

**ПОЛУЧЕНИЯ ЭВГЕНОЛА В ПРИСУТСТВИИ МАЛЫХ КОЛИЧЕСТВ  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$** 

**Ш.Б.Хужаниёзов, З.Ю.Атажанова, М.О.Ибодуллаева**  
*Ургенчский филиал Ташкентской медицинской академии.*

**Аннотация.** Эвгенол ( $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$ ) – органическое соединение, относящееся к классу фенолов, которое широко применяется в медицине, фармацевтике, парфюмерии, пищевой и химической промышленности. В данной статье рассматриваются метод получения эвгенола перегруппировкой аллилового эфира гваякола.

**Abstract.** Eugenol ( $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$ ) is an organic compound belonging to the phenol class, widely used in medicine, pharmaceuticals, perfumery, food, and chemical industries. This article discusses a method for obtaining eugenol by rearrangement of the allyl ether of guaiacol.

**Ключевые слова:** эвгенол, экстракция, химический синтез, биотехнология, эфирные масла, переработка лигнина, промышленное производство.

**Key words:** eugenol, extraction, chemical synthesis, biotechnology, essential oils, lignin processing, industrial production.

Аллилфенолы и их эфиры являются природными душистыми веществами применяющимся в парфюмерии, пищевой промышленности и медицине. Эвгенол проявляет сильное дозозависимое бактерицидное действие [1], нарушает целостность мембран бактериальных клеток [2], угнетающе действует на протеины внешних мембран бактерий [3], блокирует рецепторы, позволяющие бактериям связываться с кишечным эпителием. При использовании эвгенола совместно с другими фитонцидами возникает сильный синергетический эффект. Особенно эффективны смеси эвгенола с тимолом, немного меньшей бактерицидной активностью обладает смесь коричневого альдегида с эвгенолом [4]. Эвгенол обладает ещё антигельминтными, фунгицидными [5] свойствами.

Все вышеперечисленные свойства эвгенола имеют положительный эффект на организмы сельскохозяйственных животных. Применение фитобиотиков может улучшить физиологический статус животных, положительно повлиять на иммунитет, а также повысить продуктивность поголовья и частично или полностью отказаться от кормовых антибиотиков, что особенно важно из за все большей резистентности микроорганизмов ко всем группам антибиотических препаратов.

Его выделяют из природного базиликового и гвоздичного масла [6]. В литературе приводятся данные исследования перегруппировки аллилового эфира гваякола [7]. С целью получения эвгенола синтетическим путем при термической перегруппировке аллилового эфира гваякола по Кляйзену при  $210\text{ }^{\circ}\text{C}$  выделяется в основном 2-аллил-6-метоксифенол [7]. Применение в качестве катализаторов веществ кислого характера, таких как кислая глина асканит, эфират фтористого бора, комплекс фтористого бора с уксусной кислотой в этой реакции приводит к получению смеси фенолов с аллильной группой в о-, п- и даже м-положениях ядра. Выход продуктов реакции составляет 13-38%.

В данной работе представлены результаты исследования перегруппировки аллилового эфира гваякола в присутствии малых количеств  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Реакции проводили в растворе гваякола в различных температурных условиях. Проведение реакции при температурах  $65\text{--}100\text{ }^{\circ}\text{C}$  показало, что при его нагревании с катализатором до  $85\text{ }^{\circ}\text{C}$  эфир остаётся

неизменным, при 90 °С он перегруппировывается на 65%, при 95 °С происходит полная перегруппировка с образованием смеси изомеров.

Полученные данные температурах 80 °С и 95 °С, которой перегруппируется аллиловый эфир фенола [8], показывает, что аллиловый эфир гваякола более устойчив к действию малых количеств  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

Аллиловый эфир гваякола. В круглодонной колбе емкостью 500 мл нагревали с обратным холодильником в течение от 30 минута до 1,5 часа. на паровой бане. Для осуществления синтеза смесь аллилового эфира гваякола и  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (молярное соотношение 5:1:4·10<sup>-4</sup>) нагревали при 65 – 100 °С перемешивая в течение 30 минут (до 1,5 часа) и без предварительной обработки анализировали методом ТСХ, ГЖХ и ИК.

#### Перегруппировка аллилового эфира гваякола в эвгенол

| Номер опыта | Температура | Время, минут      | Перегруппировка %   |
|-------------|-------------|-------------------|---------------------|
| 1           | 65          | 30 (60, 90, 120 ) | Следы не обнаружено |
| 2           | 75          | 30 (60, 90, 120 ) | Следы обнаружены    |
| 3           | 85          | 30 (60, 90, 120 ) | Следы обнаружены    |
| 4           | 90          | 30                | 65                  |
| 5           | 90          | 60                | 68                  |
| 6           | 90          | 90                | 68                  |
| 7           | 95          | 30                | 95                  |
| 8           | 95          | 60                | 98                  |
| 9           | 95          | 90                | 98                  |

Перегруппировка в орто положении колеблется от 35% до 75%, и пара положении колеблется от 25% до 80% в зависимости от температуры и времени.

Для испытания вещества в мерную колбу вместимостью 25 мл добавляли 50 мкл вещества и растворяли 96 % ном спирте доводя объём раствора до метки.

Стандартный раствор эвгенола помещали в 25 мл колбу 50 мкл и растворили в 96% спирте и довели объём раствора до метки.

Реактив для детектирования. Анисового альдегида раствор уксуснокислый в метаноле.

На линию старта пластинки наносили по 5 мкл испытуемого раствора и раствора стандартного образца эвгенола. Пластинку с нанесёнными пробами сушили в токе холодного воздуха, помещали в предварительно насыщенную в течение 1 ч камеру с ПФ и хроматографировали восходящим способом. Когда фронт ПФ пройдёт около 80–90 % длины пластинки от линии старта, её вынимали из камеры, сушили в токе холодного воздуха до удаления следов растворителей и просматривали в УФ-свете при длине волны 254 нм.

Результат. Основная зона адсорбции на хроматограмме испытуемого раствора по положению, величине и степени подавления флуоресценции соответствовала зоне адсорбции эвгенола на хроматограмме раствора стандартного образца эвгенола.

Пластинку опрыскивали реактивом для детектирования, нагревали при температуре 100–105 °С в течение 10 мин и просматривали при дневном свете.

Результат. Основная зона адсорбции на хроматограмме испытуемого раствора по положению, величине и окраске соответствовала зоне адсорбции эвгенола на хроматограмме раствора стандартного образца эвгенола.

Качественная реакция. Растворили 0,05 мл вещества в 2 мл спирта 96 %, прибавляли 0,1 мл железа(III) хлорида раствора 10,5 %; образовался тёмно-зелёное окрашивание, через 10 мин желтовато-зелёное окрашивание.

Относительная плотность, 1,070, показатель преломления, 1,54, оптическая плотность 1 % раствора вещества в этаноле безводном, измеренная при длине волны 330 нм в кювете с толщиной слоя 1 см, 0,25

Родственные примеси. Определение проводят методом ГХ (газовая хроматография). Поместили в мерную колбу вместимостью 5 мл помещали 1 г вещества, растворяли в этаноле безводном и доводили объём раствора до метки. Готовили раствор сравнения. В мерную колбу вместимостью 100 мл помещали 1 мл испытуемого раствора и доводили объём раствора этанолом безводным до метки и сравнили.

Раствор для проверки пригодности хроматографической системы. В мерную колбу вместимостью 5 мл помещали 50 мг ванилина (примесь Н), растворили в 1 мл испытуемым раствором и доводили объём раствора этанолом безводным до метки.

Идентификация продукта. Условия ТСХ: пластинка Silufol, Подвижная фаза система растворителей бензол: метанол – 9:1, проявитель пары йода и УФ свет длина волны 254 нм. Пластинка. ТСХ пластинка со слоем силикагеля F<sub>254</sub>. Подвижная фаза. Этилацетат—толуол 10:90, проявитель пары йода и УФ свет длина волны 254 нм. Основная зона адсорбции на хроматограмме соответствует зоне адсорбции эвгенола на хроматограмме раствора стандартного образца эвгенола.

Условия ГЖХ: колонка из нержавеющей стали длиной 2 м внутренним диаметром 3 мм, наполненная фазой Reoplex-400. Температура колонки 175 °С, температура испарителя 250 °С.  $V_{N_2} = 0,6$  л/мин,  $V_{H_2} = 0,05$  л/мин,  $V_{воздух} = 0,5$  л/мин.

ИК-спектрометрия. Спектрометрия в средней инфракрасной области. ИК спектр вещества по положению полос поглощения соответствует спектру эвгенола.

Хроматографические константы 2- и 4-аллилгваякола соответствуют литературным данным [9].

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Pandima Devi, K.; Arif Nisha, S.; Sakthivel, R.; S Karutha Pandian,. J. Ethnopharmacol., 130, 107–115, 2010.
- [2] Sikkema, J., J. A. M. de Bont, and B. Poolman. Mechanisms of membrane toxicity of hydrocarbons. Microbiol. Rev. 59:201-222, 1995.
- [3] Oyedemi S.O. Afr J Biotechnol, 8 (7). 1280-1290, 2009.
- [4] Didry N, Dubreuil L, Pinkas M. Pharm Acta Helv 69: 25-28 1994.
- [5] Pessoa LM, Morais SM, Bevilaqua CML, Luciano JHS. Anthelmintic activity of essential oil of *Ocimum gratissimum* Linn. and eugenol against *Haemonchus contortus*. Vet Parasitol 109: 59-63, 2002.
- [6] Л. Шулов, Л. А. Хейфиц. Справочник, Агропромиздат. Москва, 1990, 143 с.

# THE MULTIDISCIPLINARY JOURNAL OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

## VOLUME-5, ISSUE-4

[7] В. Н. Белов, Доклады. АН. СССР, 93, 1037(1953)

[8] Х. С. Таджимухамедов, Б. А. Пулатов, Химия природных соединений. Спецвыпуск, 105 (2000)

[9] И. С. Никифорова, Дис. канд. хим. наук, Ташкент, 1966, 135 с.

