

# ХИМИЯ И ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

## научно-технический журнал

Выдается 4 раза в год с 2003 года

### СОДЕРЖАНИЕ

# 3/2012

Главный редактор -  
Турабджанов С.М.  
Заместитель главного редактора -  
Икрамов А.

Редакционная коллегия  
Абдурашидов Т.Р.  
Атакузиев Т. А.  
Ахмеров К.М.  
Глушеникова А.И.  
Джалилов А.Т.  
Исмаилов П.Р.  
Нурмухамедов Х.С.  
Рахмаибердиев Г.  
Ташмухамедов М.С.  
Шаришов Х.Т.

Редакционный совет  
Абдуразакова С.Х. (Ташкентский ХТИ)  
Акрамов Е.М. (АК "Узстройматериалы")  
Балакирев В.С. (Московский ГУИЭ)  
Гордеев Л.С. (Российский ХТУ)  
Гулимов Ш.М. (Ташкентский ГТУ)  
Ибрагимов Г.И. (КМ РУз)  
Магзинов Ф.А. (Ташкентский ХТИ)  
Малжидов Ш.Х. (НХК "Узнефтегаз")  
Махкамов Х.М. (УзКФТИ)  
Межлумов А.Н. (СП "Sovplastital")  
Мухамедов Г.И. (УзНУ)  
Рашидова С.Ш. (ИФХП АН РУз)  
Садуллаев Ш.Ш. (ИХРВ АН РУз)  
Саткжалалов С.Б. (ХК "Узвипром")  
Салихов Ш.И. (АН РУз)  
Салимов З. (ИОНХ АН РУз)  
Сайфуллаев Р.С. (Ташкентский ХТИ)  
Талжиджоев З.А. (Бухарский ГУ)  
Тухтаев С. (ИОНХ АН РУз)  
Юсупбеков Н.Р. (Ташкентский ГТУ)

Учредитель - Ташкентский  
химико-технологический  
институт

Ответственный секретарь -  
Мирзиали Р.В.  
Адрес редакции:  
100011, Ташкент, ул. Навои, 32  
e-mail: journal\_tcti@mail.ru  
Тел./Факс: (998 71) 244-92-48

#### ТЕХНОЛОГИИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Реймов К.Д., Якубов Р.Я., Эркаев А.У., Тоиров З.К., Исхандеров А.М. Разработка технологии утилизации дистиллерной жидкости кунградского содового завода сульфатсодержащими солями каракалпакстана .....	2
Дехканов З.К., Султонов Б.Э., Намазов Ш.С., Закиров Б.С. Сложно-смешанные удобрения на основе химически обогащенного фосфоконцентрата фосфоритов центральных Кызылкумов и хлорида калия .....	7
Тожиёв Р.Р., Бобокулова О.С., Джурсава Г.Х., Мирзакулов Х.Ч. Исследование процессов доочистки и концентрирования рапы озёр Караумбет и Барсакельмес .....	12
Кощанова Б., Шарипова Х.Т., Эркаев А.У., Таиров З.К., Мирзиёева Д. Взаимная система $2\text{Na}^+$ , $2\text{NH}_4^+//2\text{HCO}_3^-$ , $\text{SO}_4^{2-}$ - $\text{H}_2\text{O}$ и ее применение к обоснованию технологии получения соды из мирабилита .....	15
Арипова М.Х., Маткаримов З.Т., Даутов Б.Б. Керамические плитки для полов на основе местного сырья и отходов промышленности .....	21
Турдиев Д.Ш. Составы и свойства материалов для коррозионностойкой керамики с повышенными термомеханическими свойствами .....	24
Шамадипова Н.Э., Жалилов А., Атакузиев Т.А. Свойства композиций на основе отработанного активированного оксида алюминия .....	28

#### ХИМИЯ И ТЕХНОЛОГИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Пирназарова Н. Б., Якубов У.М., Шахидоятлов Х.М. Синтез пиперазида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбонной кислоты и реакция его с аминами .....	32
Балтабаев У.А., Джураев А.Д., Талжиева Х.С. Синтез производных бензонитрокарбаматов .....	35
Эшмаматова Н.Б., Холликов А.Ж., Акбаров Х.И. Синтез новых олигомеров со свойствами ингибиторов коррозии металлов .....	39
Ziyadullaev O.E. Fenilatsetilen va metilzopropilketon asosida neft va neft mahsulotlari mikroorganizmlariga qarshi antikorroziya bioingibitor sintezi .....	42

#### ТЕХНОЛОГИИ ПОЛИМЕРНЫХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Фозиллов С.Ф., Саидхмедов Ш.М., Мавланов Б.А., Хамидов Б.Н. Получение привитых сополимеров на основе низкомолекулярного полиэтилена и гилана и их применение в качестве депрессорных присадок для дизельных топлив .....	46
Нуркулов Ф.Н., Бекназаров Х.С., Нуралиев У. М., Джалилов А.Т. Синтез и свойства полисульфидного каучука .....	49
Муродов М.М. Новая технология получения карбоксиметилцеллюлозы и возможности ее применения .....	52
Нурметов Т.Ш. Обеспечение огнезащитных свойств материалов из хлопка .....	56

#### ЭКОЛОГИЯ

Барханджян А.Л., Салыков Т.А. Проблемы утилизации аккумуляторного лома .....	58
------------------------------------------------------------------------------	----

#### ПРОЦЕССЫ И АППАРАТЫ, УПРАВЛЕНИЕ, МОДЕЛИРОВАНИЕ

Djugaev X.F., Xabibov F.YU., Yamaletdinova M.F., Abduraxmonov O.R. Qishloq xo'jalik xom ashyolarini quritish bosqichigacha qayta ishlash va quritishning poanaviy uslublari .....	60
Калаидаров Д.А. Силикагели - как адсорбенты для выделения нефтяных кислот .....	63

#### ХИМИКО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ

Нурмуродов С.Д., Раёулов А.Х. Исследование мелкодисперсных порошков тугоплавких металлов .....	66
------------------------------------------------------------------------------------------------	----

#### ПИЩЕВАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Турабджанов С.М., Куатбеков Н.А., Сатаева Ж.И. Получение сорбита на модифицированных никелевых катализаторах .....	69
Рахмонов К.С., Исабаев И.Б., Атамуратова Т.И. Биотехнологические свойства пшеничных заквасок спонтанного брожения .....	72
Xasanova D.T., Asqarov I.R., To'xtaboyev N.X. Pivo mahsulotlarini tif tn bo'yicha sinflash va kodlashning inson salomatligini saqlashdagi ahamiyati hamda kimyoviy analizlar .....	76

## Kimyo va kimyo texnologiyasi

### ilmiy-texnikaviy jurnal

2003 yili tashkil etilgan  
Bir yilda 4 marotaba chop etiladi

# СИНТЕЗ ПИПЕРАЗИДА ХИНАЗОЛИНОН-4-ИЛ-2-ТИОКАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ И РЕАКЦИЯ ЕГО С АМИНАМИ

Н.Б. ПИРНАЗАРОВА, У.М. ЯКУБОВ\*, Х.М. ШАХИДОЯТОВ\*

Каршинский государственный университет

\*Институт химии растительных веществ АН РУз им. С.Ю. Юнусова

Maqolada 2-metilxinazolon-4 ni oltingugurt va piperazin bilan Vilgerodt-Kindler reaksiyasi natijasida xinazolon-4-il-2-tiokarbon kislotasining piperazidi hosil bo'lishi, uni anilin va morfolin bilan qayta amidlash reaksiyasi o'rganilgan.

Изучено взаимодействие 2-метилхиназolon-4 с серой и пиперазином по реакции Вильгеродта-Киндлера. Осуществлено переамидирование полученного пиперазида хиназolon-4-ил-2-тиокарбонoвой кислоты под действием анилина и морфолина.

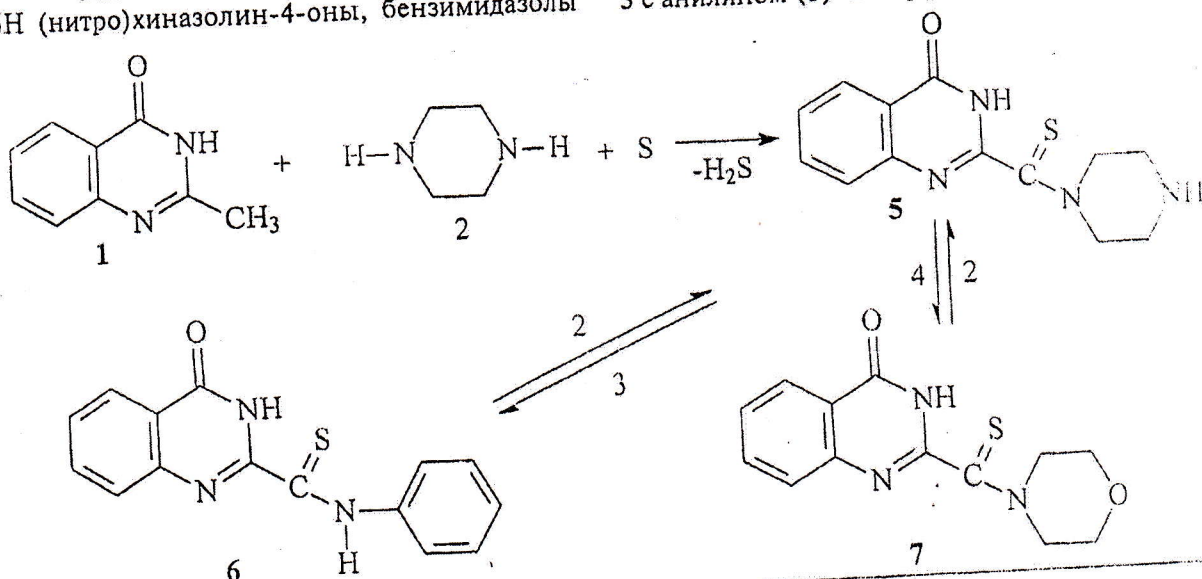
Interaction 2-methylquinazolone-4 with sulfur and piperazine on Vilgerodt-Kindler reaction investigated. It is carried out remediation received piperazinyl quinazoline-4-il-2-thiocarbonate under action aniline and morpholine.

Удобный и одностадийный способ получения арил-, гетерилтиоамидов ароматических и гетероциклических соединений, в том числе хиназolon-4-ил-2-тиокарбонoвых кислот по Вильгеродту-Киндлеру, широко используется в органическом синтезе [1-3].

Ранее нами было показано, что 2-метил-, 6Н (нитро)хиназолин-4-оны, бензимидазолы

реагируют с серой и аминами (анилин, толуидин, морфолин, пиперидин), приводя к соответствующим тиоамидам [4-8].

В данной работе приводим полученные нами результаты по взаимодействию 2-метилхиназолин-4-она (1) с пиперазином (2) и серой, а также реакции полученного пиперазида 5 с анилином (3) и морфолином (4).



Было обнаружено, что 2-метилхиназолон-4-ил (1) реагирует с серой и пиперазином основанием (2) при сплавлении при 175-185°C в отсутствие растворителей и приводит к пиперазиду хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5). Протекание реакции в относительно жестких условиях объясняется относительно большей основностью пиперазина.

При взаимодействии анилида и морфолида хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (6, 7), полученных соответственно из соединения 1 и анилина (3) или морфолина (4) в присутствии серы, с пиперазином (2) образуется пиперазид хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5). В свою очередь пиперазид хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты под действием анилина или морфолина подвергается переамидированию, образуя анилид или морфолид хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (6 или 7 соответственно).

Строение синтезированных соединений подтверждено данными ИК-спектров. В ИК-спектре соединения 5 имеется полоса поглощения карбонильной группы ( $C=O$ ) при  $1682\text{ см}^{-1}$ , полоса поглощения  $N_1=C$  - связи проявляется при  $1589, 1682\text{ см}^{-1}$ . При  $3355$  и  $3302\text{ см}^{-1}$  наблюдаются полосы поглощения  $N^1-H$  и  $NH$ -группы пиперазинового цикла. Для валентных колебаний  $C=S$  - группы имеются полосы поглощения при  $1237, 1332, 1368\text{ см}^{-1}$ .

#### Методика

ИК-спектры сняты на спектрометре ИК-Фурье Система 2000 в вазелине. Чистота продуктов и ход реакции контролировали методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254. Проявитель: УФ свет. Температура плавления полученных соединений определяли на приборе Ботуса.

2-Метилхиназолон-4-он (1) получен по методу [9].

Реакция Вильгеродта-Киндлера 2-метилхиназолон-4-она (1).

Синтез пиперазида хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5)

Смесь 1,6 г (0,1 моль) 2-метилхиназолон-4-она, 1,72 г (0,02 моль) пиперазина и 0,96 г (0,3) серы нагревали 11 часов на масляной бане при температуре 175-185°C. К реакционной смеси, охлажденной до 50-60°C, добавляли 100 мл метанола, оставляли на ночь. Выпавшие кристаллы отфильтровали, промывали спиртом и сушили. Выделили 1,2 г (45%)

пиперазида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5) с  $T_{пл} = 238-240^\circ\text{C}$ ,  $R_f = 0,33$  (хлороформ:метанол=10:1).

ИК-спектр:  $\nu_{C=O} = 1682\text{ см}^{-1}$ ,  $\nu_{NH} = 3355\text{ см}^{-1}$ ,  $\nu_{C-N} = 1589\text{ см}^{-1}$ ,  $\nu_{C-S} = 1237, 1368\text{ см}^{-1}$

Взаимодействие анилида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты с пиперазином (Синтез 5)

Смесь 0,2 г (0,7 ммоль) анилида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (6) и 0,07 г (0,8 ммоль) пиперазина нагревали 3 часа на масляной бане при температуре 145-155°C. Затем к реакционной смеси добавляли 50 мл метанола и кипятили в течение 10-15 минут. Горячую смесь профильтровали и фильтрат оставили в холодильнике на ночь. Выпавший осадок отфильтровали, промывали спиртом, затем водой и сушили. Выход пиперазида хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5) составляет 0,1 г (52%).  $T_{пл} = 238-240^\circ\text{C}$ ,  $R_f = 0,33$  (хлороформ:метанол=10:1).

Переамидирование морфолида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты с пиперазином (Получение 5)

Смесь 0,1 г (0,36 ммоль) морфолида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (7) и 0,04 г (0,46 ммоль) пиперазина нагревали 1,5 часов на масляной бане при температуре 135-145°C. Смесь кипятили с 30 мл метанола в течение 20 минут, профильтровали в горячем виде и фильтрат оставили в холодильнике в течение 1 часа. Выпавший осадок отфильтровали, промывали спиртом, водой и сушили. Выделили 0,04 г (40%) пиперазида хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5).  $T_{пл} = 238-240^\circ\text{C}$ ,  $R_f = 0,33$  (хлороформ : метанол = 10 : 1).

Взаимодействие пиперазида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты с анилином.

(Синтез 6).

Смесь 0,1 г (0,36 ммоль) пиперазида хиназолинон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5) и 0,034 г (0,36 ммоль) анилина нагревали 3 часа на масляной бане при температуре 165-175°C. К реакционной смеси добавляли 20 мл метанола и кипятили в течение 10 минут. Горячую смесь профильтровали и фильтрат оставили при комнатной температуре 12 часов. Выпавший осадок отфильтровали, промывали спиртом, водой и сушили.

Выход анилида хиназолон-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (6) составляет 0,065 г (65%).  $T_{пл} = 259-261^\circ\text{C}$ ,  $R_f = 0,83$  (бензол :ацетон = 1:1).

Переамидирование пиперазида хиназолин-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты с морфолином  
(Синтез 7)

Смесь 0,1 г (0,36 ммоль) пиперазида хиназолин-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (5) и 0,04 г (0,46 ммоль) морфолина нагревали 1,5 часов на масляной бане при температуре 135-150°C. Затем к смеси добавляли 30 мл

метанола и кипятили 15 минут. Смесь в горячем виде профильтровали и фильтрат оставили холодильнике в течение часа. Выпавший осадок отфильтровали, промывали спиртом, водой и сушили. Выделили 0,06 г (70 %) морфолида хиназолин-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты (7).  $T_{пл} = 276-277^\circ\text{C}$ .  $R_f = 0.85$  (бензол:ацетон=1:1).

БИБЛИОГРАФИЯ

1. Петров К.А., Андреев Л.Н. Синтез тиаминов // Успехи химии. - Москва, Вып. 38, 1969. - С. 41-64.
2. Чулахин О.Н., Пушкарева З.Б., Коношка З.Ю., Подгорная М.И. Синтез и свойства тиохинальдинаминов // Журн. орг. хим., 1965, Т. 1, Вып. 4. - С. 772-777.
3. Чулахин О.Н., Пушкарева З.Б., Дариенко Е.П. Исследование реакции производных хинальдина. Синтез и свойства некоторых бис- $\alpha$ -тиохинальдинаминов // Журн. орг. хим., 1963, Т. 33, Вып. 7. - С. 2401-2407.
4. Шахидоятов Х.М., Эгамов Д.И., Аскарлов И.Р. Синтез хиназолин-4-ил-2-тиоаминов и их химическое превращение // Узб. хим. журн., 1997, № 6. - С. 26-29.
5. Якубов У.М., Пирназаров Н.Б., Мирзаматова Ш.Т., Шахидоятов Х.М. Синтез и биологическая активность гетероциклических тиаминов // Интеграция образования науки и производства в фармации: Материалы науч.- практ. конф. - Ташкент, 2007. - С. 206.
6. Якубов У.М., Мирзаматова Ш.Т., Эгамов Д.И., Осмонов З.С., Шахидоятов Х.М. Синтез и химическое превращение бензимидазолил-2-тиокарбоновой кислоты // Химия и химическая технология, 2007, № 4. - С. 13-15.
7. Пирназарова Н.Б., Мамажонов Ж.Ш., Якубов У.М., Тилолов О.Ч., Мирзаматова Ш.Т. Синтез и переамидирование пиперазида хиназолин-4-ил-2-тиокарбоновой кислоты // Актуальные проблемы очистки нефти и газа от примесей различными физико-химическими методами: Респ. науч.-практ. конф. Караганда, 2011. - С. 173-174.
8. Пирназарова Н.Б., Якубов У.М., Эгамов Д.И., Осмонов З.С., Шахидоятова Х.М. Синтез и химическое превращение 6-нитро-хиназолин-4-ил-2-тиоаминов // Химия и химическая технология, 2011, № 2. - С. 25-27.
9. Bhattalargya V.R. 2-Methylchinazolon-4 // J. Indian. Chem. Soc., 1927, V. 6. - P. 283-285.