) (*E*)-2-(гидроксibenзилиден)амино)-4-нитрофенола (**6**). С температурой плавления 250-252°C, Rf 0.5. (система А) [11,12], брутто-формула C₁₃H₁₀N₂O₄. Данные спектров ¹H и ¹³C ЯМР приведены в таблице 2.

N-(2-Гидрокси-5-нитрофенил)ацетамид (**7**). В двугорлую колбу поместили 1.54 г (10 ммоль) 4-нитро-2-аминофенола, 1.51 г (10 ммоль) 4-нитробензальдегида и 10 мл (10.5 г, 175.0 ммоль, d=1.05 г/мл) уксусной кислоты и смесь кипятили на масляной бане в течении 4-х часов. Затем отгоняли растворитель, остаток промывали водой и сушили. Сырой продукт перекристаллизовывали из ДМСО. В результате получили 1.35 г (75%) N-(2-гидрокси-5-нитрофенил)ацетамид (**7**). С температурой плавления 248-250°C, Rf 0.5 (В), брутто-формула C₈H₈N₂O₃. Данные спектров ¹H и ¹³C ЯМР приведены в таблице 3.

Заключение. Таким образом, в результате проведенных исследований разработан простой и удобный способ получения азометинов (**3**, **4**, **6**) и амида (**7**), которые являются необходимым сырьем для синтеза новых гетероциклических соединений. Выявлено, что реакции протекают в различных направлениях в зависимости от соотношений реагентов, типа растворителя и катализатора, а также температуры и продолжительности реакций. Полученные результаты могут быть успешно применены для получения оснований Шиффа и амидов, которые являются удобными синтонами целенаправленного синтеза замещенных бензоксазолов. Структура синтезированных соединений однозначно доказана экспериментальным и спектральным методами.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chilumula N.R., Gudipati R., Ampati S., Manda S., Gadhe D. Synthesis of some novel methyl-2-(2-(arylideneamino)oxazol-4-ylamino)-benzoxazole-5-carboxylate derivatives as antimicrobial agents // *Int. J. Chem. Res.* -2010. -Vol.1. -Issue 2. -P.1-6.
2. Ryu C.K., Lee R.Y., Kim N.Y., Kim Y.H., Song A.L. Synthesis and antifungal activity of benzo[d]oxazole-4,7-diones // *Bioorg. Med. Chem. Lett.* -2009. -Vol.19. -Issue 20. -P.5924-5926.
3. Aiello S., Wells G., Stone E.L., Kadri H., Bazzi R., Bell D.R., Stevens M.F.G., Matthews C.S.T., Bradshaw D., Westwell A.D. Synthesis and biological properties of benzothiazole, benzoxazole, and chromen-4-one analogues of the potent antitumor agent 2-(3,4-dimethoxyphenyl)-5-fluorobenzothiazol // *J. Med. Chem.* -2008. -Vol.51. -Issue 16. -P.5135-5139.
4. Sondhi S.M., Singh N., Kumar A., Lozach O., Meijer L. Synthesis, antiinflammatory, analgesic and kinase (CDK-1, CDK-5 and GSK-3) inhibition activity evaluation of benzimidazole/benzoxazole derivatives and some Schiff's bases // *Bioorg. Med. Chem.* -2006. -Vol.14. -Issue 11. -P.3758-3765.
5. Katsura Y., Inoue Y., Nishino S., Tomoi M., Itoh H., Takasugi H. Studies on antiulcer drugs. III. Synthesis and antiulcer activities of imidazo[1,2-a]pyridinylethylbenzoxazoles and related compounds. A novel class of histamine H₂-receptor antagonists // *Chem. Pharm. Bull.* -1992. -Vol.40. -Issue 6. -P.1424-1438.
6. Benazzouz A., Boraud T., Dubedat P., Boireau A., Stutzmann J.M., Gross C. Riluzole prevents MPTP-induced parkinsonism in the rhesus monkey: a pilot study // *Eur. J. Pharmacol.* -1995. -Vol.284. -Issue 3. -P.299-307.
7. Patent WO2011047390A3 (USA) / Smith P.J., Ward D.N. // Heterocyclic benzoxazole composi-

- tions asinhibitors of hepatitis C virus. Published on 21.04.2011.
8. Aflyatunova R.G., Babakhanova Kh.R., Aliev N.A. Benzoxazolinones. VI. reaction of benzoxazolinone and of benzoazolinethione with substituted u-halocarbonyl compounds // *Chem. Nat. Compd.* -1987. -Vol.23. -Issue 3. -P.340-344.
 9. Yousef M. Hijji, Belygona Barare, Ray J. Butcherb and Jerry P. Jasinski, (*E*)-2-[(2-Hydroxy-5-nitrophenyl)-iminoethyl]phenolate. *Acta Cryst.* (2009). E65, o490–o491.
 10. Ракитина Ю.В., Рудник В.Е. Первичная биологическая оценка химических соединений в качестве регулятора роста растений и гербицидов // *Методы определения регуляторов роста и гербицидов*, Л.:Наука. -1966. -С.182-197.
 11. J.Chen, J.Wang, Z.Wang, V.Lu, D.D.Miller, W.Li, Ch.-Mi.Li, S.Ahn, J.T.Dalton, *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, 19, № 16 4782(2011).
 12. Olimova M.I., Elmuradov B. Zh. About the direction of selective alkylation and cyanoethylation of benzimidazoles, benzothiazoles and benzopyrimidines // *Journal of Basic and Applied Research.* - JBAAR, Jordan. -2016.-Vol.2.-№ 4.-P.455-459(№ 23, Scientific Journal Impact Factor (SJIF)-7.33).

З. Ж. Пулатова, А. Р. Хуррамов, Х. М. Бобакулов, Б. Ж. Элмуратов

БЕНЗОКСАЗОЛЛАРНИНГ СИНТЕЗИ УЧУН ДАСТЛАБКИ БИРИКМАЛАР – АЗОМЕТИНЛАР ВА АМИДЛАР СИНТЕЗИ ВА ТУЗИЛИШЛАРИ ТАДҚИҚИ

Реферат. *Муаммонинг келиб чиқиши.* Маълумки, азометинлар потенциал биологик фаол гетероциклик бирикмалар бўлган бензоксазолларни олиш учун жуда муҳим оралик маҳсулотлардир. Шунинг учун, азометинларни синтез қилиш усуллари ишлаб чиқиш муҳимдир.

Ишининг мақсади: (алмашинган) аминофенолларнинг ароматик алдегидлар билан турли шароитларда реакцияларини олиб бориш ва маҳсулот турига таъсир этувчи омилларни аниқлаш, уларнинг тузилишларини аниқлаш.

Методология. 2-аминофенол, 4-нитро-2-аминофенол, 4-хлор-2-аминофенолларнинг алдегидлар билан реакциялари турли шароитларда олиб борилган. Натижада кутилган 2-арилбензоксазоллар ўрнига азометинлар ва ацетамид юқори унумлар билан олинган. Синтез қилинган моддаларнинг тузилиши ^1H ва ^{13}C ЯМР спектроскопияси ва рентген тузилиш таҳлил натижалари асосида исботланган.

Илмий янгилиги. Гетероциклик бирикмалар синтези учун зарур синтонлар бўлган азометинлар синтези амалга оширилган. Аминофеноллар ва ароматик альдегидларнинг конденсацияси турли йўналишларда бориши аниқланган.

Олинган натижалар. Алмашинган бензоксазолларни синтез қилишда кенг қўлланиладиган азометинлар ва амидлар юқори унумлар билан синтез қилинган. Олинган моддаларнинг ^1H ва ^{13}C ЯМР спектрлари, шунингдек, монокристалларнинг рентген тузилиш таҳлил маълумотлари таҳлил қилинди ва уларнинг кимёвий тузилишлари аниқланди.

Калит сўзлар: синтез, аминофеноллар, ароматик альдегидлар, бензоксазоллар, азометинлар, халқаланиш, конденсация.

Хусусиятлари:

- аминофенолларнинг альдегидлар билан катализатор иштирокисиз этанолдаги реакцияси;
- дастлабки реагентларнинг кислотали муҳитдаги ўзаро таъсирининг реагентлар нисбати ва реакция хароратига боғлиқлиги.

Z. J. Pulatova, A. R. Khurramov, Kh. M. Bobakulov, B. J. Elmuradov

SYNTHESIS AND STRUCTURAL STUDIES OF AZOMETHINES AND AMIDES - INITIAL COMPOUNDS FOR THE SYNTHESIS OF BENZOXAZOLES

Abstract. *Background.* Azomethines are known to be important intermediates for the preparation of benzoxazoles, which are biologically active compounds. Therefore, the development of methods for the synthesis of substituted azomethines is topical.

Purpose: carrying out reactions of (substituted) aminophenols with aromatic aldehydes under various conditions and determining the factors affecting the type of products, determining their structures.

Methodology. The reactions of 2-aminophenol, 4-nitro-2-aminophenol, 4-chloro-2-aminophenols with

aldehydes were carried out under various conditions. As a result, azomethine and acetamide were obtained in high yields instead of the expected 2-arylbenzoxazoles. The structure of the synthesized substances was proved on the basis of the results of ^1H and ^{13}C NMR spectroscopy and X-ray diffraction analysis.

Originality: The synthesis of azomethines, components of the synthesis of heterocyclic compounds, was carried out. It was found that the condensation of aminophenols and aromatic aldehydes can proceed in different directions.

Findings. Azomethine amides have been synthesized in high yields and are widely used for the synthesis of substituted benzoxazoles. The ^1H and ^{13}C NMR spectra of the obtained substances were analyzed, as well as the X-ray diffraction data of single crystals, and their chemical structures were established.

Key words: synthesis, aminophenols, aromatic aldehydes, benzoxazoles, azomethines, cyclization, condensation.

Highlights:

- reaction of aminophenols with aldehydes in ethanol in the absence of a catalyst
- interaction of the initial reagents in an acidic environment, depending on the ratio of the masses of the reagents and temperature.

Содержание

Физическая химия

- Ш. Т. Хожиев, Б. Т. Бердияров, Ш. А. Мухаметджанова, А. И. Нематиллаев. Некоторые термодинамические аспекты карботермических реакций в системе Fe-Cu-O-C 3
- С. Н. Расулова, В. П. Гуро, У. Н. Рузиев, Х. Ф. Адинаев, Е. Т. Сафаров. Кинетика окисления сульфида меди азотной кислотой 13
- С. О. Ходжаева, А. С. Рафиков, А. Т. Ибрагимов, С. Х. Каримов. Кинетика и параметры прививки акриловой кислоты к полихлоропрену 20

Неорганическая химия

- Р. Р. Махкамов, А. Э. Курбанбаева, Ф. Р. Саидкулов, М. Л. Нурманова. Мицеллообразующая способность и фазовое поведение натриевой соли гексилового эфира дециленантарной кислоты 27
- Л. Г. Аймурзаева, Д. Ж. Жумаева. Физико-химические свойства адсорбента, полученного на основе Ангренских пестроцветных каолиновых глин 33
- А. Х. Рахмонов, М. М. Ташкузиев, Б. И. Ниязалиев. Физические свойства типичного серозема под влиянием удобрений, модифицированных бентонитом 38

Органическая химия

- Н. Н. Абрекова, С. Д. Махмудов, Ф. Н. Атамуратов, Б. Т. Сагдуллаев. Сравнительные исследования химического взаимодействия сульфаметоксазола с диальдегидами декстрана и пектина 45
- С. Г. Усманова, И. А. Абдугафуров, И. С. Ортиков, А. Ж. Курбанова. Синтез производных 1,2,3-триазолов на основе пара-пропаргилоксибензальдегидов и некоторых ароматических азидов 51
- З. Ж. Пулатова, А. Р. Хуррамов, Х. М. Бобакулов, Б. Ж. Элмурадов. Синтез и структурные исследования азометинов и амидов -исходных соединений для синтеза бензоксазолов 59

Аналитическая химия

- С. Т. Юлчиева, О. А. Эрматова, З. А. Сманова, М. Ж. Умаралиева. Сорбционно-фотометрическое определение меди с помощью 1-(5-метил-2-пиридилазо)-5-диэтиламинофенола 67
- Д. К. Абдуллаева. Избирательная экстракция кадмия (II) и фотометрическое определение его 2-(2-пиридилазо)-5-диэтилметааминофенолом (ПААФ) в органической фазе 74