

UOT 547.47

## TETRATSİKLODODESİL-3-BENZOAT EFİRİNİN SİNTEZİ

M.K.Məmmədov, V.S.Yusifli, C.H.İsmayılova, İ.R.Səfərova, X.Q.Qurbanova

AMEA-nın akad.Y.Məmmədəliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu  
Az 1025 Bakı, Xocalı prospekti, 30; e-mail: [markazmamedov@mail.ru](mailto:markazmamedov@mail.ru)

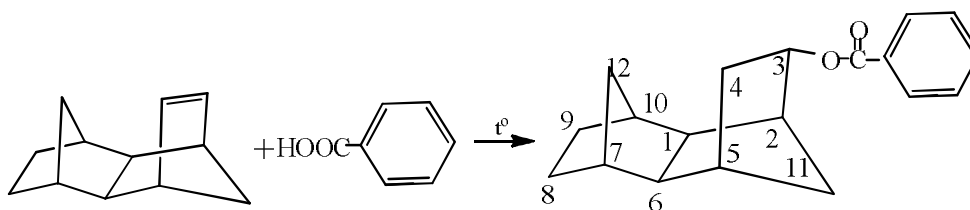
Məqalədə nano-TiO<sub>2</sub> (20-22nm) katalizatoru iştirakı ilə ditsiklopentadienlə norbornenin qarşılıqlı təsirindən tetratsiklo[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]dodes-3-en alınmış və ona termiki üsulla benzoy turşusu birləşdirilərək nəticədə 75.8% tetratsiklo[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]dodesil-3 benzoat efiri sintez edilmişdir. Birləşmənin xassələri öyrənilmiş, quruluşu isə İQ və NMR <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C üsulları ilə təsdiq edilmişdir. Sintez olunan tetratsiklobenzoat efiri Azərbaycan Dövlət Tibb Universitetinin „Mikrobiologiya və immunologiya” kafedrasında sınaqdan keçirilmiş və akt təsdiq olunmuşdur. Sübut edilmişdir ki, tetratsiklododesilbenzoat efiri 10 dəqiqə ərzində „kandida” və „qızılı stefilakok” göbələklərini məhv edir.

**Açar sözlər** : benzoy turşusu, ditsiklopentadien, tetratsiklododesil-3-benzoat efiri, benzilbenzoat

Məlumdur ki, benzoy turşusunun benzil spirti ilə əmələ gətirdiyi benzilbenzoatdan təbabətdə mikrob əleyhinə geniş istifadə edilir [1]. Bunu nəzərə alaraq biz benzoy turşusunun politsiklik efirlərinin alınması sahəsində tədqiqatlar aparmışıq. Bu məqsədlə bitsiklik və tritsiklik olefinlərə : norbornenə, ditsiklopentadienə benzoy turşusunu birləşdirərək müvafiq efirlər sintez edilmiş və onların mikrobioloji xassələri tədqiq olunmuşdur [2.3].

Biz eyni zamanda tetratsiklo-[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]dodesil-3 benzoat (TTDDB) efirini sintez etmişik. TTDDB efirini tetratsiklo[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]-dodekan-3-olun benzoy turşusu ilə efirləşməsindən almışıq [4].

Təqdim olunan məqalədə biz işin texnologiyasını sadələşdirmək üçün tetratsiklo[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]des-3-enə [TTDD] benzoy turşusunun (BT) termiki üsulla birləşdirilməsi reaksiyasını öyrənmiş, nəticədə tetratsiklo[4.4.1]dodes-3-il-benzoat [TTDDB] efiri sintez etmişik :



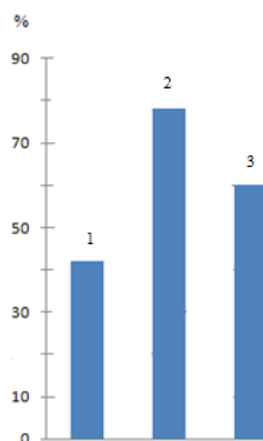
İlkin birləşmə tetratsiklo[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]-des-3-en ditsiklopentadienin (DTPD) norbornenlə (NB) kondensləşməsindən sintez edilmişdir. Reaksiyada nano-TiO<sub>2</sub> (20-22 nm) katalizatorundan istifadə edilmiş və nəticədə 92.8% TTDD alınmışdır [5].

TTDD-ə BT-un birləşdirilməsi reaksiyasını katalizatorsuz, termiki üsulla aparmışıq. Reaksiyanın optimal şəraitini tapmaq üçün ilkin birləşmələrin

mol.nisbətələrini (1-1; 3), temperaturu (100-150 °C) və vaxtın (2-5 saat) TTDDB efirinin çıxımına təsiri öyrənilmişdir.

Aparılan tədqiqatlar nəticəsində reaksiyanın optimal şəraiti tapılmışdır, o aşağıda göstərilmişdir :

temperatur – 120°C, ilkin maddələr: TTDD : BT nisbətləri 1:1 mol,vaxt 4 saat. Alınan nəticələr şəkil 1-də göstərilmişdir :



**Şəkil 1.** TTDDDB-in çıxımına təsir edən amillər: temperatur (1), maddələrin (TTDD və BT-nun) mol nisbətləri (2) və vaxtın (3) təsirləri.

Şəkil 1-dən görüldüyü kimi TTDDDB efirinin ən yüksək çıxımı aşağıdakı göstərilən amillərin təsiri nəticəsində əmələ gəlmişdir :

temperatur - 120 °C

ilkin maddələr :

TTDD : BT nisbətləri 1:1 mol

Vaxt – 4 saat

Reaksiyanın tapılmış bu optimal şəraitində TTDDDB efirinin çıxımı 75.8% olmuşdur, onun fiziki-kimyəvi göstəriciləri təyin edilmiş, onlar belədir :

qaynama temperaturu : 170-175

°C/1mm.c.süt

$n_D^{20}$  - 1.0982

$n_D^{20}$  - 1.5232

Eterifikasiya yolu ilə sintez olunmuş TTDDDB-in fiziki-kimyəvi xassələri aşağıdakı kimidir :

qaynama temperaturu : 174-175 °C/1 mm.c.süt.,  $n_D^{20}$  1.0974,  $n_D^{20}$  1.5238

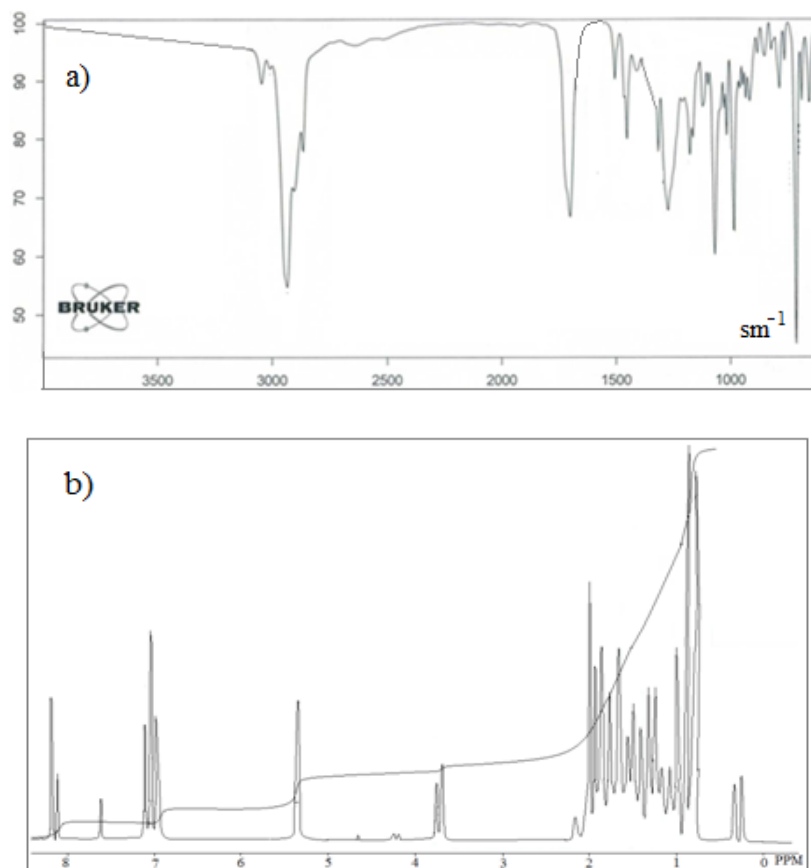
Alınmış hər iki üsulla efiləşmə və TTDD-ə BT-un birləşmə üsulu ilə alınmış TTDDDB efirini xromatografik üsulla eyni olduğu təsdiq edilmişdir.

Sintez edilmiş benzoat efiri özlü şəffaf zəif xarakterik iyli birləşmədir.

Birləşmənin İQ və NMR  $^1\text{H}$  və  $^{13}\text{C}$  spektrləri çəkilmiş və quruluşu təsdiq edilmişdir. İQ spektrdə şəkil.2a-da udulma zolaqları müəyyənləşdirilmişdir:  $141\text{ sm}^{-1}$  –CH həlqədəki rabitə,  $1454, 1496\text{ sm}^{-1}$  -  $\text{CH}_2$  qrupunun deformasiya rabitəsi,  $602\text{ sm}^{-1}$  benzol həlqəsində –HC = CH– əlaqəsi,  $1718\text{ sm}^{-1}$  C = O qrupunun rabitəsi,  $2973\text{ sm}^{-1}$   $\text{CH}_2$  qrupunun valentlik rəqsi,  $3063\text{ sm}^{-1}$  benzol həlqəsindəki -C-C- qrupunun CH rabitəsi.

Sintez edilmiş efirinin benzoat efirinin NMP  $^1\text{H}$  üsulu ilə analizindən şəkil 2b-də kimyəvi sürüşmələri müəyyən edilmişdir: 7.4 t, 8.3d benzol həlqəsindəki hidrogen rabitəsi, 5.4 s, birləşmənin ekzo-quruluşunda hidrogen rabitəsi, 3.7 t isə tetratsiklododesilobenzoatın endo-hidrogen rabitələrini təsdiq edir. 0.75–2.0 d və t-lər molekulda dodesil həlqələrində olan hidrogen əlaqələrini göstərir.

Sintez olunan tetratsiklobenzoat efiri Azərbaycan Dövlət Tibb Universitetinin „Mikrobiologiya və immunologiya” kafedrasında sınaqdan keçirilmiş və akt təsdiq olunmuşdur. Sübut edilmişdir ki, tetratsiklododesilbenzoat efiri 10 dəqiqə ərzində „kandida” və „qızılı stafilokok” göbələklərini məhv edir.



Şəkil 2. Tetratsiklododesilbenzoatın (a) İQ və NMR H<sup>1</sup> (b) spektrləri.

### TƏCRÜBİ HİSSƏ

Sintez olunmuş tetratsiklik quruluşlu benzoat efirinin təmizlik dərəcəsi xromatoqrafik üsulla təyin olunmuşdur. Bu məqsədlə qaz-maye LXM-8MD xromatoqrafından istifadə olunmuşdur. Sorbent olaraq 10% kütləyə malik polietilenqlikol-suksinat tətbiq olunmuşdur.

Sintez olunmuş tetratsiklik benzoat efirinin təmizlik dərəcəsi 97.5-99.5 % təşkil edir. İQ-spektrlər Almaniyanın „Bruker” firmasında ALPHA İQ ”Furye” spektrometrində çəkilmişdir.

Reaksiya efirləşmə üsulu ilə Din-Stark qurğusunda aparılmışdır. Tetratsiklododes-3-enə benzoil turşusunun birləşdirilməsi reaksiyası avtoklavda aparılmışdır.

TTDD və onun əsasında sintez olunan TTDDDB efirinin sintezini paslanmayan poladdan hazırlanmış, ağzı möhkəm bağlanmış ampulada aparmışıq. Reaksiya müddəti qurtardıqdan sonra alınan birləşməni vakuum altında qovmuş və məqsədli maddəni sintez etmişik.

Tetratsiklododes-3-en ditsiklopentadienin norbornenlə qarşılıqlı təsiri reaksiyasından alınmışdır. Məqalədə istifadə olunan ilkin maddələrin fiziki-kimyəvi xassələri aşağıda göstərilmişdir. Onlar ədəbiyyatda göstərilənlərə uyğun gəlir[6.7].

1. Tetratsiklododes-3-en  $T_{qay}$  95-96 °C/11,  $d_4^{20}$  1.0045,  $n_D^{20}$  1.5181

2. Benzoil turşusu,  $T_{er}$  – 122.5 °C,  $d_4^{20}$  1.266,  $n_D^{20}$  1.5397

### ƏDƏBİYYAT

1. Преображенский Н.А., Э.И.Генин. Химия органических лекарственных веществ. Москва. 1953, 592с.

2. Məmmədov M.K., Səfərova İ.R., İsmayılova C.H. Bitsiklo[2.2.1]hept-2-enin və onun əsasında bitsiklo[2.2.1]heptil-2-benzoat

efirinin sintezi. // *Kimya problemləri*. 2014, № 3, s. 233-239.

3.Məmmədov M.K., Səfərova İ.R., İsmayılova C.H., Yusifli V.S. Tritsiklo- [5.2.1.0<sup>2,6</sup>]des-3-en-8-ilbenzoat efirinin sintezi. // *Kimya problemləri*. 2015, № 3, s. 272-277.

4.Məmmədov M.K., Səfərova İ.R., İsmayılova C.H., Kərimova F.S., Salmanova Ç.Q. Politsikloalkilbenzoatların sintezi. // *Azərbaycan Kimya Jurnalı*. 2014, № 2, s.104-108.

5. Mamedov M.K., Mamedova X.M., Mahmudova Ə.G., Kadyrly B.S. Sintez

тетрациклододецена и его метилзамещенного производного. // *Азерб.Хим. журнал*. 2013, № 4, с. 96-100.

6. Mamedov M.K., Rasulova P.A., Velieva S.A. Синтез акрилатов на основе тетрациклододецена и его метилпроизводного. // *Журнал Прикладной Химии*. 2012, том 85, вып.2, с.341-344.

7. Краткий справочник по химии. И.Т.Торновский, Ю.П.Назаренко, Е.Ф.Некряч. Киев: Наукова Думка. 1974.

## REFERENCES

1.PREOBRAZHENSKIY N.A., JE.I.GENIN. HIMIYA ORGANICHESKIH LEKARSTVENNYH VESHHESTV [CHEMISTRY OF ORGANIC MEDICAL SUBSTANCES]. MOSCOW. 1953, 592 p.

2. MAMEDOV M.K., SAFAROVA I.R., ISMAYLOVA DJ.G. SYNTHESIS OF BICYCLOHEPT-2-ENE BASED ON BICYCLO-HEPTYL-2 BENZOATE. *KIMYA PROBLEMLƏRI – CHEMICAL PROBLEMS*. 2014, NO. 3, PP. 233-239. (IN AZERBAIJAN).

3.MAMEDOV M.K., SAFAROVA İ.R., İSMAILOVA DJ.H., YUSIFLI V.S. SYNTHESIS OF TRICYCLO[5.2.1.0<sup>2,6</sup>]DES-3-EN-8-ILBENZOATE. *KIMYA PROBLEMLƏRI – CHEMICAL PROBLEMS*. 2015, NO. 3, PP. 272-277. (IN AZERBAIJAN).

4. MAMEDOV M.K., SAFAROVA I.R., ISMAYILOVA DJ.G., KERIMOVA F.S., SALMANOVA DJ.G. SYNTHESIS OF POLYCYCLOALKILBENZOATES. *AZƏRBAYCAN KİMYA JURNALI - AZERB.CHEM.JOURNAL*. 2014, NO.2, PP.104-108.

5.MAMEDOV M.K., MAMEDOVA H.M., MAHMUDOVA JE.G., KADYRLY V.S. SYNTHESIS OF TETRACYCLODELOSENE AND ITS METHYL-SUBSTITUTED DERIVATIVE. *AZƏRBAYCAN KİMYA JURNALI - AZERB.CHEM.JOURNAL*. 2013, NO. 4, PP. 96-100.

6. MAMEDOV M.K., RASULOVA R.A., VELIEVA S.A. . SYNTHESIS OF ACRYLATES ON THE BASIS OF TETRACYCLODODESENE AND ITS METHYL DERIVATIVE. *ZHURNAL PRIKLADNOI KHIMII -THE RUSSIAN JOURNAL OF APPLIED CHEMISTRY*. 2012, VOL. 85, NO.2, PP.341-344.

7. KRATKIY SPRAVOCHNIK PO HIMII [QUICK REFERENCE ON CHEMISTRY]. KIEV: NAUKOVA DUMKA. 1974.

### SYNTHESIS OF TETRACYCLODECYL-3 BENZOATE

M.K.MAMMADOV, V.S.YUSIFLI, J.H.ISMAILOVA, I.R.SAFAROVA, KH.G.GURBANOVA

Y.H.MAMEDALIYEV INSTITUTE OF PETROCHEMICAL PROCESSES OF THE NASA  
KHOJALI PR., 30, BAKU AZ1025, AZERBAIJAN REPUBLIC; E-MAIL: [markazmamedov@mail.ru](mailto:markazmamedov@mail.ru)

THE REACTION OF NORBORNENE AND DICYCLOPENTADIENE INTERACTION IN THE PRESENCE OF NANO-TiO<sub>2</sub> (20-22 NM) CATALYST AND RESULTANT PRODUCTION OF TETRACYCLO[[4.4.1<sup>2,5</sup>.1<sup>7,10</sup>.0<sup>1,6</sup>] DODESENE, AS WELL AS THERMAL ADDITION OF THE LATTER TO BENZOIC ACID WITH SYNTHESIS OF TETRACYCLODODECYL -3-BENZOATE WITH 75,8% YIELD HAVE BEEN ANALYZED. PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES OF THE COMPOUND EXAMINED AND ITS STRUCTURE IDENTIFIED BY MEANS OF IR AND NMR <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C ANALYSIS METHODS. NOTE THAT SYNTHESIZED TETRACYCLOBENZOATE TESTED IN THE AZERBAIJAN STATE MEDICAL UNIVERSITY, CHAIR OF "MICROBIOLOGY AND IMMUNOLOGY". IT REVEALED THAT TETRACYCLOBENZOATE DESTROYS FUNGI OF "CANDIDA" AND "GOLDEN STAPHYLOCOCCUS" GENUS WITHIN 10 MINUTES.

KEYWORDS: BENZOIC ACID, DICYCLOPENTADIENE, TETRACYCLODECYL-3 BENZOATE

**СИНТЕЗ ТЕТРАЦИКЛОДОДЕЦИЛ-3-БЕНЗОАТА**

**М.К.Мамедов, В.С.Юсифли, Дж.Г.Исмайлова, И.Р. Сафарова, Х.Г. Гурбанова**

ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ИМ АКАД. Ю МАМЕДАЛИЕВА  
НАЦИОНАЛЬНОЙ АН АЗЕРБАЙДЖАНА  
AZ 1025 БАКУ, ПР.ХОДЖАЛЫ, 30; E-MAIL: [markazmamedov@mail.ru](mailto:markazmamedov@mail.ru)

Изучена реакция взаимодействия норборнена и дициклопентадиена в присутствии катализатора нано-TiO<sub>2</sub> (20-22 нм) с получением тетрацикло[4.4.1<sup>2.5</sup>.1<sup>7.10</sup>.0<sup>1.6</sup>]додец-3-ена, а также термическое присоединение последней к бензойной кислоте с синтезом тетрациклододецил-3-бензоата с 75.8% выходом. Изучены физико-химические свойства, а структура доказана ИК- и ЯМР <sup>1</sup>H, <sup>13</sup>C методами анализа. Синтезированный тетрациклобензоат испытан в Азербайджанском Государственном Медицинском Университете на кафедре „Микробиология и иммунология” и подтвержден актом. Доказано, что тетрациклобензоат уничтожает грибы рода „Кандида” и „Золотистый стафилококк” в течение 10 минут:

**Ключевые слова:** бензойная кислота, дициклопентадиен, тетрациклододецил-3-бензоат.

*Redaksiyaya daxil olub 28.05.2016.*