

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 четыреххлористого кремния, толуола и водорода.

2. Исследована морфология слоя SiC в зависимости от соотношения исходных реагентов SiCl₄:C₇H₈ 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 SiCl₄:C₇H₈ в исходной парогазовой смеси 11,0; избыточное количество водорода 10-кратное по отношению к суммарному расходу (SiCl₄+C₇H₈). 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., Gatot H.C. Japan. J. Appl. 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-дібром-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 високоефективними 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 нафталимидных остатка соединены полиметиленовыми мостиками [1]. В то же время ближайшие аналоги бис-нафталимидов, α,ω -бис-фталимидоолигооксаалканы являются относительно доступными и нашли применение в получении α,ω -бисаминооксиолигооксаалканов [2,3].

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

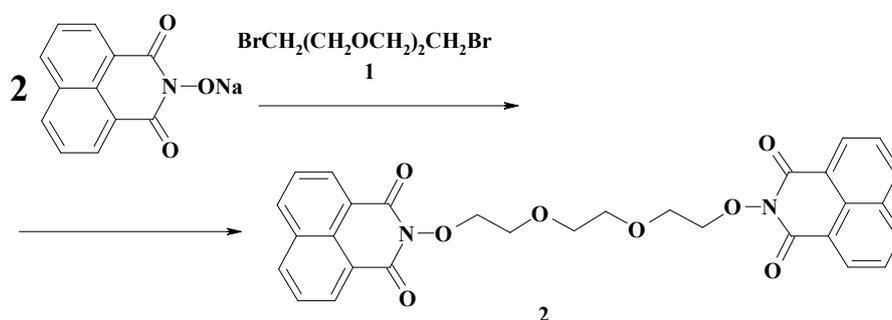


Рис. Схема синтеза 1,8-бис(нафталимидо)-3,6-диоксаоктана **2**

Строение соединения **2** однозначно подтверждается данными спектров ЯМР ¹H, ЯМР ¹³C и масс-спектров. В спектре ЯМР ¹H присутствуют сигналы протонов как полиоксаэтиленовой цепи, так и ароматических протонов нафталимидных заместителей. В спектре ЯМР ¹³C присутствуют сигналы как трех разновидностей СН₂-углеродов, так и 6 разновидностей атомов углерода нафталимидных групп и атомов углерода имидной группы С=О. В масс-спектрах присутствуют пики ионов [M+H]⁺ и [M+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(нафталимидо)-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(нафталимидо)-3,6-диоксаоктана **2** предложен удобный способ синтеза бис-нафталимидоолигооксаалканов, новой разновидности бис-нафталимидов.

Экспериментальная часть

Спектр ЯМР ¹H регистрировали на спектрометрах "Varian VXR-300" (300 МГц) Me₄Si в качестве внутреннего стандарта; приведены значения δ , 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 P₂O₅, диметилформамид 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) диметилформамида при -15 - -10°C в теч. 3 ч прибавили раствор 125,3 мл (1,32 моль, 357,3 г) трибромид 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 CaCl₂. 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_D²⁴ 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 диметилформамида, 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 ¹H (300 МГц, (CD₃)₂SO): 3.55 (с, 4H, OCH₂CH₂O), 3.74 (т, 4H, NOCH₂CH₂O, ³J = 4.2 Гц), 4.27 (т, 4H, NOCH₂CH₂O, ³J = 4.2 Гц), 7.87 (т, 4H, H_{Ar}^{3,3',6,6'}, ³J = 8.1 Гц); 8.45 (д, 4H, H_{Ar}^{4,4',5,5'}, ³J = 8.1 Гц); 8.49 (д, 4H, H_{Ar}^{2,2',7,7'}, ³J = 7.2 Гц). Спектр ЯМР ¹³C (125 МГц, (CD₃)₂SO): 69.05 (OCH₂CH₂O), 70.24 (NOCH₂CH₂O), 75.65 (NOCH₂CH₂O). 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⁺ m/z (I_{отн.},%)): 541 [M+H]⁺ (43), 240 (100). Масс-спектр (FAB, K⁺ m/z (I_{отн.},%)): 579 [M+K]⁺ (48), 94 (100).). Найдено (%): C 66.38; H 4.52; N 5.07. C₃₀H₂₄N₂O₈. Вычислено (%): C 66.66; H 4.48; N 5.18.

Из горячего реакционного раствора и диметилформамидного 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