

March 2018

## SYNTHESIS AND INVESTIGATION OF PROPERTIES OF DERIVATIVES OF 2-CHLOROPHENYL-AZO- (21-METHYL-51-ISOPROPYL-41-ALLYLPHENOL)

Abdukhamid Gofurovich MAKHSUMOV

*Tashkent chemical-technological Institute, Uzbekistan, Maxsumov@mail.ru*

Abdumalik Azizovich BRAGIMOV

*Tashkent chemical-technological Institute, Uzbekistan, lbragimov@umail.uz*

Nailya Gennadijevna VALEEVA

*Tashkent State Technical University named after Islam Karimov, Uzbekistan, valeevang2017@list.ru*

Shirin Khazhyevna SHOMURADOVA

*Tashkent State Pedagogical University named after Nizami, Uzbekistan, Shirin@mail.ru*

Follow this and additional works at: <https://uzjournals.edu.uz/cce>

---

### Recommended Citation

MAKHSUMOV, Abdukhamid Gofurovich; BRAGIMOV, Abdumalik Azizovich; VALEEVA, Nailya Gennadijevna; and SHOMURADOVA, Shirin Khazhyevna (2018) "SYNTHESIS AND INVESTIGATION OF PROPERTIES OF DERIVATIVES OF 2-CHLOROPHENYL-AZO- (21-METHYL-51-ISOPROPYL-41-ALLYLPHENOL)," *Chemistry and Chemical Engineering*: Vol. 2018 : No. 1 , Article 8.

Available at: <https://uzjournals.edu.uz/cce/vol2018/iss1/8>

This Article is brought to you for free and open access by 2030 Uzbekistan Research Online. It has been accepted for inclusion in Chemistry and Chemical Engineering by an authorized editor of 2030 Uzbekistan Research Online. For more information, please contact [brownman91@mail.ru](mailto:brownman91@mail.ru).

## SYNTHESIS AND INVESTIGATION OF PROPERTIES OF DERIVATIVES OF 2-CHLOROPHENYL-AZO- (2<sup>1</sup>-METHYL-5<sup>1</sup>-ISOPROPYL-4<sup>1</sup>-ALLYLPHENOL)

Abdulkhamid Gofurovich MAKHSUMOV (Maxsumov@mail.ru), Abdumalik Azizovich IBRAGIMOV (Ibragimov@umail.uz), Nailya Gennadiyevna VALEEVA (valeevang2017@list.ru), Shirin Khazhyevna SHOMURADOVA (Shirin@mail.ru), Muattar Bahtiyarovna UMAROVA (Umarova@umail.uz)  
 Tashkent chemical-technological Institute, Uzbekistan  
 \*Tashkent State Technical University named after Islam Karimov, Uzbekistan  
 \*\*Tashkent State Pedagogical University named after Nizami, Uzbekistan

A derivative of allyl ether 2-chlorophenyl-azo-(2<sup>1</sup>-methyl-5<sup>1</sup>-isopropyl-4<sup>1</sup>-phenol) was synthesized based on the interaction of allyl chloride with 2-chlorophenyl-azo-(2<sup>1</sup>-methyl-5<sup>1</sup>-isopropyl-phenol-4<sup>1</sup>) in the presence of acetone and potash at a temperature of 75 °C. Coloring ability and bioregulating activity of the obtained preparation are investigated.

Keywords: allyl ether of 2-chlorophenyl-azo-(2<sup>1</sup>-methyl-5<sup>1</sup>-isopropyl-4<sup>1</sup>-phenol); chloride allyl, acetone, potash, coloring activity, polystyrene, biostimulating activity, biotests.

## СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПРОИЗВОДНОГО 2-ХЛОРФЕНИЛ-АЗО-(2<sup>1</sup>-МЕТИЛ-5<sup>1</sup>-ИЗОПРОПИЛ-4<sup>1</sup>-АЛЛИЛФЕНОЛА)

Абдухамид Гофурович МАХСУМОВ (Maxsumov@mail.ru), Абдумалик Азизович ИБРАГИМОВ (Ibragimov@umail.uz), Наиля Геннадиевна ВАЛЕЕВА (valeevang2017@list.ru), Ширин Хажиевна ШОМУРАДОВА (Shirin@mail.ru), Муаттар Бахтияровна УМАРОВА (Umarova@umail.uz)  
 Ташкентский химико-технологический институт, Узбекистан  
 \*Ташкентский государственный технический университет им. И. Каримова, Узбекистан  
 \*\*Ташкентский государственный педагогический университет им. Низами, Узбекистан

Синтезировано производное аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропил-4<sup>1</sup>-фенола) на основе взаимодействия хлористого аллила с 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропил-фенола-4<sup>1</sup>) в присутствии ацетона и поташа при температуре 75 °C. Исследованы красящая способность и биорегулирующая активность полученного препарата.

Ключевые слова: аллиловый эфир 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропил-4<sup>1</sup>-фенола); хлористый аллил, ацетон, поташ, красящая активность, полистирол, биостимулирующая активность, биотесты.

## 2-XLOROFENIL-AZO- (2<sup>1</sup>-METIL-5<sup>1</sup>-ISOPROPIL-4<sup>1</sup>-ALLILFENOL) TERGOVOTLARINING XUSUSIYATLARI SINTEZI VA TEKSHIRISHI

Abduxamid Gofurovich MAXSUMOV (Maxsumov@mail.ru), Abdumalik Azizovich IBRAGIMOV (Ibragimov@umail.uz), Nailya Gennadiyevna VALEEVA (valeevang2017@list.ru), Shirin Xajievna SHOMURADOVA (Shirin@mail.ru), Muattar Bahtiyarovna UMAROVA (Umarova@umail.uz)  
 Toshkent kimyo-texnologiya Instituti, O'zbekistan  
 \* Islom Karimov nomidagi Toshkent davlat texnika universiteti, O'zbekistan  
 \*\* Nizomiy nomidagi Toshkent davlat pedagogika universiteti, O'zbekistan

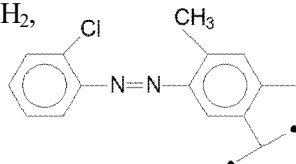
Maqolada 2-xlorofenil-azo- (2<sup>1</sup>-metil-5<sup>1</sup>-izopropil-4<sup>1</sup>-fenol) allil efiri xosilasining sintezi keltiriladi, 2-xlorofenil-azo- (2<sup>1</sup>-metil-5<sup>1</sup>-izopropil-4<sup>1</sup>-fenol) allilhlordini bilan aseton, potash ishtirogida, harorat 75 °C. Olingan moddaning buygich xususiyati va bioregulyar aktivligi o'rganilgan.

Kalit so'zlar: 2-xlorofenil-azo- (2<sup>1</sup>-metil-5<sup>1</sup>-izopropil-4<sup>1</sup>-fenol) allil atomi; xlor allil, aseton, potash, rang berish, polistirol, biostimulyatsiya, biotestlar.

### Введение

Как известно, среди производных тимоловых красителей имеются биологически активные соединения, которые обладают бактерицидной, антимикробной, фунгицидной, пестицидной активностью биостимуляторов для технических культур (растений) и многих др.[1-3] Один из способов получения аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропилфенола-4<sup>1</sup>) реакцией алкилирования (аллилирования) к гидроксильной группе красителя мало изучен.

Интенсивно развивающаяся в XXI веке химия и технология производных эфиров азо-тимоловых соединений привлекает внимание большого числа исследователей как в нашей стране, так и за рубежом. Это связано с одной стороны с теми богатыми возможностями разнообразных химических превращений, которые представляют аллиловые и азотимололиловые группировки в молекулах органических соединений, а с другой стороны ценными для практического использования самих органических соединений с  $-CH_2-CH=CH_2$ ,



и другими фрагментами структуры.

Имеется много примеров [5-7], когда введение аллильной группы приводило к различного рода технико-строительной активности (эмали различной окрасненности), а также биологической способности образования лекарственных препаратов, ингибирования коррозии металлов, лакокрасочных материалов, образования различных активных по  $-CH=CH_2$  реакционных центров, труднодоступных органических и элементарноорганических соединений и т.д. Это объясняется большой красящей активностью за счет хромофорных ( $-CH=CH_2$ ) групп и склонностью к получению ярких оранжевых цветов.

### Объекты и методы исследования

Объектом исследования является производное тимолового красителя, изучение процесса и условий синтеза. ИК-спектральные анализы получены на приборе Spekord-75. Окрашивание полимеров осуществлено по ГОСТ 20-282-04.

### Экспериментальная часть

Получение производного аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропилфенола-4<sup>1</sup>). К 28,9 г (0,1 моль) 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-

Таблица 1

Физико-химические характеристики красителя I

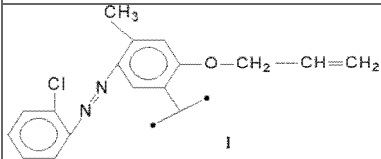


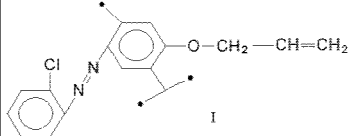
Структурная формула	Выход, %	T <sub>пл.</sub> , °C	R <sub>f</sub>	Брутто формула	Элементный анализ						M <sub>M</sub>
					Вычислено			Найдено			
					C	H	N	C	H	N	
	91	91-92	0,72	C <sub>19</sub> H <sub>21</sub> ClN <sub>2</sub> O	69,40	6,39	8,52	69,31	6,26	8,36	328,5

Таблица 2

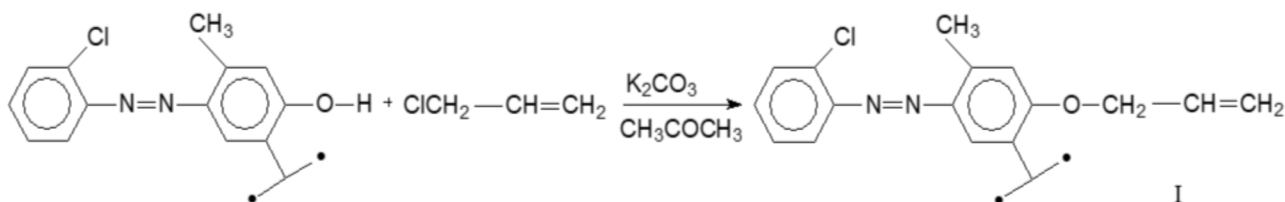
ИК-спектры препарата I

Структурная формула соединения I	ИК-спектры, см <sup>-1</sup>							
	—N=N—	O—CH <sub>2</sub> —	—CH=CH <sub>2</sub>	—CH <sub>2</sub> —	C—Cl	CH <sub>3</sub>		
	1548	1292	1646	1740	730	3030	767	826

метил-5'-изопропил-фенола-4') добавляют 100 мл ацетона, 30,0 г сухого поташа, при перемешивании по каплям добавляют при температуре 70-75 °С 8 мл (0,11 моль) хлористого аллила. Реакционную смесь перемешивают в течении 4 часов. По истечении времени содержимое колбы переносят в делительную воронку, добавляют 150 мл холодной воды, затем 150 мл серного эфира. Эфирный слой выпаривают и сушат. Выпавший окрашенный осадок промывают и хроматографируют на колонке с Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> II степени активности. После сушки получается окрашенный порошок с выходом ≈ 29,9 г (91,1 % от теоретического), T<sub>пл.</sub> = 91-92 °С; R<sub>f</sub> = 0,72; найдено, %: С 69,31; Н 6,26; N 8,36; вычислено для C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>ClN<sub>2</sub>O, % : С 69,40; Н 6,39; N 8,52;

### Результаты и их обсуждение

В ранних исследованиях [3-6] были описаны в основном непредельные эфирные производные азо-тимолов, которые применялись в качестве эмали ПФ-115 в лакокрасочной промышленности. Поэтому, дальнейшее развитие технологии производного аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2'-метил-5'-изопропил-4'-фенола) является чрезвычайно актуальной и перспективной задачей. В связи с этим была осуществлена реакция взаимодействия 2-хлорфенил-азо-(2'-метил-5'-изопропил-4'-фенола) в среде ацетона и сухого поташа в течении 4,0 часов при постоянном перемешивании реакционной смеси при температуре 75 °С по следующей схеме:



Физико-химические характеристики производного аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2'-метил-5'-изопропил-4'-фенола) приведены в табл. 1.

Строение полученного соединения I доказано аналитическими данными и ИК спектроскопией. В ИК спектре (табл. 2) препарата I в области 1548 см<sup>-1</sup> наблюдаются свойственные —N=N— группе полосы поглощения, характеризующие совокупность валентных C—N и других комбинаций, в которых присутствуют узкие полосы.

Кроме того, исследование ИК спектров соединения показало, что наличие полос поглощения валентных колебаний сильной интенсивности в области 1646 см<sup>-1</sup> свидетельствует о присутствии —CH=CH<sub>2</sub> связей.

Краситель I хорошо растворяется в спиртах, кетонах, ДМФА, нитробензоле, нерастворим в воде. Индивидуальность полученного продукта на ТСХ, закрепленном слое Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (II степень чистоты в системе (R<sub>f</sub> = 0,72), (НСООН : СНСl<sub>3</sub> = 0,5 : 0,5).

Краситель использован для окрашивания полистирола УПС (ОСТ 6-05-416-04) и ПСС. Изделия произведены на литьевой машине Мономат-165. Подготовка композиции произведена по следующей методике: компонент загружают в смеситель и перемешивают в течение 10 минут, подготовленная композиция поступает на переработку. Условия изготовления деталей из пластмасс приведены в табл. 3.

Окраска получилась светло-оранжевого цвета. Полученные изделия испытаны на миграцию красителя белой х/б тканью, смоченной

Таблица 3

Условия изготовления деталей из пластмасс

Марка полимера	Текущность см.сек/час	Выдержка		Температура по зонам, °С				
		под давлением	охлаждением	I	II	III	IV	V
Полистирол общего назначения	3-6 ч/10м	20	21	170	180	190	180	190
Полистирол ударопрочный	2-10 ч/10м	17	16	170	180	190	180	190

Таблица 4

Результаты испытаний росторегулирующей способности препарата

Название биостимулятора	Концентрация, %	Всхожесть семян, через 5 дней, %	Рост проростков на 10 день, %	
Биотест томатов				
Производное аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2 <sup>1</sup> -метил-5 <sup>1</sup> -изопропил -4 <sup>1</sup> -фенола)	0,1	80	105,1	114,8
	0,01	80	125,9	127,6
	0,001	80	134,2	129,4
	0,0001	80	130,1	109,3
Контроль, Н <sub>2</sub> О	б/о	70	100,0	100,0
«Рослин»(известный)	0,75	80	101,3	94,3
Биотест огурцов				
Производное аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2 <sup>1</sup> -метил-5 <sup>1</sup> -изопропил -4 <sup>1</sup> -фенола)	0,1	100	110,4	105,9
	0,01	100	121,2	117,6
	0,001	100	122,3	130,3
	0,0001	100	118,6	127,4
Контроль, Н <sub>2</sub> О	б/о	85	100,0	100,0
«Рослин»(известный)	0,75	101,6	103,2	96,7
Биотест хлопчатника				
Производное аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2 <sup>1</sup> -метил-5 <sup>1</sup> -изопропил -4 <sup>1</sup> -фенола)	0,1	100,0	110,7	94,9
	0,01	100,0	114,6	115,3
	0,001	100,0	116,3	117,1
	0,0001	100,0	48,6	105,0
Контроль, Н <sub>2</sub> О	б/о	70	100,0	100,0
«Рослин»(известный)	0,75	90	102,2	104,3

теплой водой (30-40 °С) и уксусной кислотой путем пятикратного трения. Химическую стойкость изделий проверяли путем погружения изделий на 10 минут в нагретый до 58±5 °С 1% раствор уксусной кислоты. При этом раствор оставался безцветным, прозрачным, без образования осадка, а окраска изделий не изменилась. Затем изделия промывали холодной водой, вытирали досуха и погрузили в нагретый до 58±5 °С 2% мыльно-содовый раствор, мыло туалетное. Изделие при этом не набухло, не деформировалось, раствор остался бесцветным.

В результате ранее проведенных испытаний было выявлено, что предлагаемый новый краситель мало токсичен (LD=4700мг/кг). Кроме того, для выявления биостимулирующей активности в лаборатории фитотоксикологии института Химии растительных веществ АН УЗР было испытано производное аллилового эфира азо-тимолилофенила. Препараты испытаны методом замочки семян в растворах раз-

личной концентрации с последующим проращиванием в чашках Петри. Контрольные семена замачивали в дистиллированной воде. Результаты испытаний приведены в табл. 4.

В лабораторных условиях выявлена росторегулирующая способность производного аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропил-4<sup>1</sup>-фенола).

**Заключение**

Производное аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропил-4<sup>1</sup>-фенола) окрашивает пластмассовые изделия в ярко-оранжевый цвет при сохраняющейся прозрачности, устойчивый при высокой температуре.

Полученные данные подтвердили наличие биостимулирующей активности производного аллилового эфира 2-хлорфенил-азо-(2<sup>1</sup>-метил-5<sup>1</sup>-изопропил-4<sup>1</sup>-фенола) для овощных культур.

**REFERENCES**

- Nuriddinova M., Dzhurayeva SH. D, Makhsumov A.G. Sintez 4-propin-2-il-oksi-4<sup>1</sup>-karboksiazobenzola i yego antibakterial'noye deystviye [Synthesis of 4-propin-2-yl-hydroxy-4<sup>1</sup>-carboxyazo-benzene and its antibacterial effect]. *Trudy XXI-NTK molodykh uchennykh* [Proceedings of the XXI-NTK young scientists]. Tashkent, 2012, vol. 1, pp. 211-213.
- Kamalova N.I., Khakimov M.K., Makhsumov A.G. Polucheniye proizvodnogo izatina v kachestve krasitelya dlya sinteticheskikh polimerov [Obtaining an isatin derivative as a dye for synthetic polymers]. *Trudy XXI-NTK molodykh uchennykh* [Proceedings of the XXI-NTK young scientists]. Tashkent, 2012, vol. 1, pp. 189-190.
- Magati M., Laurens S., Eric N., Domineque P. *Polucheniye arilazokarbotatov, primeneniye i ispol'zovaniye* [Obtaining arylazocarbotats, application and use]. French application no. 2843750, 1995.
- Andrzej K., Lucjan S., Andrzej G. *Sposob polucheniya novykh azokrasiteley* [The method of obtaining new azo dyes]. 4. Patent Poland no. 1155663, 2009.
- Shinje A., Takeshi N., Slingi O. *Uretane compound and process for producing polycyclic aliphatic diisocyanate* Patent USA no. 6204409, 2001.
- Ibragimov A.A., Makhsumov A.G. Effektivnyy, perspektivnyy, rentabel'nyy prostoy metod sinteza proizvodnogo novogo krasitelya IAA-14 [An effective, promising, cost-effective simple method for the synthesis of the derivative of the new dye IAA-14]. *Trudy XXI-NTK molodykh uchennykh* [Proceedings of the XXI-NTK young scientists]. Tashkent, 2012, vol. 1, pp. 135-137.
- Makhsumov A.G., Valeyeva N.G., Kurbanova M.A. Sintez na osnove 1-fenil-azo-naftola-11 i yego khimicheskiye svoystva [Syntheses based on 1-phenyl-azo-naphthol-11 and its chemical properties]. *Vestnik NUUZ*, 2017, vol. 2, pp. 433-437.