

Для оптимизации стадии синтеза *n*-ДНБ было исследовано влияние времени окисления и избытка перекиси водорода на состав и выход целевого продукта. По требованиям нормативной документации содержание исходного *n*-БХД в готовом продукте не должно превышать 2%.

Для получения *n*-ДНБ в реактор загружали воду, *n*-БХД, соляную кислоту. Затем при перемешивании и температуре 50°C медленно дозировали расчетное количество 35%-ного раствора перекиси водорода. Реакционную массу выдерживали требуемое время. Далее продукт отфильтровывали, промывали водой и высушивали. Содержание *n*-БХД определяли спектрофотометрически по известной методике. Результаты экспериментов представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Влияние времени окисления на состав и выход *n*-ДНБ

Время синтеза, час.	2,0	3,0	4,0	5,0
Содержание <i>n</i> -БХД, %масс.	3,1	2,4	1,91	1,9
Выход <i>n</i> -ДНБ, %	93,0	93,1	94,1	94,11

Таблица 2

Влияние избытка перекиси водорода на состав и выход *n*-ДНБ (время синтеза 4 часа)

Мольное соотношение <i>n</i> -БХД: перекись водорода	1:1	1:1,1	1:1,2
Содержание <i>n</i> -БХД, %масс.	3,15	1,91	1,9
Выход <i>n</i> -ДНБ, %	91,0	94,1	94,12

Как следует из приведенных данных, для получения *n*-ДНБ требуемого качества с максимально возможным выходом процесс следует проводить в течение 4-часов, используя 10%-ный избыток перекиси водорода. Увеличение времени синтеза до 5 часов и избытка перекиси водорода до 20% является не целесообразным, т.к. не приводит к заметному увеличению выхода *n*-ДНБ и снижению содержания *n*-бензохинондиоксида.

Список литературы

1. Тихонова Н.П., Гинзбург Л.В. и др. // Каучук и резина. – 1987. – № 3. – С. 13.
2. Хищенко Ю.С., Макаров М.А. и др. // ЖПХ. – 1969. – Т. XLII. – Вып. 10. – С. 2384-2386.
3. А.С. СССР 395360 1973.
4. Хмельницкий Л.И., Новиков С.С. и др. Химия фуросанов. – М.: Наука, 1996. – С. 260.
5. Ермаков О.А., Комкова Ю.Ф. // ЖОрХ. – 1984. – Том XX. – Вып. 10. – С. 2252-2253.
6. Пат. RU 2266897 2005.

ПРИМЕНЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В КАЧЕСТВЕ СТРУКТУРИРУЮЩИХ АГЕНТОВ ПРИ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДАХ ГИДРОКСОХЛОРИДА АЛЮМИНИЯ

Жохова О.К., Пудовкин В.В., Бутов Г.М.

Волжский политехнический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, Волжский, e-mail: www.volpri.ru

Настоящие исследования направлены на разработку технологии перевода жидкого гидроксохлорида алюминия (ГОХА) в твёрдое состояние. В последние годы ГОХА широко применяется в качестве высокоэффективного коагулянта в практике водоочистки и водоподготовки. Однако, в большинстве случаев коагулянты такого типа производятся в виде водных растворов, что несколько снижает их потребительские качества из-за необходимости применения специальной возвратной упаковочной тары, больших транспортных расходов и др. Поэтому задача получения ГОХА и других коагулянтов на его основе в твёрдом виде остаётся актуальной.

Ранее нами были предложены способы перевода жидкого ГОХА в кристаллическое состояние с помощью добавок хлоридов и сульфатов металлов, а также природного бишофита в качестве гелеобразующих компонентов [1 – 3]. Однако, добавки некоторых из неорганических солей повышают гигроскопичность конечного продукта, что приводит к его слеживаемости при длительном хранении.

На данном этапе исследований нам удалось устранить этот недостаток, применив в качестве структурирующего агента гексаметилентетраамин (СН₂)₆N₄ (ГМТА). В исходный жидкий коллоидный раствор ГОХА с динамической вязкостью 90–180 Па·с добавляли при перемешивании ГМТА, равномерно распределяя его по объёму. Выбор интервала концентраций вводимого ГМТА ограничивался по нижнему пределу (в массовом соотношении ГОХА : ГМТА = 1 : 0,01) большим временем перехода ГОХА в твёрдое состояние. По верхнему пределу (1 : 0,1) лимитировался тем, что при использовании полученного продукта в качестве коагулянта для очистки природной воды возможно превышение ПДК по ГМТА, которое составляло 0,5 мг/л. Результаты этой серии опытов при pH 4,0 представлены в табл. 1.

Ещё одним полезным свойством ГМТА является его способность структурироваться в сильнокислой среде, причём даже тогда, когда часть основных хлоридов алюминия находится в виде низкомолекулярного полимера. Сульфаты и хлориды металлов, а также бишофит в сильнокислой среде не переводят ГОХА в твёрдое состояние. Добавленный же ГМТА

связывает ионы водорода, pH повышается и ГОХА под действием образующегося многозарядного катиона $[C_6H_{12}N_4(H^+)_4]^{4+}$ переходит в твёрдое состояние (табл. 2).

Таблица 1

Влияние концентрации ГМТА на время структурирования ГОХА

№ п/п	Динамическая вязкость, Па·с	Масс. соотношение ГОХА : ГМТА	Время перехода ГОХА в твёрдую форму, мин
1	140 180	1 : 0,01	120 40
2	100 140 180	1 : 0,05	786 90 23
3	90 100 140 180	1 : 0,1	400 120 40 5

Таблица 2

Влияние вязкости раствора ГОХА на время перехода в твёрдое состояние (ГОХА : ГМТА = 1 : 0,1; pH 3,5)

№ п/п	Динамическая вязкость, Па·с	Время перехода ГОХА из жидкой фазы в твёрдую, мин
1	100	400
2	140	150
3	180	12

Таким образом, в процессе перехода ГОХА из коллоидного раствора в твёрдую фазу при добавлении ГМТА происходит образование комплексных соединений между атомами азота из ГМТА и ионами алюминия, при этом происходит структурирование по типу гелей.

Полученный твёрдый коагулянт обладает более высокой флокулирующей активностью, т.к. при гидролизе данного коагулянта высвобождается четырёхзарядный катион, который служит дополнительным коагулирующим агентом.

Данный продукт обладает сильным противомикробным и противобактериальным действием, поскольку структурирующий агент ГМТА применяют в медицине как дезинфицирующее средство.

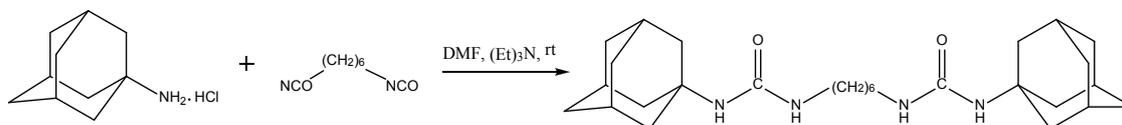


схема протекания реакции синтеза 1,6-(гексаметилен)бис[(адамант-1-ил)мочевины]

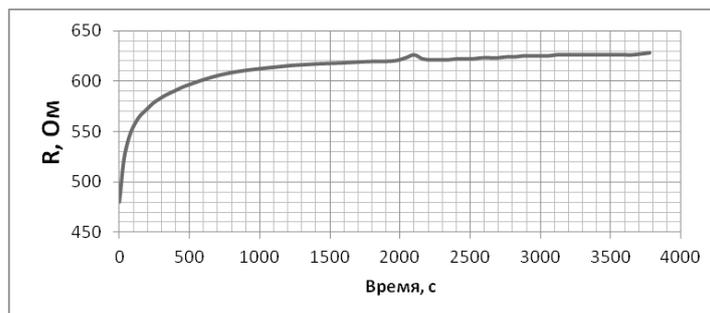


График зависимости сопротивления раствора от времени

Список литературы

1. Майер Н.А., Жохова О.К., Бутов Г.М. // Современные наукоемкие технологии. – 2014. – № 7 (часть 2). – С. 105-106.
2. Блинов А.А., Жохова О.К., Бутов Г.М. // Современные наукоемкие технологии. – 2013. – № 9. – С. 75-76.
3. Патент РФ № 2122973 / Новаков И.А., Быкадоров Н.У, Радченко С.С., Жохова О.К., Уткина Е.Е. – 1998. Бюл. № 34.

КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА АДАМАНТИЛСОДЕРЖАЩИХ ДИМОЧЕВИН

Мотченко А.О., Бурмистров В.В., Бутов Г. М., Данилов Д.В.

Волжский политехнический институт (филиал)
Волгоградского государственного технического
университета, Волжский, e-mail: Kuorri@gmail.com

В настоящее время широко исследована физиологическая активность производных адамантана, некоторые из них уже используются в качестве лекарственных препаратов. Биологическая активность этих соединений вызвана явно выраженной липофильной природой компактного каркасного углеводородного фрагмента. 1,3-Дизамещенные мочевины и тиомочевины, получаемые из изоцианатов активно исследуются в качестве полупродуктов для синтеза ингибиторов растворимой эпоксигидролазы. Их применяют в качестве нейромедиаторов, влияющих на кровяное давление и воспалительные процессы. В качестве одного из путей решения данной проблемы нами выбран синтез 1,3-дизамещенных димочевин – соединений содержащих сразу две адамантильные и две мочевиные группы. Нами разработаны подходы в создании структур 1,3-дизамещенных мочевины, позволяющие существенно улучшить параметры существующих в настоящее время наиболее эффективных ингибиторов.

Описание эксперимента

В электролитическую ячейку объемом 25 мл поочередно добавляем реагенты и замеряем сопротивление после каждого добавления: 25 мл ДМФА (R = 340 Ом); 2,12 г (0,011 моль) $AdNH_2 \cdot HCl$ (R=590 Ом); 1 г (0,006 моль) гексаметилендиизоцианата (R = 525 Ом); 1,2 г (0,012 моль) триэтиламина (R=475 Ом). После добавления последнего реагента в электролитической ячейке начинает протекать реакция синтеза 1,6-(гексаметилен)бис[(адамант-1-ил)мочевины] по схеме.

Протекание реакции сопровождается изменением электропроводности реакционной массы в электролитической ячейке. Значения сопротивления регистрируем каждые 30 секунд. Строим график зависимости сопротивления раствора от времени (рисунок).