

Относительная погрешность при сопоставлении расчетных и опытных данных колеблется в пределах 5–8%.

Анализ полученных экспериментальных данных показывает, что оптимальными параметрами для тепловой обработки компотов в таре СКО 1-82-3000 являются: температура 140 и 150⁰С и скорость воздушного потока 6,5-8,5м/с.

Библиографический список:

1. Флауменбаум Б.Л. Основы консервирования пищевых продуктов, -М. : Легкая и пищевая промышленность, 1972.-260с.
2. Сборник технологических инструкций по производству консервов. Т-2, -М.: Легкая и пищевая промышленность, 1977.
3. Ахмедов М.Э. Интенсификация технологии тепловой стерилизации консервов «Компот из яблок» с предварительным подогревом плодов в ЭМП СВЧ // Известия вузов. Пищевая технология, 2008, № 1. – С. 15-16.
4. Ахмедов М.Э., Исмаилов Т.А. Прогреваемость консервов при стерилизации в потоке нагретого воздуха // Продукты длительного хранения, 2007, № 2. – С. 9-10.
5. Мурадов М.С. Изыскание высокотемпературных режимов ротационной стерилизации консервов в потоке воздуха: Дис...канд. техн. наук. – Одесса, 1978.
6. Ахмедов М.Э., Исмаилов Т.А. Математическое планирование эксперимента при ротационной стерилизации консервов в потоке нагретого воздуха // Хранение и переработка сельхозсырья, 2009, № 1. – С.
7. Ахмедов М.Э., Шихалиев С.С., Суракатов С.С., Рахманова М.М. Высокотемпературная ротационная стерилизация компотов // Пищевая промышленность, 2009, № 7. – С.30-31.

УДК 547.789.9

Абакаров Г.М.

МЕТОДЫ СИНТЕЗА БЕНЗОСЕЛЕН(ТЕЛЛУР)АЗОЛОВ, 1,5-БЕНЗОТЕЛЛУРАЗЕПИНОВ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ

Abakarov G. M.

METHODS OF SYNTHESIS BENZOSELENIUM(TELLURIUM)AZOLES, 1,5-BENZOTELLURAZEPINES AND THEIR DERIVATIVES

В данной статье рассмотрены методы получения бензоселен(теллур)азолов, 1,5-бензотеллуразепинов и их производных.

Ключевые слова: селен, теллур, бис(аминофенил)дителлурид, 2-иодфенилизоцианид, вторичные и циклические амины, дифениламин, морфолин.

In this article receiving methods benzoselenium(tellurium)azoles, 1,5-benzotellurazepines and their derivatives.

Key words: selenium, tellurium, bis(aminophenil)ditellurid, 2-iodfenilizotsianid, secondary and cyclic amines, diphenylamine, morfolin.

1. Бензохалькогеназолы

Химия халькогенорганических соединений является важным и интенсивно развивающим направлением элементарной органической химии. Мощным стимулом для столь интенсивных исследований является разнообразие важных и полезных свойств этих

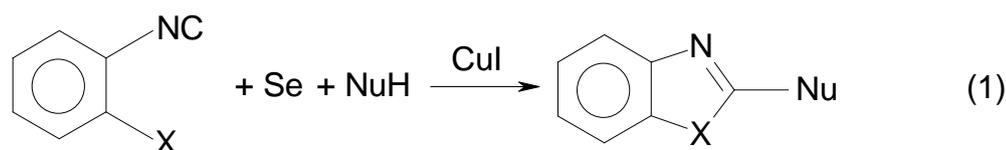
соединений. Интерес синтетиков к разработке методов синтеза разноразмерных гетероцикловосодержащих в структуре атомы элементов селена и теллура закономерен, так как это может привести к получению веществ с «неожиданным» и высокоэффективным характером биологических свойств. Известно, что бензотиазолы довольно широко применяются в сфере медицины и промышленности.

Бензотиазольное кольцо – важный каркас фармакологически активных соединений [1], цианиновых красителей [2] флуоресцентных [3] и фотохромных [4] соединений.

На основе бензодиазепинов созданы эффективные психотропные препараты, которые широко используются в медицинской практике. Круг органических соединений селена представляет интерес с точки зрения фармакологии и за последнее время значительно расширен, причем в существенной степени за счет синтеза селензамещенных аналогов биологически активных и природных соединений (адриамицин, эпселен и 5-арилселензамещенные урацилы).

Многие теллурорганические соединения также обладают биологической активностью, достаточно напомнить тот факт, что препарат АС-101 [трихлор(оксиэтилен-о,о)теллуриат аммония] обладает мощной иммуномоделирующей активностью и используется для лечения и СПИДа. В научной литературе имеется большое количество работ, посвященных исследованиям бензохалькогеназолов, бензоазепинов, но методы синтеза достаточно сложны. Например, известно, что наиболее часто используемый метод конструирования бензотио (селен) азольного цикла является реакция цинковых солей бис[о-аминофенилтио(селената)] с соответствующими хлорангидридами карбоновых кислот [6]. Однако этот метод не применим к получению 2-гетерозамещенных бензоселеназолов и бензотеллуразолов.

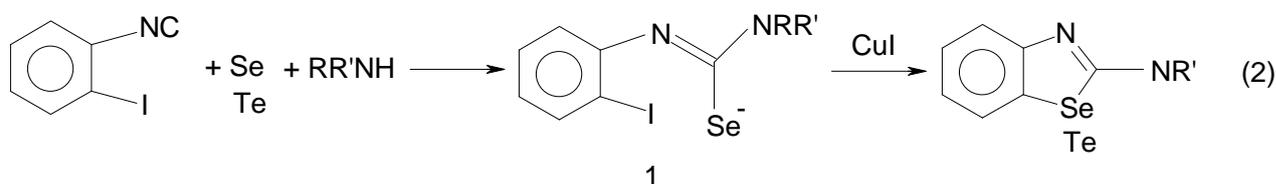
Новым высокоэффективным методом синтеза бензоселен(теллур)азолов, содержащих гетероатомные заместители NRR' , OR , SR во втором положении может служить реакция 2-иодфенилизотиоцианида с селеном и теллуrom (1) [7]. Реакция катализируется CuI и происходит в присутствии нуклеофильных реагентов (вторичных и циклических) аминов.



$X = \text{Br}, \text{I}$

$\text{NuH} = \text{RR}'\text{ROH}, \text{RSH}$

Изучение механизма этой реакции показало, что прекурсором бензоселен(теллур)азолов является соответствующий селенолят или теллурият. Роль CuI – ускорение процесса циклизации. Таким образом, был предложен путь реакций, включающий $SNAg$ механизм, т.е. (селено, теллуро)имидоилирование из ацианилидов, приводящее к соединению (1), и последующая циклизация, приводящая к конечному продукту. Это реакция (2).



Вместо аминов в реакции (2) можно использовать пиперидид лития, полученный по

реакции (3) таблица 1.

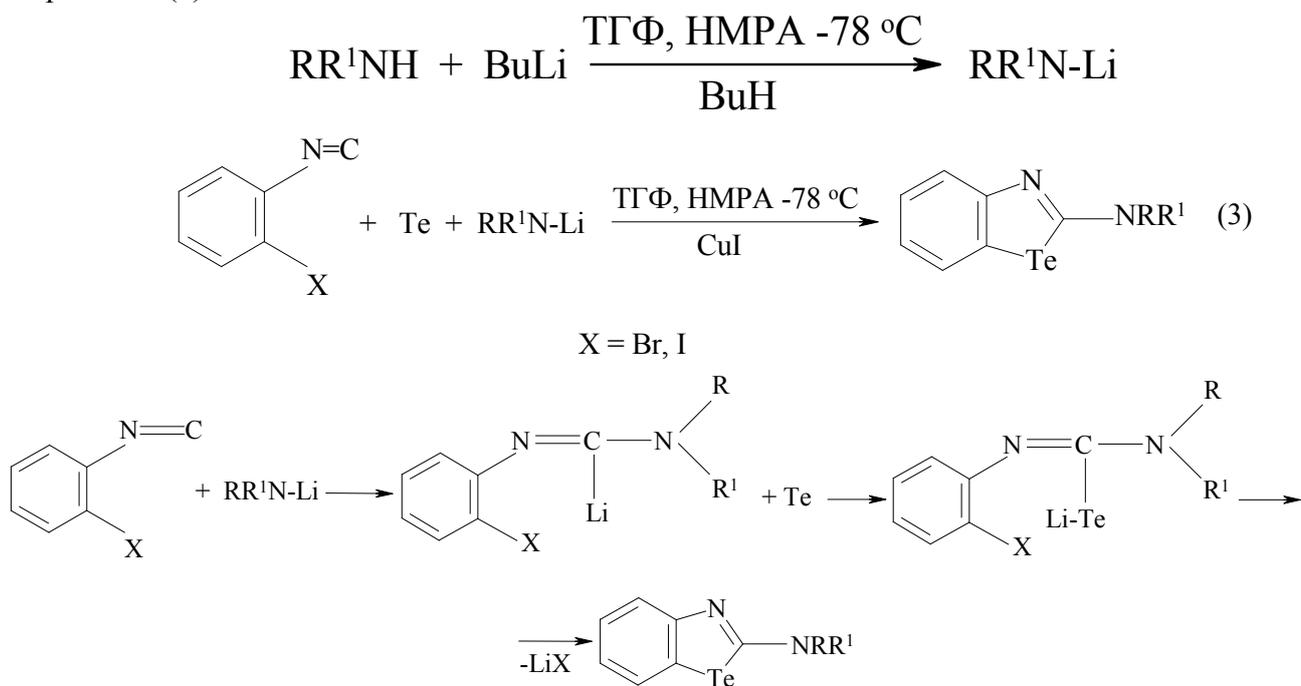
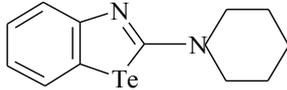
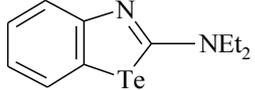
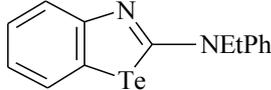
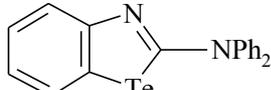


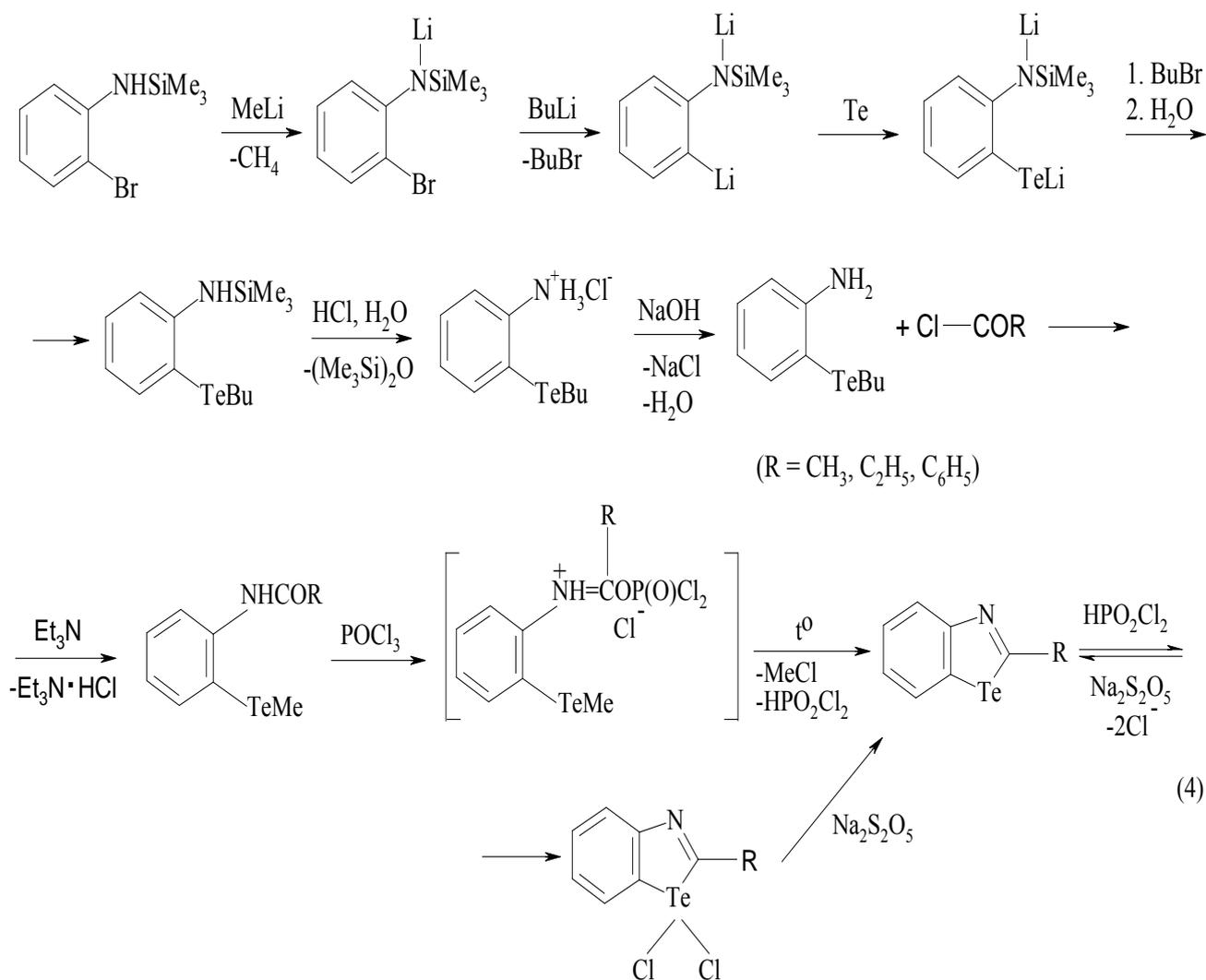
Таблица 1 - Производные бензотеллуразолов

	Продукт	Выход
1. 		75%
2. Et ₂ NH		31%
3. EtPhNH		53%
4. Ph ₂ NH		65%

2-(1-Пиперидил)-1,3-бензотеллуразол ЯМР ¹H (400 MHz, CDCl₃), δ, м.д.: 1,67 (ш.с, 6H), 3.50 (ш.с, 4H), 6.83-6.87 (м, 1H), 7.23-7.27 (м, 1H), 7.56-7.60 (м, 2H); ЯМР ¹³C (100 MHz, CDCl₃), δ, м.д.: 24.6; 25.6; 52.5; 120.6; 120.8; 126.7; 130.3 (*J*_{Te-C} = 15.7 Hz), 159.8; 164.3. ИК (KBr), $\bar{\nu}$ /см⁻¹: 2931, 1515, 1436, 1199, 751 см⁻¹. Найдено, %: C = 45.75; H = 4.36; N = 8.81. C₁₂H₁₄N₂Te. Вычислено, %: C = 45.92; H = 4.50; N = 8.93.

Следует отметить, что при получении бензотеллуразолов, в отличие от бензоселеназолов, выход конечного продукта существенно зависит от строения вторичных аминов, объемные заместители у атома азота (например изопропильные группы) не приводят к продукту реакции.

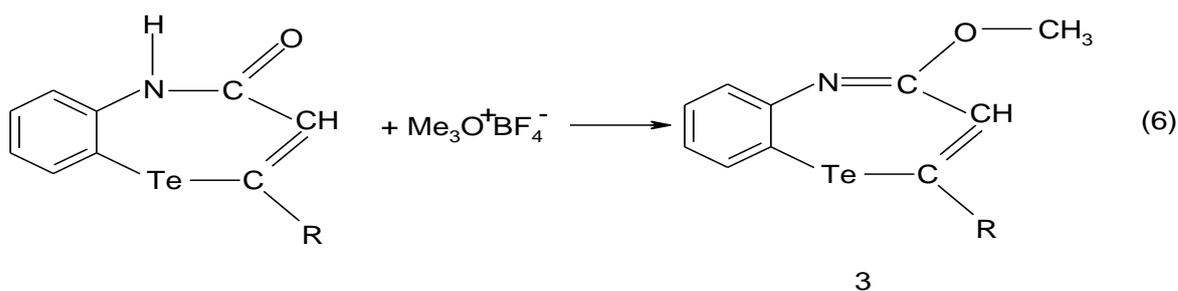
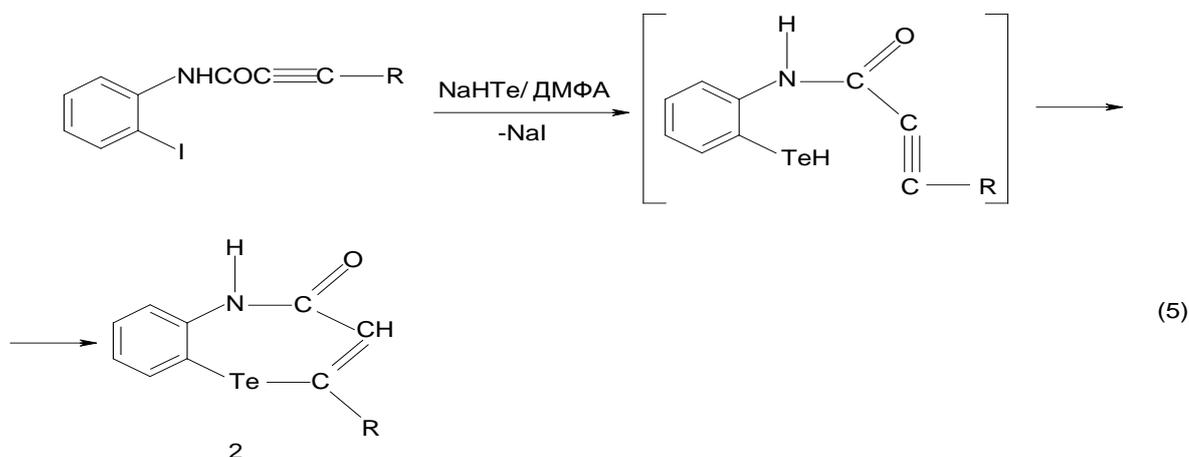
Одним из перспективных методов синтеза 2-алкилбензотеллуразолов является метод с использованием в качестве исходного соединения N-триметилсилил-2-броманилина, синтез которого был осуществлен по следующей схеме (4)



Простота получения 2-бутилтеллуранилина, по сравнению с ранее описанным синтезом 2-этилтеллуранилина [8], свидетельствует о преимуществе этого метода. Строение 2-бутилтеллуранилина доказано ЯМР¹ Н спектроскопией. В спектре этого соединения помимо протонов бутильной группы (м, 9Н, 0.88-2.77 м.д.) и ароматических протонов (м, 4Н, 6.45-7.58 м.д.) при 5.18 м.д.(с, 2Н) наблюдается сигнал протонов аминогруппы. Для 2-метилбензотеллуразола ЯМР¹ Н (м, 4Н, 8.10-6.95 м.д. – аромат.протоны) 2.76 м.д. (с, 3Н, CH₃).

2.1,5-Бензотеллуразепины

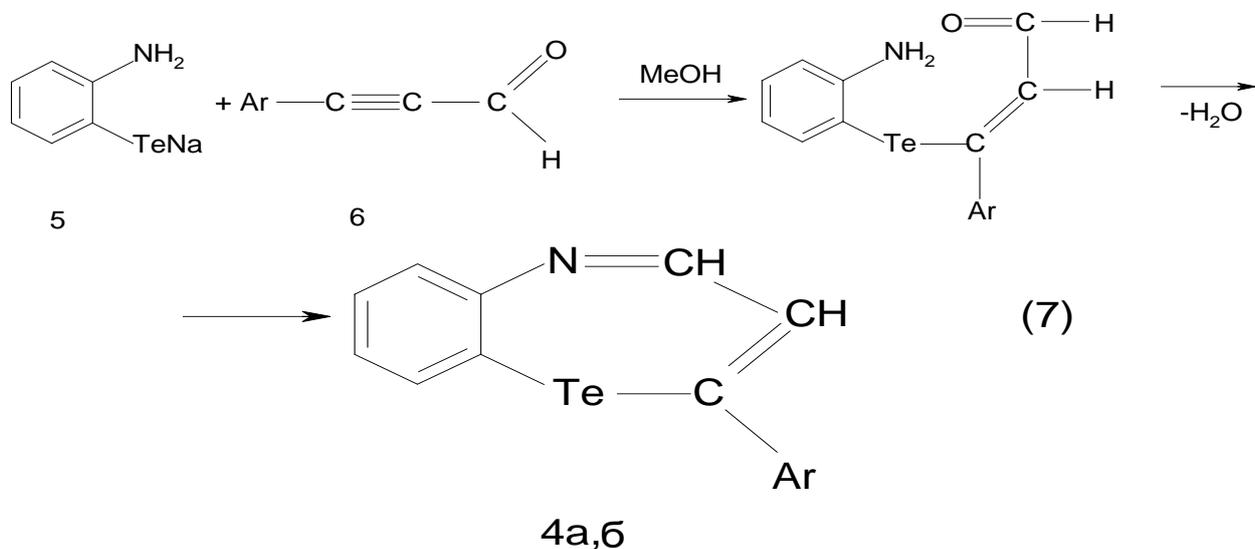
Первые представители 1,5-бензотеллуразепинов были получены трехстадийным синтезом, исходя из 2-иодбензойной кислоты [9]. Взаимодействие последней с труднодоступным азидом дифенилфосфиновой кислоты приводит к 2-иодфенилизотиоцианату, реакция которого с различными этинилмагнийбромидами в ТГФ дает 2-иодпропиониланилиды. Обработка этих соединений NaTeH, полученным из теллура и NaBH₄ и ДМФА позволяет получать 2-R-1,5-бензотеллуразепин-4-оны. Взаимодействием полученного соединения 2 (5) с борфторидомтриметиллоксония были синтезированы 2-R-4-метокси-1,5-азепиноны 3(6)



R=But, Ph

В дальнейшем был предложен одnoreакторный метод синтеза 2-арил-1,5-бензотеллуразепинонов 4 (7) [10].

Эти соединения 4 а,б были получены с выходом 40-50% реакцией нуклеофильного присоединения 2-аминофенилтуллурилат аниона 5 с пропаргильовым альдегидом 6 в метаноле. Альтернативный механизм реакции – первоначальное образование Шиффа с последующим присоединением группы TeNa^+ по тройной связи маловероятен учитывая высокую нуклеофильность туллурилат анионов и большие скорости присоединения этих анионов по активированным тройным связям (7).



Ar=Ph(a),₄-CH₃-C₆H₄(б)

В ЯМР1 Н спектре 4 а наблюдается дублет дублетов протонов в положениях 3,4 при 7.19-8.0 м.д. ($J_{HH}=3.81$ Гц) и мультиплет ароматических протонов при 6.60-7.38 м.д.

Библиографический список:

1. Mortimer C.G., Wells G., Croshard J.P., Stone E.L., Bradshaw T.D., Stevens M.F.G., Westwell A.D.//J. Med.Chem.2006. 49, P.179-185.
2. Santos P.F., Reis L.V., Almeida P., Serano J.P., Oliveira A.S., Ferreira L.F.//J.Photochem.Photobiol.A.2004,163,P.263-269.
3. Costa S.P.G., Ferreira J.A.,Rirsch G., Oliveira – Campos A.M.F.// J.Chem.Res.1997, P.314-315.
4. Heynderickx A., Guglielmetti R., Dubest R., Aubard J., Samat A. // Synthesis. 2003, P.1112-1116.
5. Albeck M., Tamari T., Sredni B. // Synthesis.1989,№8, P.635-636.
6. Bogert M.T., Still A.// J.Am.Chem.Soc.1927, 49, P.2011-2016/
7. Fujiwara S., Asanuma Y., Shin-ike T. and Kambe N. // J.Org.Chem. 2007,72, P.8087-8090.
8. Mbyl M., Evers M., Tihange G., Luxen A., Christiaens L. //J. Tetr. Lett. 1983, V24, №52, P.5873-5876.
9. SashidaH.//Heterocycles. 1998,48,P.631-634.
10. Sadekov I.D., Minkin B.I. //Advances in Geterocyclic Chemistry.2001,V79,P.23-24.