СИНТЕЗ МОНОМЕРЫ НА ОСНОВЕ БЕНЗИМИДАЗОЛА И БЕНЗОТРИАЗОЛА

Таджиева Шахноза Абдувалиевна
Ташкентский химико-технологический институт д-р тех. наук (PhD),
Республика Узбекистан, г Ташкент
E-mail: tshah84@mail.ru
Максумова Ойтура Ситдиковна
Ташкентский химико-технологический институт д-р хим. наук, профессор,
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: omaksumovas@mail.ru

Аннотация. В данной статье приводятся результаты синтеза новых мономеры на основе бензимидазола и бензотриазола с акриловой кислоты. Синтез указанного мономеры осуществляли путем взаимодействия бензимидазол, бензотриазола с акриловой кислоты при температуре 80-90 ºС в среде органического растворителя. Определены *физико-химические свойства полученного мономера.* Изучено влияния различных факторов (природа растворителей, соотношение реагентов, температуры, продолжительность реакции на выход мономерных продуктов. С увеличением природы растворителя в ряду этанол, диметилформамид и соотношении исходных реагентов 1:1 выход мономера увеличивается и составляет 80%. Структура синтезированного мономера подтверждена методом ИК-спектроскопии.

Ключевые слова: бензимидазол, бензотриазол, акриловая кислота, мономер, ИК-спектр, термогравиметрия, азотсодержащий соединений**.**

Аннотация. Ушбу мақолада акрил кислотасидан бензимидазол ва бензотриазол асосида янги мономерлар синтези натижалари келтирилган. Кўрсатилган мономернинг синтези бензимидазол, бензотриазолнинг акрил кислотаси билан 80-90 оС ҳароратда органик эритувчи муҳитида ўзаро таъсири орқали амалга оширилди. Олинган мономернинг физик-кимёвий хоссалари аниқланди. Мономер маҳсулотлар унумига турли омиллар (эритувчилар табиати, реагентлар нисбати, ҳарорат, реакция давомийлиги) таъсири ўрганилди. Этанол, диметилформамид қаторида эритувчи табиати ортиши билан ва дастлабки реагентлар нисбати 1:1 бўлганда мономер унуми ортади ва 80% ни ташкил этади. Синтез қилинган мономернинг тузилиши ИҚ-спектроскопия усулида тасдиқланди.

Калит сўзлар: бензимидазол, бензотриазол, акрил кислотаси, мономер, ИҚ-спектр, термогравиметрия, азот сақловчи бирикмалар.

ISSN 3030-3907

Abstract. This article presents the results of the synthesis of new monomers based on benzimidazole and benztriazole from acrylic acid. The synthesis of the indicated monomer was carried out by the interaction of benzimidazole, benztriazole with acrylic acid at a temperature of 80-90°C in an organic solvent medium. The physicochemical properties of the obtained monomer were determined. The influence of various factors (solvent nature, reagent ratio, temperature, reaction duration) on the yield of monomer products was studied. With an increase in the nature of the solvent in the ethanol, dimethylformamide series and a 1:1 ratio of the starting reagents, the monomer yield increases and is 80%. The structure of the synthesized monomer was confirmed by IR spectroscopy.
Keywords: benzimidazole, benztriazole, acrylic acid, monomer, IR spectrum, thermogravimetry, nitrogen-containing compounds.

Введение

Бензимидазола и бензотриазола производные представляют большой интерес как в теоретическом, так и практическом отношении. Области применения этих соединений весьма разнообразен. Новые направления использования производных бензимидазола открылись в связи с возможностью их применения в качестве регуляторов роста растений.

С этой целью изучены способы получения ряда азотсодержащих гетероциклов, а именно, бензимидазола и бензотриазола.

Авторы исследовали производных бензимидазола в качестве фунгицидов. Показано, что эффективность некоторых соединений почти в два раза превышает фунгицидные свойства известных препаратов на основе карбендазима. Среди производных 2-аминобензимидазола наиболее известен метиловый эфир 2-бензимидазолил карбаминовой кислоты, который получил достаточно широкое применение в качестве фунгицида для зерновых культур. Процесс гидролиза карбендазима на 2-аминобензимидазол, углекислый газ и метанол можно описать следующей схемой [1].

Изучен процесс нитрования N-пикрил-бензимидазола и свойства моно- и динитропроизводных. Получены 1-пикрил-5,6-динитробензимидазол и 1-пикрил-5,6-динитробензотриазол, представляющие интерес как энерго емкие соединения [3; с.71-73].

Авторы проанализировали влияние структуры некоторых производных бензотриазола, содержащих фенольные, бензильные и бензилоксибензильные группы на их биологическую активность. Исследована токсичность и цитогенетическая активность шести производных бензотриазола: 4-(1-Н-бензотриазолилметил) фенол, 1-бензил-бензотриазол, 1-[4-(бензилокси)-бензил]-1Н-бензотриазол, 1-[2-(бензил-окси)бензил]-1-Н-бензотриазол для Alliumfistulosum. Показано, что соединения имеющие ОН- и бензилные

ISSN 3030-3907

группы в пара положении более токсичны. В зависимости от строения вещества блокирована пролиферативная активность на разных стадиях митоза. Приведены данные, показывающие влияние структуры синтезированных соединений на их биологические свойства [22; с.219].

В работе приведены биологические характеристики, механизм действия и структурная активность производных бензотриазола [3]. Показано, что бензотриазол-6-карбоновая кислота ингибируют CPLA2 и оказывают существенное противовоспалительное действие. Противовоспалительное активность уменьшалась, когда карбоксил бензотриазольный каркас был заменен на карбоксилиндол или карбоксилбензимидазол остаток.

Основания Манниха N-(α-аминоалкил)бензотриазолы имеют множество применений в органическом синтезе, они также используются в качестве летучих ингибиторов коррозии для черных и цветных металлов [4-7].

Материалы и методы

В качестве объектов исследований выбраны: бензимидазол, бензотриазол, акриловая кислота, которые очищались по известным методикам [8].

Бензимидазол - C7H6N2, белые кристаллы; M=118,14 г/моль. Имеет температуру плавления 170—172oC. Хорошо растворяется в спирте, ацетоне 1,2,3-Бензотриазол (азимидобензол) - C6H5N3. Белые кристаллы игольчатой формы. Хорошо растворяется в спирте, бензоле, толуоле, метаноле, в воде практически нерастворим. M=119,13 г/моль. Имеет температуру плавления 96—98,5oC.

Акриловая кислота (пропеновая кислота, этенкарбоновая кислота) - CH2=CH−COOH марки «х.ч» сушили над прокаленным сульфатом магния и очищали перегонкой в вакууме.:Ткип=141oC; ρ=1,0511 г/см3.

N,N -диметилформамид (ДМФА) – марки «ч» сушили оксидом бария и очищали перегонкой (ТУ 2636-056-05761637-2005). Ткип=153°C; Тпл=−61°C; d420 =0,9445 г/см3; nD20=1,43.

Методика получения мономера. Реакцию синтеза проводили в среде органических растворителей при температуре 80-90oC в течение 3-5 час. Синтез мономера осуществляли в стеклянном реакторе, представляющий собой коническую колбу, снабженную обратным холодильником и магнитной мешалкой. Мономеры (1 моль) растворяли в диметилформамиде (100 мл). Затем реакционную смесь перемешивали в течение 5 минут при комнатной температуре. 1 моль акриловой кислоты (АК) с 0,1 г гидрохиноном (качестве ингибитора полимеризации) добавляли по каплям и

ISSN 3030-3907

содержимое в колбе перемешивали 5 часов при 80 °С. Охлаждали до комнатной температуры. После охлаждения выпадали светло желтые кристаллы. Выпавшие кристаллы из реакционной смеси были выделены фильтрацией. Кристаллический продукт промывали водой. Синтезированный продукт представляет собой белое кристаллическое вещество. Выход 80%.

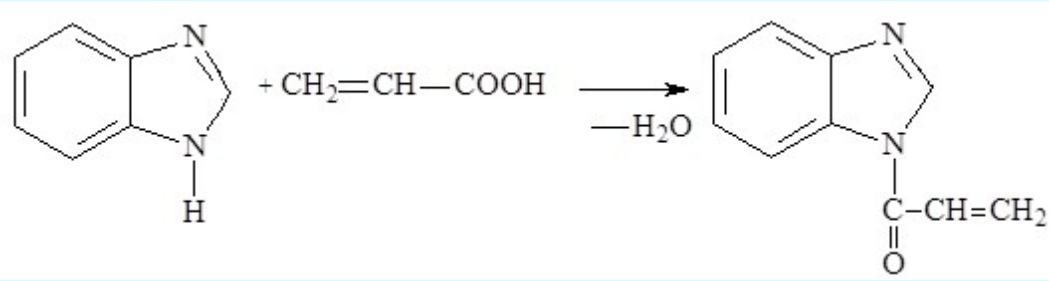
ИК-спектры снимали на спектрометре “Spectrum two FT-IR Spectrometr” (PerkinElmer Spectrum IR Version 10.6.1, США, 2019) в комплекте с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) MIRacle-10 с призмой diamond/ZnSe (спектральный диапазон по шкале волновых чисел - 4000÷400 см-1; разрешение 4 см-1, соотношение сигнал шум - 60.000:1; скорость сканирования - 20 спектров в секунду).

Термоаналитические исследования синтезированного продукта проводились на приборе Netzsch Simultaneous Analyzer STA 409 PG (Германия), с термопарой К-типа (LowRGSilver) и алюминиевыми тиглями. Все измерения были проведены в инертной азотной атмосфере со скоростью потока азота 50 мл/мин. Температурный диапазон измерений составлял 25-370о С. Количество образца на одно измерение 5-10 мг. Измерительная система калибровалась стандартным набором веществ KNO3, In, Bi, Sn, Zn.

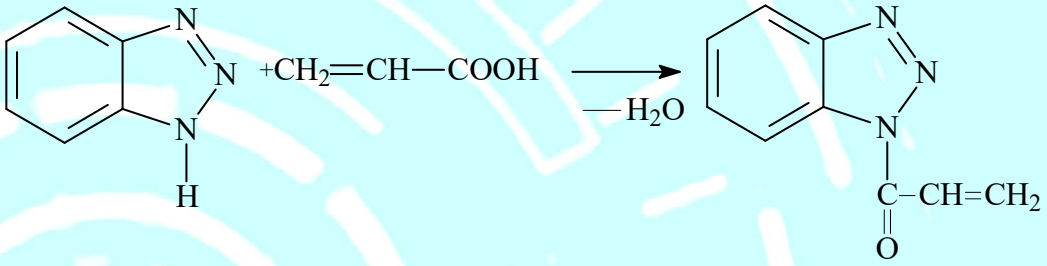
Температуру плавления синтезированных соединений определяли на нагревательном столике «Boetius» (Германия). Чистоту продуктов контролировали методам тонкослойной хроматографии SilufolUV-254 в системе бензол, метанол 3:1

Результаты и обсуждение

В данной работе представлены результаты процесса получения и исследования азотсодержащих гетероциклических соединений бензимидазол, бензотриазола с акриловой кислотой. Реакции взаимодействия бензимидазола и бензотриазола с акриловой кислотой можно описать представить следующими схемами:



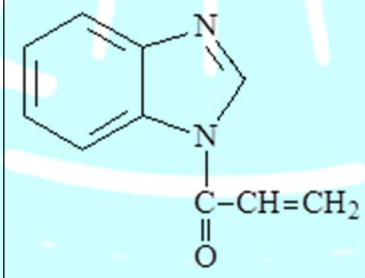
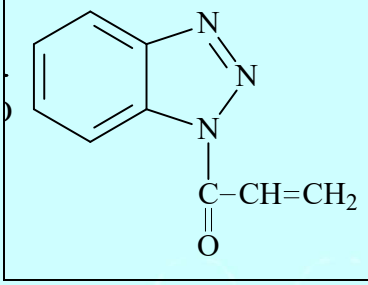
ISSN 3030-3907



Синтезированный мономер хорошо растворяется в органических растворителях. Для выявления оптимальных условий синтеза, исследовано влияние температуры, продолжительности реакции и соотношения взаимодействующих реагентов. Исследованием влияния указанных факторов на реакцию взаимодействия бензотриазола с акриловой кислотой установлено оптимальное условие процесса: соотношение исходных реагентов 1:1, температура 80 °С, продолжительность реакции 5 час.

Физико-химические характеристики синтезированной мономеры приведены в таблице 1

Таблица -1

Формула синтезированного соединения	**Брутто формула**	**Агрегат-ное состо-яние**	**Мол. масса**	**$T_{пл}$, °C**	**Растворяется в**
	$C_{10}H_8N_2O$	Белые кристаллы	172	274	воде, ДМФ, ацетоне
	$C_9H_7N_3O$	Белые кристаллы	173	279	этаноле, ДМФ, ацетоне

Структура синтезированного мономера идентифицирована ИК-спектральным анализом (рис.1).

ISSN 3030-3907

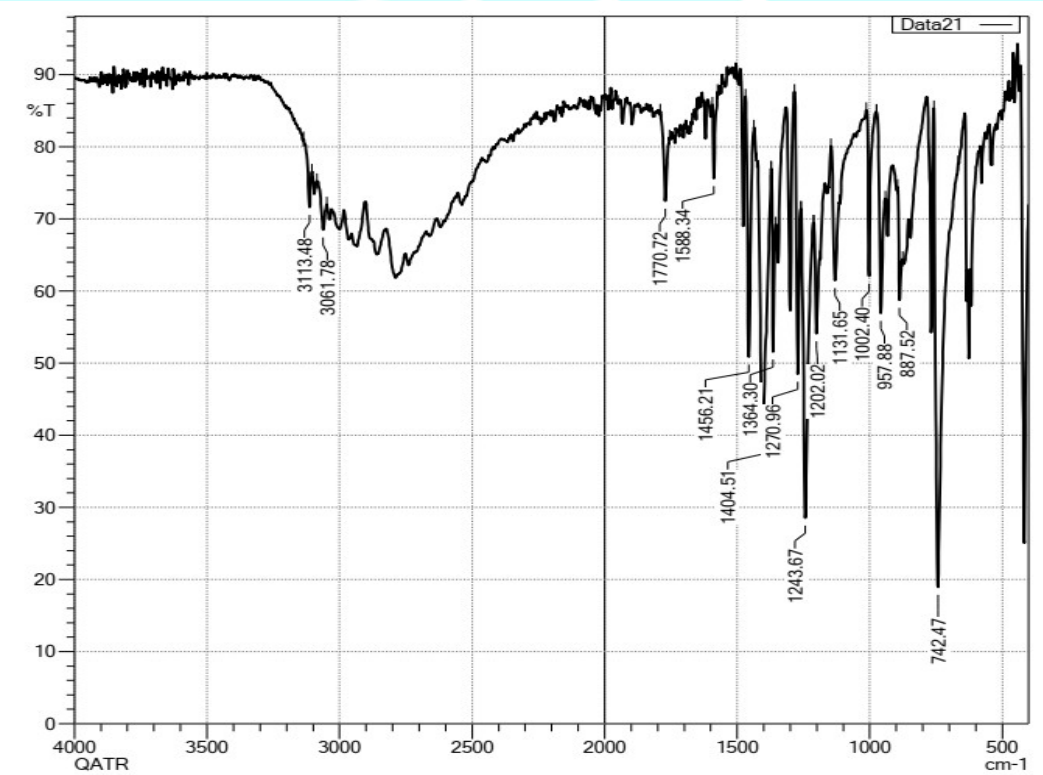


Рисунок 1. ИК-спектр мономера на основе бензимидазол с акриловой кислотой

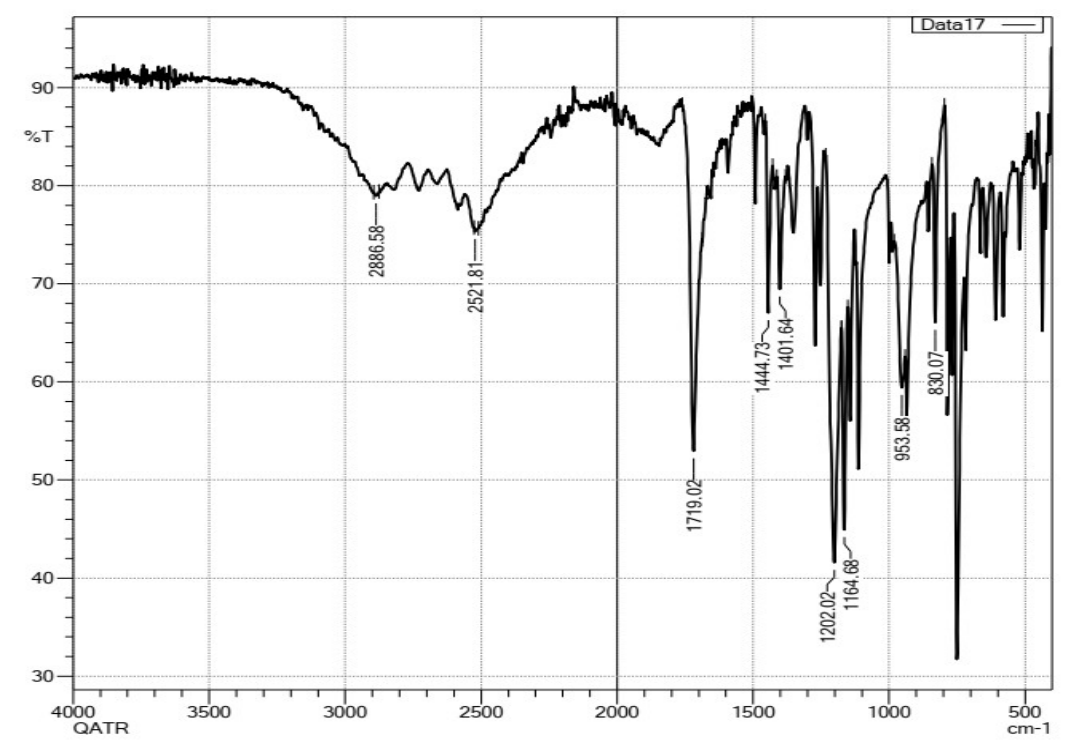


Рисунок 2. ИК-спектр мономера на основе бензотриазола с акриловой кислотой

Как видно из рисунка, в ИК-спектре синтезированного мономера БТАК наблюдаются полосы поглощения валентных колебаний (-C=O-) групп в области 1720 $см^{-1}$. Характеристические полосы поглощения -N=N- групп находятся в области 1457 $см^{-1}$, валентные колебания двойных связей -C=C-

ISSN 3030-3907

групп при 1622 $см^{-1}$, валентные колебания C-N и -N-C=O- групп соответственно при 1146 $см^{-1}$, 620 $см^{-1}$.

Также, термические свойства изучены с использованием термогравиметрического анализа.

Заключение

Таким образом, исследован процесс синтеза новых **азотсодержащих акриловых мономеров** на основе бензимидазол и бензотриазола с акриловой кислотой. Структура синтезированного мономера подтверждена методом ИК-спектроскопии. Изучено влияние температуры на процесс получения синтезированной мономер бензимидазол, бензотриазол с акриловой кислоты природы, температуры на выход реакционных продуктов. Выход мономера составляет 80%.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРА

1. Р. Д. Давлетов (н.с.), Г. Е. Чикишева (к.х.н.), Р. Н. Галиахметов (д.т.н., нач. отдела). //Поиск экологически менее вредных фунгицидов в ряду производных бензимидазола. Башкирский химический журнал. 2010. Том 17. № 2. –С.28-32.

2. Nyi Nyi Aung, Htu Miat KoKo, Veselova E.V., Yudin N.V.D. Mendeleev University of Chemical Technology of Russia. Nitrationofn-picryl-benzimidasole. Том: 32 № 10 (206), Год: 2018. –С. 71-73.

2. Е.С. Селезнева, Э.А.Валиева, Е.И. Теньгаев, З.П.Белоусова. Роль структуры ксенобиотика в развитии биологического ответа на примере производных бензотриазола. Вестник СамГУ- Естественнонаучная серия. 2012. № 3/1(94) 219.

3. Aniket D., Shubhangi M., Gajanan S. Benzotriazole Derivatives and Its Pharmacological Activity. //International journal in pharmaceutical sciences. Vol 1, Issue 12, 948-957. 2023. DOI: 10.5281/zenodo.10443937

4. Хоанг Д.К., Гайдар С.М., Коноплев В.Е., Ле Д.М., Буй Н.Ф., Фам Ч.Т.. Синтез и свойства 4-((бензотриазол-1-ил) (фенил)метил)морфолина/ Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2022. Т. 65. Вып. 2. С. 39-49, 17.12.2021 DOI: 10.6060/ivkkt.20226502.6474

5. Reshetnikov S.M., Lubnin A.N., Kanunnikova O.M., Aksenova V.V., Muhgalin V.V., Solovyev A.A., Altsybeeva A.I., Ladyanov V.I. Effect of mechanoactivation on the corrosion inhibitor efficiency of 1-phenyl-1-cyclohexylmethyl-benzotriazole. //IJRDO-Journal of Applied Science, 3(11), 32-51. 2017 y. https://doi.org/10.53555/as.v3i11.1391

6. Altsybeeva A.I., Burlov V.V., Fedorova N.S., Reshetnikov S.M. Volatile inhibitors of atmospheric corrosion of ferrous and nonferrous metals. Int. J. Corros.

ISSN 3030-3907

Scale Inhib. V. 2. N 4. P. 277-286. 2013 y. DOI:10.17675/2305-6894-2013-2-4-277-286

7. Алцыбеева А.И., Бурлов В.В., Кузинова Т.М., Палатик Г.Ф., Федорова Н.С. Летучие ингибиторы атмосферной коррозии черных ir цветных металлов. /Ч.2. О прогнозировании эффективности летучих ингибиторов атмосферной коррозии стали (на примере оснований Шиффа и Манниха). Коррозия: материалы, защита. №10. 2009. С. 25-29

8. Куксёнок В.Ю., Штрыкова В.В. Лабораторный практикум по органической химии. Томского политехнического университета, 2023. –131 с.

9. Таджиева Ш.А., Максумова О.С., Таджиева Г.А., Маткаримова Н.С. СИНТЕЗ БЕНЗОТРИАЗОЛ 1N-АКРИЛОВОЙ КИСЛОТЫ Universum: химия и биология**:** научный журнал. – № 11(137). Часть 3., М., Изд. «МЦНО», 2025. – 72 с. – Электрон. версия печ. публ. – http://7universum.com/ru/nature/archive/category/11137

ISSN 3030-3907