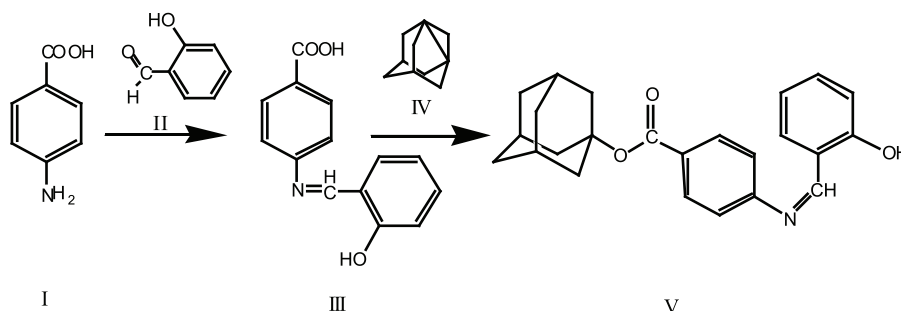


На первой стадии конденсацией п-аминобензойной кислоты (I) с салициловым альдегидом (II) получали соответствующий азометин. Реакция проводилась в абсолютном

этаноле за 20 часов при комнатной температуре и соотношении исходных реагентов 1:1. Продукт (III) выделяли перекристаллизацией из спирта с выходом до 92%.



Далее полученное соединение (III) вводили в реакцию адамантирования. В качестве адамантилирующего агента использовали 1,3-дегидроадамтан (IV). Реакцию проводили в среде осушенного бензола в течение 2 часов при температуре 80 °С и при мольном соотношении реагентов 1:1 в атмосфере очищенного от кислорода азота. Выход продукта после очистки составил 87%.

Идентификацию состава и строения продуктов проводили с помощью ЯМР¹H-спектроскопии и масс-спектрометрии.

Таким образом, разработан эффективный двухстадийный метод получения адамантилсодержащего азометина, аналога лекарственного препарата Adaphostin, с высоким выходом в мягких условиях.

Список литературы

1. Chimiri A., Balzarini J. Synthesis and antitumor activity evaluation of 1-(arylidene)aminoadamantanes // *Farmaco*. 1994. V. 49. N. 10. P. 649-652.
2. Kaur G, Narayanan VL, Risbood PA, et al. Synthesis, structure-activity relationship, and p210(ber-abl) protein tyrosine kinase activity of novel AG 957 analogs // *Bioorg Med Chem*. 2005; 13:1749-1761.

МОДИФИЦИРОВАННЫЕ КОАГУЛЯНТЫ НА ОСНОВЕ ПОЛИГИДРОКСОХЛОРИДА АЛЮМИНИЯ В ПРАКТИКЕ ВОДООЧИСТКИ

Блинов А.А., Жохова О.К., Бутов Г.М.

Волжский политехнический институт, филиал Волгоградского государственного технического университета, Волжский, e-mail: olga_vpi@mail.ru

В практике водоочистки широкое распространение получил коагулянт гидроксохлорид алюминия (ГОХА), который в водных растворах образует полимерные формы [1]. Данный коагулянт может быть получен как в жидком, так и в твёрдом состоянии [2]. Нами были разработаны новые комплексные реагенты на основе ГОХА с улучшенными технологическими характеристиками.

Исходный высокоосновный ГОХА имел следующие технические характеристики: основное вещество – полимер $Al_2(OH)_5Cl$ с содержанием Al^{3+} 11,2%, вязкость раствора 120 Па·с, рН 4,6. Добавляемые реагенты: а) природный бишофит, содержащий неорганический $MgCl_2$ (в пропорции ГОХА : бишофит = 1 : 1); б) органический флокулянт КФ-91. Эффективность данных реагентов была проверена на реальных стоках деревообрабатывающих предприятий. Очистке подвергалась сточная вода цеха производства ДВП, исходные параметры которой имели следующие показатели: химическое поглощение кислорода (ХПК) –

7320 мг O_2 /л; взвешенные вещества – 1357 мг/л; рН – 5,7; температура – 46 °С.

Большое количество взвешенных веществ образуется частицами щепы и опилок различной степени дисперсности. Высокие значения параметра ХПК обусловлены наличием в стоках альбумина и парафина, используемых в технологической схеме производства ДВП, а также продуктами экстракции и гидролиза древесины (смолистые вещества, спирты и др.).

Оптимальные дозы коагулянта устанавливались опытным путём методом параллельного введения в сосуды с определённым объёмом жидкости различных количеств рабочего раствора коагулянта с последующей оценкой интенсивности хлопьеобразования и скорости оседания хлопьев.

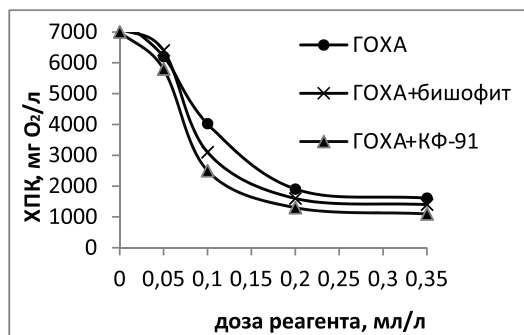


Рис. 1. Зависимость параметра ХПК от дозы вводимого реагента

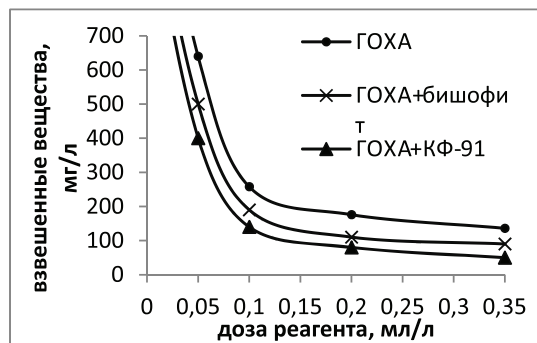


Рис. 2. Зависимость количества взвешенных веществ от дозы реагента

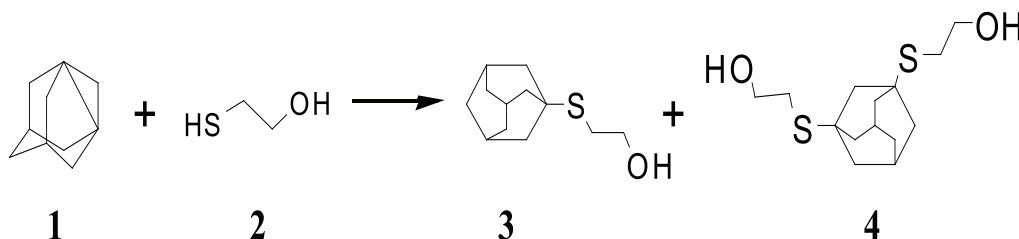
При добавлении оптимальной дозы рабочего раствора ГОХА (0,2–0,4 мл/л) коагуляция происходит очень интенсивно, образовавшиеся хлопья собираются в крупные конгломераты и быстро оседают. Как показано на рис. 1, значения ХПК при этом уменьшаются до 1903–1610 мг O_2 /л, что соответствует 74–78% степени очистки. Дальнейшее увеличение концентрации ГОХА экономически не оправдано, т.к. лишь незначительно снижает ХПК. Из рис. 2 видно, что основная масса взвешенных веществ осаждается уже при дозе ГОХА 0,1 мл/л, а максимальное осветление стоков происходит при концентрациях этого коагулянта 0,2–0,4 мл/л. Степень очистки по взвешенным веществам оказалась равной 87–91%. Основная масса взвесей осаждается за первые 15 минут, далее происходит уплотнение осадка. Скорость осаждения составляет 0,75–0,80 м/ч.

Применение комплексных реагентов позволило улучшить эти достаточно высокие показатели, причём в обоих случаях наблюдалось ещё более интенсивное хлопьеобразование и осветление стоков при более низких дозировках совместного реагента. Скорость осаждения возросла при этом до 0,83–0,89 м/ч. Из рисунков 1 и 2 видно, что значение степени очистки по параметру ХПК в этом случае возрастает до 79–82%, а по взвешенным веществам до 96%.

Список литературы

1. Радченко С.С., Быкадоров Н.У., Новаков И.А., Жохова О.К., Уткина Е.Е. // Журнал прикладной химии. – 2002. – № 4. – Т. 75. – С. 529–534.

2. Быкадоров Н.У., Жохова О.К., Кейбал Н.А., Каблов В.Ф. // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2012. – № 5. – С. 52–54.



Реакцию проводили в среде бензола при температуре кипения растворителя в течение 2 часов. Состав и строение продуктов реакции подтверждены методом хромато-масс-спектрометрии.

Масс-спектр продукта (3) имеет четко выраженный пик молекулярного иона с m/z 212, базовый пик адамантил-катиона m/z 135, слабый пик m/z 167 $[C_{10}H_{15}S]^+$. Также наблюдаются пики осколочных ионов адамантана (m/z 79, 93, 107). Масс-спектр продукта (4) характеризуется четко выраженным пиком молекулярного иона с m/z 288, пиком с m/z 247 $[M - C_2H_5O]^+$, базовым пиком с m/z 211, отвечающим $[M - C_2H_5OS]^+$, пиком с m/z 133, соответствующим 1,3-замещенному адамантану и пиками ионов с m/z 109, 91, 79. Масс-спектры известных продуктов реакции совпадали с литературными данными.

Таким образом реакция ДГА с меркаптоэтанолом позволяет получить моно- и 1,3-дизамещенные адамантантэтанолы: 2-(адамантил-1-илтио)этанол (3) и 2,2'-(адамантил-1,3-диилтио)диэтанол (4), в одну стадию, в мягких условиях и с хорошим выходом (80%).

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ 1,3-ДЕГИДРОАДАМАНТАНА С МЕРКАПТОЭТАНОЛОМ

¹Бутов Г.М., ¹Иванкина О.М., ¹Ачкасова М.В.,
²Мохов В.М., ³Зык Н.В.

¹Волжский политехнический институт, филиал Волгоградского государственного технического университета, Волжский, e-mail: vpmariya@yandex.ru;

²Волгоградский государственный технический университет, Волгоград;

³Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва

Исследование реакций 1,3-дегидроадамантана (ДГА) с бифункциональными соединениями представляет особый интерес, поскольку полученные продукты могут быть использованы для синтеза широкого спектра практически значимых соединений, в связи с наличием в их составе реакционноспособных групп.

Нами было изучена реакция ДГА (1) с 2-меркаптоэтанолом (2), который содержит в своем составе два реакционных центра: SH- и OH-группы. Ожидалось, что взаимодействие (2) с (1) приведет к образованию монозамещенных продуктов преимущественно S-присоединения, так как известно, что (1) обладает высоким сродством к протону, а кислотность SH-группы больше, чем у OH-группы (pK_a 16,2 и 28,2 соответственно) [1]. Однако, было установлено, что продукты реакции содержат смесь моно- и дизамещенных производных адамантана: 2-(адамантил-1-илтио)этанол (3) и 2,2'-(адамантил-1,3-диилтио)диэтанол (4). Помимо (3) и (4) в реакционной массе присутствует небольшие количества адамантана и 2-[(2-гидроксиэтил)дитио]этанола (примерно по 5%). Соотношение продуктов (3):(4) около 1:2. Данные превращения можно описать следующей схемой:

Экспериментальная часть

К раствору 0,4 г (0,005 моль) (2) в 10 мл бензола в атмосфере сухого азота при комнатной температуре дозируют раствор 0,64 г (0,0046 моль) свежеевозогнанного (1) (мольное соотношение (2) : (1) = 1,1:1) в 10 мл бензола. Реакционную массу нагревают и выдерживают 2 часа при 80 °С. Под вакуумом отгоняют растворитель и избыток (2). Реакционную массу перекристаллизовывают из бензола. Суммарный выход (3), (4) 0,81 г (80%).

Масс-спектр (3), m/z , (I, %): 212 (15%) $[M]^+$, 167 (1%) $[C_{10}H_{15}S]^+$, 135 (100%) $[C_{10}H_{15}]^+$, 107 (11%) $[C_8H_{11}]^+$, 93 (15%) $[C_7H_9]^+$, 79 (17%) $[C_6H_7]^+$. Масс-спектр (4), m/z , (I, %): 288 (24%) $[M]^+$; 247, (21%) $[M - C_2H_5O]^+$; 211 (100%) $[M - C_2H_5OS]^+$, 167 (3%) $[C_{10}H_{15}S]^+$, 133 (47%) $[C_{10}H_{13}]^+$, 107 (11%) $[C_8H_9]^+$, 91 (15%) $[C_7H_7]^+$, 79 (17%) $[C_6H_7]^+$.

Список литературы

1. Реутов О.А., Белецкая И.П., Бутин К.П. SH-кислоты. – М.: Наука, 1980. – 248 с.