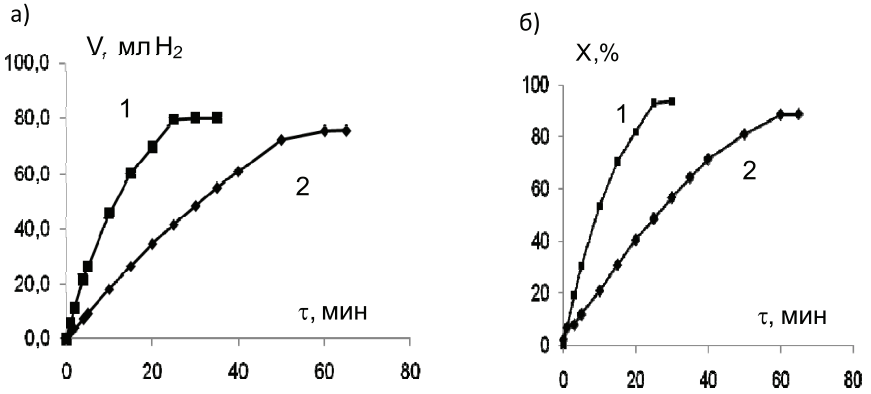
нитрогруппе, при этом бензольное кольцо не гидрировалось.

На рис. 1а представлены кинетические кривые гидрирования п-хлорнитробензола на 1% Pt/Gd_2O_3 (1) и 1% Pt/Al_2O_3 (2) катализаторах в координатах: «объем поглощенного водорода – время». Анализируя ход кинетических кривых можно отметить, что гидрирование п-хлорнитробензола на вышеуказанных катализаторах протекает с разной скоростью, так превращение п-хлорнитробензола в п-хлораминобензол на 1%Pt/Gd_2O_3 катализаторе осуществляется за 25 минут, а на катализаторе сравнения 1%Pt/Al_2O_3 за 65 минут.



Зависимость объема поглощенного водорода гидрирования п-хлорнит-робензола (а) и степени превращения (б) от времени на 1%Pt/Gd_2O_3 (1) и 1%Pt/Al_2O_3 (2) катализаторах

При гидрировании п-хлорнитробензола на обоих катализаторах наблюдалось недопоглощение водорода. Так теоретический объем водорода, рассчитанный по уравнению реакции, составляет 85,3 мл. При использовании 1%Pt/Gd_2O_3 катализатора поглощается 80 мл водорода, что составляет 94,1%, а на 1%Pt/Al_2O_3 катализаторе поглощается 75 мл водорода, что соответствует 88,2%. Наиболее наглядно это видно из графика зависимости степени превращения от времени (рис.1б). Полученные данные согласуются с результатами гидрирования орто-замещенных нитробензолов на катализаторах авторов [3]. Для реакции гидрирования п-хлорнитробензола классическим методом подстановки был рассчитан порядок по гидрируемому веществу: реакция протекает по уравнению первого порядка по *n*-хлорнитробензолу.

Список литературы

1. Бутов Г.М., Зорина Г.И., Курунина Г.М. Жидкофазное гидрирование бензальдегида на 1% платиновых катализаторах, нанесенных на оксиды редкоземельных элементов // Ж. Хим.пром.сегодня. – № 2, 2009. С.3-6.

2. Ушакова А.Ю., Калинова К.А., Курунина Г.М., Зорина Г.И., Бутов Г.М. Выбор оптимальных условий реакции гидрирования п-хлорнитробензола // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. № 1, 2012. С. 185.

3. Абдулаев М.Г., Насибулин А.А., Клюев М.В. Гидрирование орто-замещенных нитробензолов на палладийсодержащем анионите АВ-17-8 // Ж. Органической химии. – Т. 33. – Вып.11, 1997. С. 1759 -1760.

РЕАКЦИИ 1,3-ДЕГИДРОАДАМАНТАНА С ХЛОРСОДЕРЖАЩИМИ АРЕНАМИ

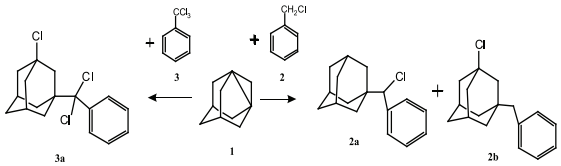
Лагутин П.А., Бутов Г.М., Дьяконов С.В.

Волжский политехнический институт, филиал ВолгГТУ, Волжский, e-mail: pav.lagutin@yandex.ru

Галогенсодержащие производные адамантана (ГПА) представляют интерес как ценные полупродукты для получения различных биологически активных производных адамантана, мономеров для синтеза полимерных материалов. Использование 1,3-дегидроадамантана 1 (ДГА) в качестве адамантилирующего агента позволяет исключить некоторые недостатки существующих методов синтеза таких соединений, а также значительно расширить их ассортимент. Кроме того открываются возможности получения труднодоступных ГПА в одну стадию, а также осуществить реакции, нетипичные для некоторых классов соединений [1-5].

Ранее, в реакциях ДГА с галогенкарбоновыми кислотами Hal-CH_2-COOH, установлена зависимость селективности реакций от природы галогена [4]. Так, селективность реакции ДГА по связи C-Hal увеличивалась в ряду J > Br > Cl > F >. В этой связи, интересным было установить, сохраняются ли эти закономерности в реакциях с другими классами галогенсодержащих соединений, например с хлорарена-ми: бензилхлоридом и фенилхлороформом.

Реакцию 1,3-ДГА с хлористым бензилом проводили в атмосфере сухого, очищенного от кислорода азота, в отсутствии растворителя, при температуре 110 0С, в течение 2 часов, при 2-х кратном мольном избытке хлористого бензила. Реакция 1,3-ДГА с бензилхлоридом привела к получению смеси продуктов присоединения по связям С- Н и С-Cl в соотношении 2a : 2b – 8 : 1 с суммарным выходом 75%.



Кроме того, в продуктах реакции обнаружен 1,1'-диадамантил (~ 2%), 1-хлорадамантан (~ 5%), а также (3-хлорадамант-1-ил)фенилхлорметан (~ 8%) и бензиладамантан (~ 4%). Таким образом, и в случае бензилхлорида проходят конкурентные реакции ДГА как по связи С-Н так и по связи С-Cl. При этом преобладают превращения по связи С-Н. Образование широкого спектра продуктов реакции говорит о вероятном радикальном механизме реакций с участием 1,3-бирадикала адамантана, образующегося при термолизе пропелановой связи ДГА.

Реакцию 1,3-ДГА с фенилхлороформом проводили в среде тетрагидрофурана, в атмосфере сухого, очищенного от кислорода азота, при температуре 70 ^{0}С, в течение 2 часов, при 3-х кратном мольном избытке фенилхлороформа. Взаимодействие 1,3-ДГА с фенилхлороформом 3, протекало только по связи С-Cl с образованием 1,3-дизамещенного адаманта-

на – (3-хлор-адамант-1-ил)дихлорфенилметана 3а в одну стадию с выходом 91%. Аналогично ДГА реагировал с этиловым эфиром трихлоруксусной кислоты [4, 5].

Состав и строение полученных продуктов подтверждены методами тонкослойной хроматографии, хромато–масс–спектрометрии, элементным анализом. ^{1}H ЯМР-спектроскопией. Характерной особенностью масс-спектров 2b и 3a является присутствие пика с m/z 133, соответствующего 1,3-дизамещенному адамантану. Самым интенсивным является пик иона с m/z 169, который соответствует хлорадамантильному катиону, а в спектре 2a – пик с m/z 135-адамантильному катиону. Также на спектре 3a присутствуют пики ионов, соответствующие последовательному отщеплению атомов хлора: m/z 293, 257 и 223.

Полученные соединения могут использоваться как полупродукты в синтезе широкого спектра различных, в том числе биологически активных веществ.

Список литературы

1. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2011. Вып. 8, № 2 с. 27-28.

2. Бутов Г.М., Дьяконов С.В., Мохов В.М. // Fluorine Notes (Фторные заметки): on-line журнал. – 2012. – № 3 (май-июнь). – http://notes.fluorine1.ru/ public/2012/3_2012/ letters/ rusletter3.html.

3. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2012. Вып. 9, № 5 с. 6-23.

4. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. // Известия Волгоградского государственного технического университета. -2007. Вып. 4, №5 с. 30-34.

5. Бутов Г.М., Мохов В.М., Дьяконов С.В. Пат. РФ № 2301796. – 2007. – Бюл. № 18.

КАЧЕСТВЕННОЕ И КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЙОДА В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТАХ И ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Лисина С.В., Ляхов А.И.

ГБОУ ВПО «Волгоградский государственный медицинский университет», Волгоград, e-mail: liahow.an@yandex.ru

По данным медицинской статистики эндемический зоб является одним из наиболее распространенных заболеваний, связанных с дисбалансом микроэлементов в организме человека. Эндемический зоб – прогрессирующее увеличение щитовидной железы, обусловленное недостаточным содержанием йода в питьевой воде и продуктах питания (Шмидт и соавт., 2007). Йод – микроэлемент, который необходим для синтеза гормонов щитовидной железы (Марри и соавт., 2009). В случае низкой интратиреоидной концентрации йода развивается компенсаторная гиперплазия щитовидной железы, способствующая увеличению секреции тиреотропина. Под действием тиреотропного гормона вначале происходит формирование диффузного зоба, а затем и узловых форм данного заболевания. При больших размерах зоба наблюдаются охриплость голоса, сухой кашель, нарушение глотания и приступы удушья при перемене положения тела (Окороков, 2001). Существенно снизить риск возникновения данного заболевания позволит прием в профилактических целях ряда лекарственных средств, содержащих йод в виде различных соединений. С учетом того, что на современном фармацевтическом рынке наблюдается повышенный спрос на подобные лекарственные средства, особенно актуальной задачей становится проведение качественного и количественного анализа препаратов. Количественное определение – этап фармацевтического анализа (фармакопейного анализа) наряду с описанием, подлинностью и чистотой. «Содержание действующих веществ» – важнейший показатель качества лекарственного средства, в частности его эффективности, нормируемый фармацевтическим стандартом и нормативными документами. Норматив содержания действующих веществ устанавливается в виде диапазона допустимых значений. Если верхний предел не указан, то он равен 100,5%.

По данным маркетинговых исследований наиболее популярными среди населения являются такие препараты как «Йодомарин 100», «Йодомарин 200», «Йодбаланс 100», «Йодбаланс 200» и «Йодид калия 200». Действующим веществом во всех указанных лекарственных препаратах является йодид калия. В результате многоцентровых исследований, проведенных в различных регионах России, выявлено, что стандартный метод групповой и индивидуальной коррекции зобной эндемии с использованием этих препаратов позволяет достичь достоверного уменьшения размеров щитовидной железы в большинстве регионов России. В среднем абсолютный размер щитовидной железы и индекс превышения уменьшились на 21%. Положительный эффект коррекции получен у 88% подростков, при этом у 33% щитовидная железа достигла нормальных размеров. (Дедов и соавт., 1999).

Еще одним эффективным способом профилактики эндемического зоба является использование в пищевых целях йодированной поваренной соли. При йодировании поваренной соли используются калиевые соли йодоводородной и йодноватой кислот (йодиды и йодаты соответственно). Йодат калия дороже, чем йодид, однако имеет ряд преимуществ: более стоек в составе соли и меньше реагирует с ее компонентами, не улетучивается при длительном хранении, сроки хранения и реализации соли с добавлением йодата калия увеличены до 9-12 месяцев и др. Актуальной задачей является проведение качественного анализа содержания йодида калия и, в особенности, йодата калия в поваренной соли различных производителей. Нами случайным образом была выбрана йодированная поваренная соль трех производителей: ООО «ХЛЕБЗЕРНОПРОДУКТ» (Россия), ООО «Руссоль» (Россия), «Akzo Nobel Salt bv» (Нидерланды).

Целью данного исследования явилось проведение сравнительного анализа содержания калия йодида в лекарственных препаратах, содержащих калия йодид в качестве активного вещества, а также качественное определение калия йодида и калия йодата в образцах йодированной поваренной соли различных производителей.

Материалы и методы. «Йодомарин 100», «Йодомарин 200», «Йодбаланс 100», «Йодбаланс 200» и «Йодид калия 200», йодированная соль пищевая «Marbelle» (ООО «ХЛЕБЗЕРНОПРОДУКТ»), йодированная соль пищевая (ООО «Руссоль»), йодированная соль пищевая «Зимушка-краса» («Akzo Nobel Salt bv»), раствор $AgNO_3$, спиртовой раствор эозина, уксусная кислота, реактивы, рекомендованные «Фармакопеей X», для проведения качественного анализа лекарственных препаратов. Для количественного определения использовали метод аргентометрического титрования (метод Фаянса).

Исследовательская часть. Исследование проводилось в 3 этапа. На первом этапе исследования определяли количественное содержание калия йодида в препаратах. Для этого использовали метод аргентометрического титрования (метод Фаянса), основанный на реакции:

$$KI + AgNO_3 = AgI \downarrow + KNO_3$$

В соответствии с Фармакопеей, к раствору KI в воде (для этого таблетки препарата растворяли в дистиллированной воде) добавляли разбавленную