

результате чего снижается скорость осаждения а, следовательно, и толщина покрытия на подложке. Температурная зависимость скорости осаждения карбида кремния на подложке представлена на рис.7.

В работе также исследовалось влияние скорости парогазового потока на скорость осаждения. Анализ результатов показал, что с увеличением скорости парогазового потока скорость образования карбида кремния увеличивается.

#### **Выводы:**

1. Получен карбид кремния из парогазовой смеси четырёххлористого кремния, толуола и водорода.

2. Исследована морфология слоя SiC в зависимости от соотношения исходных реагентов SiCl<sub>4</sub>:C<sub>7</sub>H<sub>8</sub> и температуры подложки.

3. Изучена кинетика процесса осаждения SiC.

4. На основании проведенных исследований установлены оптимальные условия получения карбида кремния: температура подложки (1600÷1700)°C; соотношение SiCl<sub>4</sub>:C<sub>7</sub>H<sub>8</sub> в исходной парогазовой смеси 11,0; избыточное количество водорода 10-кратное по отношению к суммарному расходу (SiCl<sub>4</sub>+C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>). Суммарный расход парогазовой смеси (30...90) л/час.

**Список литературы:** 1. *Bhatnagar M.; Baliga, B.J. Comparison of 6H-SiC, 3C-SiC, and Si for power devices* // IEEE Transactions on Electron Devices. - Март 1993. — В. 3. — С. 645–655. 2. Harris, Gary Lynn. *Свойства карбида кремния* // Properties of silicon carbide. — United Kingdom: IEE, 1995. — 282 с. — Р. 19; 170–180. 3. *Зелёнин В.В., Корогодский М.Л., Лебедев А.А.* Некоторые аспекты газофазной эпитаксии карбида кремния // Физика и техника полупроводников. – 2001. – Т 35. - Вып. 10. 4. *Minagva S., Gatos H.C. Japan. J. Apple. Phys.* - 1680 (1971). - 10 (12). 5. *Зеленин В.В., Соловьёв В.А., Старобинец С.М., Конников С.Г., Челноков В.Е.* // ФТП. – 1995. – вып 29 (6). – С. 1122.

*Поступила в редколлегию 27.08.2011*

**УДК 547.497.6:547.584**

**В.В. ШТАМБУРГ**, канд. хим. наук, ст. преп., НТУ «ХПИ», Харьков

**Б.В. УСПЕНСКИЙ**, ст. преп., НТУ «ХПИ», Харьков

**В.Г. ШТАМБУРГ**, докт. хим. наук, проф., ГВУЗ «УГХТУ», Днепропетровск

**А.А. АНИЩЕНКО**, канд. хим. наук, доц., ДНУ им. О. Гончара,

Днепропетровск

**А.В. МАЗЕПА**, канд. хим. наук, с.н.с., ИФХ им. А.В. Богатского НАН

Украины, Одесса

### **СИНТЕЗ 1,8-БИС(НАФТАЛИМИДОКСИ)-3,6-ДИОКСАОКТАНА**

1,8-Бис(нафталімідоокси)-3,6-діоксаоктан синтезовано реакцією 1,8-дибром-3,6-діоксаоктану з натрієвою сіллю N-гідроксинафталіміду.

The 1,8-bisnaphthalimidoxy-3,6-dioxaoctane has been synthesized by the reaction of 1,8-dibromo-3,6-dioxaoctane with sodium salt of N-hydroxynaphthalimide.

Бис-нафталіміди являються високоєфективними противораковими препаратами, т.к. наличие двух нафталімідних фрагментов в молекуле

соединения усиливает его фармакологическую активность [1]. Кроме того, бис-нафталимиды являются потенциальными люминофорами с высокой фотостабильностью [1]. Однако, к настоящему времени предложены способы синтеза бис-нафталимидов, в которых два нафталиимидных остатка соединены полиметиленовыми мостиками [1]. В то же время ближайшие аналоги бис-нафталимидов,  $\alpha,\omega$ -бис-фталиимидоолигооксаалканы являются относительно доступными и нашли применение в получении  $\alpha,\omega$ -бисаминооксиолигооксаалканов [2,3].

Поэтому, на примере 1,8-бис(нафталиимидо)-3,6-диоксаоктана нами предложен удобный способ получения бис-нафталимидов, в которых два нафталиимидных заместителя разделены олигооксаэтиленовым мостиком. 1,8-Бис(нафталиимидо)-3,6-диоксаоктан **2** образуется с высоким выходом при взаимодействии 1,8-дибром-3,6-диоксаоктана **1** с натриевой солью *N*-гидроксинафталимида в абс. диметилформамиде при 110 – 135°C (рис.).

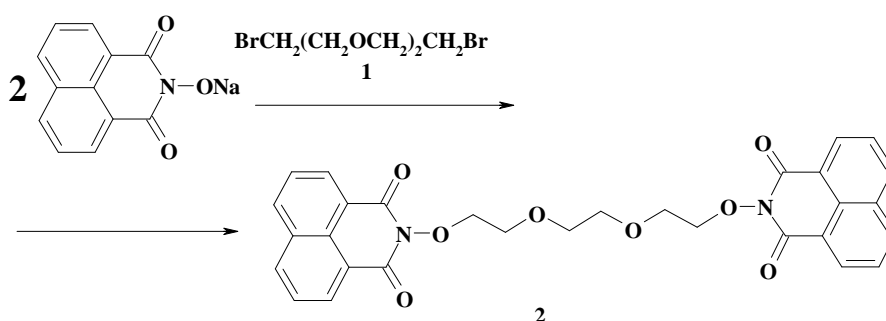


Рис. Схема синтеза 1,8-бис(нафталиимидо)-3,6-диоксаоктана **2**

Строение соединения **2** однозначно подтверждается данными спектров ЯМР  $^1\text{H}$ , ЯМР  $^{13}\text{C}$  и масс-спектров. В спектре ЯМР  $^1\text{H}$  присутствуют сигналы протонов как полиоксаэтиленовой цепи, так и ароматических протонов нафталиимидных заместителей. В спектре ЯМР  $^{13}\text{C}$  присутствуют сигналы как трех разновидностей  $\text{CH}_2$ -углеродов, так и 6 разновидностей атомов углерода нафталиимидных групп и атомов углерода имидной группы  $\text{C}=\text{O}$ . В масс-спектрах присутствуют пики ионов  $[\text{M}+\text{H}]^+$  и  $[\text{M}+\text{K}]^+$  с  $m/z$  541 и 579, соответственно.

Соединение **2** содержит четыре эфирных и гидроксиламиных атома кислорода в цепной части молекулы, что позволяет ожидать проявления им комплексообразующих свойств как поданда. Кроме того, в комплексообразовании с катионами щелочных металлов могут принимать участие два из четырех атомов кислорода карбонильных групп. Естественно, комплексообразование с катионами металлов должно сказываться как на спектральных свойствах 1,8-бис(нафталиимидо)-3,6-диоксаоктана **2**, так и на его фармакологической активности. Это обуславливает необходимость более глубокого исследования этого интересного соединения, его комплексов и его гомологов.

Таким образом, на примере 1,8-бис(нафталиимидо)-3,6-диоксаоктана **2** предложен удобный способ синтеза бис-нафталиимидоолигооксаалканов, новой разновидности бис-нафталимидов.

#### Экспериментальная часть

Спектр ЯМР  $^1\text{H}$  регистрировали на спектрометрах "Varian VXR-300" (300 МГц)  $\text{Me}_4\text{Si}$  в качестве внутреннего стандарта; приведены значения  $\delta$ , м.д., КССВ

(J), Гц. Масс-спектры записаны в режиме FAB (Fast Atom Bombarded, метод десорбционной ионизации) на приборе VG 70-10EQ. Хлороформ абсолютировали кипячением и перегонкой над P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, диметилформаид абсолютировали перегонкой в вакууме 5 мм рт. ст.

**1,8-Дибром-3,6-диоксаоктан (1).** К смеси 250 мл (1.731 ммоль, 260 г) триэтиленгликоля, 470 мл хлороформа и 23 мл (0,300 моль, 21,93 г) диметилформаида при -15 - -10°C в теч. 3 ч прибавили раствор 125,3 мл (1,32 моль, 357,3 г) трибромида фосфора. Реакционную смесь выдерживали при 20°C в теч. 24 ч. Затем при 0°C промыли 10% соляной кислотой, водой, 5% р-ром бикарбоната натрия, сушили CaCl<sub>2</sub>. Удалили растворитель в вакууме, остаток фракционировали в вакууме, отбирая фракцию с т.кип. 106 - 108°C (3 мм рт. ст.). Получено 223 г (50,3%) 1,8-дибром-3,6-диоксаоктана, бесцветная жидкость,  $n_D^{24}$  1.5002.

**1,8-Бис(нафталимидоокси)-3,6-диоксаоктан (2).** К раствору 0,109 г (4,73 ммоль) Na в 4 мл метанола добавили 1,008 г (4,73 ммоль) N-гидроксинафталимида, перемешали, удалили метанол в вакууме 5 мм рт. ст. Смесь полученной Na-соли N-гидроксинафталимида и раствор 0,652 г (2,365 ммоль) 1,8-дибром-3,6-диоксаоктана перемешивали при 110 – 135 °C в теч. 13 ч. Затем отфильтровали горячим выпавший осадок, промыли 7 мл горячего диметилформаида, затем 20 мл воды и сушили в вакууме 5 мм рт.ст. Получено 0,375 г (29,3 %) 1,8-бис(нафталимидоокси)-3,6-диоксаоктана **2**. Белые кристаллы, т.пл. 208 - 210°C (с разл.). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H (300 МГц, (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO): 3.55 (с, 4H, OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O), 3.74 (т, 4H, NOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O, <sup>3</sup>J = 4.2 Гц), 4.27 (т, 4H, NOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O, <sup>3</sup>J = 4.2 Гц), 7.87 (т, 4H, H<sub>Ar</sub><sup>3,3',6,6'</sup>, <sup>3</sup>J = 8.1 Гц); 8.45 (д, 4H, H<sub>Ar</sub><sup>4,4',5,5'</sup>, <sup>3</sup>J = 8.1 Гц); 8.49 (д, 4H, H<sub>Ar</sub><sup>2,2',7,7'</sup>, <sup>3</sup>J = 7.2 Гц). Спектр ЯМР <sup>13</sup>C (125 МГц, (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO): 69.05 (OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O), 70.24 (NOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O), 75.65 (NOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O). 127.12 [C(10), C(10')], 127.72 [C(4), C(4'), C(5), C(5')], 131.37 [C(2), C(2'), C(7), C(7')], 131.90 [C(9), C(9')], 135.19 [C(1), C(1'), C(8), C(8')], 165.87 [C=O]. Масс-спектр (FAB, H<sup>+</sup> m/z (I<sub>отн.</sub>,%)): 541 [M+H]<sup>+</sup> (43), 240 (100). Масс-спектр (FAB, K<sup>+</sup> m/z (I<sub>отн.</sub>,%)): 579 [M+K]<sup>+</sup> (48), 94 (100). ). Найдено (%): C 66.38; H 4.52; N 5.07. C<sub>30</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>. Вычислено (%): C 66.66; H 4.48; N 5.18.

Из горячего реакционного раствора и диметилформаидного промыва после охлаждения выпало и было получено дополнительно 0,473 г (37,0 %) 1,8-бис(нафталимидоокси)-3,6-диоксаоктана **2**.

**Список литературы:** 1. Федько Н.В., Анікін В.Ф., Ведута В.В. Шляхи синтезу біс-нафталімідів з електронодонорними замісниками в ароматичному ядрі // XXII Українська конференція з органічної хімії : Тез. доп. – Ужгород, 2010. – С.127. 2. Штамбург В.Г., Дмитренко А.А., Плешкова А.П., Притыкин Л.М. Получение α,ω-ди(N-алкокси-N'.N'-диметилкарбамоилоксиаминоокси)олигооксаалканов алкоголизом α,ω-ди(N-хлор-N'.N'-диметилкарбамоилоксиаминоокси)олигооксаалканов // Журн. Орган. Хим. -1993. – т.29, №9. – С.1762 – 1771. 3. Штамбург В.Г., Дмитренко О.О., Жуховицький В.Б., Скобелев О.Л. Спосіб одержання α,ω-діамінооксіолігооксаалканів // Пат. України № 10041А. – 1996. – Бюл. 1996, №4.

Поступила в редколлегию 29.08.2011