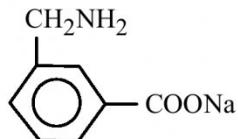


УДК 547.743.1.446.5/6

В.А.Журавлев, Т.В.Мурашкина, Т.В.Трусова

## ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПРОДУКТОВ ХЛОРИРОВАНИЯ И АМИНИРОВАНИЯ МЕТА-ТОЛУИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

Биологически активный препарат германского производства для лечения дисбактериоза под фирменным названием "Памба" по химическому составу представляет собой натриевую соль *m*- (аминометил) бензойной кислоты, имеющей формулу:



На основании накопленного опыта по введению в ароматическое ядро низко- и высокомолекулярных соединений функциональных групп различного состава и строения [1-3] мы осуществили синтез натриевой соли указанной кислоты по приведенной схеме.

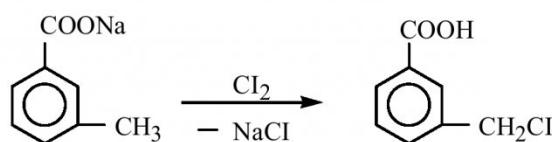
### 1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

#### 1.1. Хлорирование мета-толуиловой кислоты (МТК)

Хлорирование МТК осуществляли на лабораторной установке при фотохимическом и термическом инициировании – от химического инициирования мы отказались в связи с повышенными требованиями к чистоте синтезируемого вещества.

Анализ продуктов реакции, полученных при фотохимическом инициировании, показал, что содержание хлора почти вдвое превышает теоретическое для монозамещения, что, во-первых, говорит о последовательном хлорировании с получением ди- и тризамещенных продуктов и, во-вторых, не соответствует цели синтеза. В этой связи дальнейшее хлорирование вели при термическом инициировании в интервале температур 70–90°C. МТК перед синтезом переводили в водорастворимую натриевую соль, процесс хлориро-

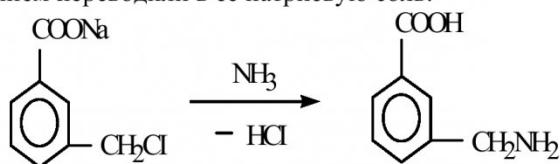
вания осуществляли, пропуская с помощью распределительного устройства газообразный хлор через раствор натриевой соли при фиксированных температурах 70, 80, 90°C. Выделяющийся в ходе процесса хлористый водород регенерировал натриевую соль до кислоты, которая по мере протекания процесса выпадала в осадок:



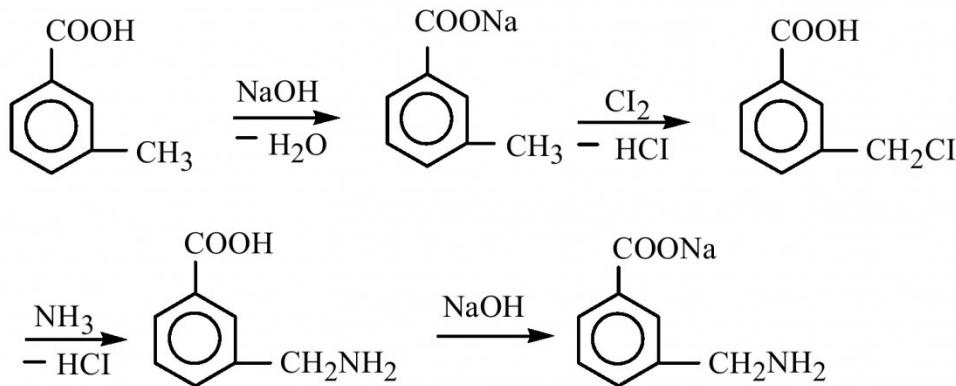
Хлор для проведения работы получали известным способом из перманганата калия и концентрированной соляной кислоты. Окончание реакции устанавливали анализом отбиаемых проб через определенные промежутки времени, в которых определяли содержание хлора по известной методике [4]. Результаты анализов представлены в табл.1 и на рис.1

#### 1.2. Аминирование мета- (хлорметил)бензойной кислоты

В качестве аминирующего агента в работе использовали 25%-ный водный аммиак, *m*-(хлорметил)бензойную кислоту перед аминированием переводили в ее натриевую соль:



Процесс вели в многогорлой колбе, снабженной мешалкой, капельной воронкой, холодильником и термометром при пятикратном мольном



*Схема синтеза натриевой соли бензойной кислоты*

Таблица I

Изменение содержания хлора (%) в зависимости от температуры и времени процесса

Температура, °C	Время процесса, мин							
	15	30	45	60	75	90	105	120
70	1,67	4,17	6,70	9,50	11,70	13,67	15,17	16,50
80	2,70	5,50	8,83	12,33	14,70	16,70	18,50	19,18
90	3,83	7,33	12,83	15,30	17,84	18,17	19,90	20,25

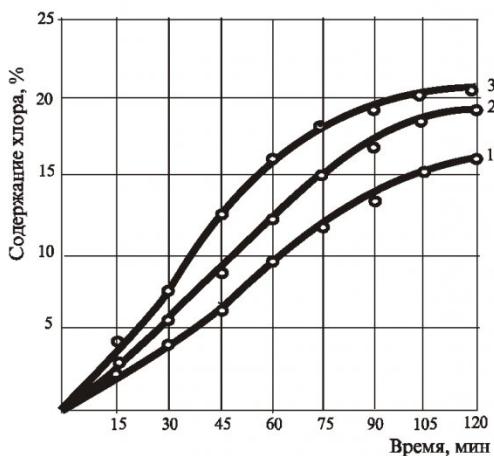


Рис. 1 Кинетические кривые процесса термического хлорирования м-толуиловой кислоты: 1,2,3 – температура процесса соответственно 70, 80 и 90 °C

избытке амиака. Температура процесса – 60, 70, 80 °C, время процесса – 9 часов. Окончание реакции как и при хлорировании, устанавливали отбором проб и анализом их на содержание азота по методу Кельдаля [5]. Результаты приведены в табл.2 и на рис.2.

## 2. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Из анализа хлорированных продуктов видно, что скорость процесса растет с повышением температуры. Показано, что при температуре 90 °C содержание хлора к концу процесса достигает максимального значения и приближается к теоретическому (20, 8%). Степень превращения в исследуемом диапазоне температур составляет 79,33; 92,21 и 90,35% при 70, 80 и 90 °C соответственно. Полученные образцы м-(хлорметил) бензойной кислоты представляют собой твердые продукты желтоватого цвета нерастворимые в воде. Для дальнейших исследований использовали образец с наибольшим содержанием хлора. Его промывали дистиллированной водой и переводили в водорастворимую натриевую соль.

С учетом степени превращения на стадии хлорирования (97,35%) теоретическое содержание азота должно составлять 9,08%.

Изучение процесса аминирования показало, что он достаточно длительный, повышение температуры процесса в исследуемом диапазоне способствует увеличению не только скорости, но и степени превращения. Так, при температуре 80 °C

достигается максимальная степень превращения, равная 93,6%. В ходе процесса аминирования образуется твердый продукт, выпадающий в осадок. Объясняется это превращением натриевой соли в кислоту за счет выделяющегося при реакции аминирования хлористого водорода.

Согласно цели работы готовый продукт должен представлять собой натриевую соль, поэтому после промывки дистиллированной водой его обрабатывали эквивалентным количеством едкого натра, вновь промывали водой и упаривали. В результате получен твердый продукт желтовато-серого цвета без выраженного запаха, растворимый в воде.

Таблица 2

Зависимость содержания азота в образцах от температуры и времени процесса

№ пробы	Содержание азота, %		
	60 °C	70 °C	80 °C
1	0,40	1,42	2,25
2	1,20	2,74	4,00
3	2,64	3,90	5,10
4	3,52	5,04	6,50
5	4,32	5,96	7,05
6	5,20	6,63	7,80
7	5,60	7,20	8,21
8	6,08	7,50	8,42
9	6,15	7,56	8,50

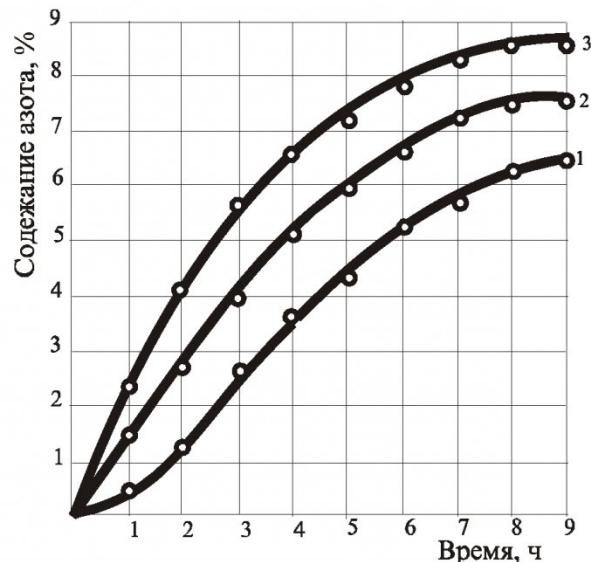


Рис.2 Кинетические кривые процесса аминирования м-(хлорметил) бензойной кислоты: 1, 2, 3 – температура процесса соответственно 60, 70, 80 °C

## ВЫВОДЫ

1. Отработан процесс хлорирования м-толуиловой кислоты по метильной группе путем термического инициирования при различных температурах.

2. Показано, что содержание хлора, близкое к теоретическому при монозамещении (97,35%) достигается через 2 часа при температуре процесса 90<sup>0</sup>C.

3. Отработана стадия аминирования м-(хлорметил)бензойной кислоты под воздействием 5-кратного избытка водного аммиака.

4. Показано, что максимальное содержание азота (93,6% от теоретического) достигается через 9 часов при температуре 80<sup>0</sup>C.

5. Проведена наработка продукта в оптимальных условиях с целью всестороннего изучения его свойств.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Журавлев В.А., Макридин В.П. Исследование процессов алкилирования сополимера стирола и дивинилбензола // НИИТЭХИМ "Депонированные научные работы", г.Черкассы, 1988г. № 93-ХП88
2. Журавлев В.А., Мурашкина Т.В., Максимкина Л.М. Исследование процессов сульфометилирования фенола // ВИНТИИ "Депонированные научные работы", г.Москва, 1994г. № 2030-В94
3. Журавлев В.А., Макридин В.П., Трусова Т.В. К вопросу расширения сырьевой базы в производстве анионитов // Труды международной научно-практической конференции "Химия – XXI век: новые технологии, новые продукты". г.Кемерово, 2001г., с.30-31
4. Одабашян Г.В. Лабораторный практикум по химии и технологии основного органического и нефтехимического синтеза // М. : Химия, 1982, с.100
5. Бобранский Б. Количественный анализ органических соединений // Перевод с польского под ред. Н.Э. Гельман. М. : Химия; 1961, с.85.

**УДК 662.62 : 552.57**

**Н.И.Федорова, Ю.Ф.Патраков**

## ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНОАКТИВИРОВАННОГО БАРЗАССКОГО УГЛЯ

Принципиальная возможность изменения реакционной способности углей может быть достигнута посредством интенсивного механохимического воздействия на угольное вещество. С физической точки зрения при механоактивации угля происходит его диспергирование, приводящее к увеличению удельной поверхности, раскрытию недоступных ранее пор. С химической точки зрения основной результирующий эффект этого многофакторного процесса можно описать как деформацию угольного вещества, приводящую к изменению межатомных и межмолекулярных связей, сопровождающуюся их ослаблением и в предельном случае вызывающую механиче-

ский разрыв химических связей и образования большого количества активных радикалов [1]. При этом направленность и глубина структурных и химических превращений органической массы углей (ОМУ) зависят как от вида и интенсивности передачи механической энергии, так и от свойств самого угля. Таким образом, логично предположить, что механоактивационная обработка углей может способствовать изменению их термической устойчивости, растворимости и реакционной способности в процессах их последующей переработки.

Цель публикуемой работы – изучить влияние предварительной механоактивации методом гидростатической обработки

барзасского угля на процесс термической деструкции в инертной атмосфере.

Влиянию механоактивации углей посвящено значительное число работ, отражающих различные аспекты данной проблемы [1-6]. Угольные образцы, при измельчении в аппаратах различной конструкции, подвергаются комплексному механическому воздействию (удар, сдвиг, сжатие, скол и др.), поэтому при изучении процесса очень трудно дифференцировать влияние каждого из них. В связи с этим в данной работе использован метод гидростатической обработки (ГСО) [6,7], позволяющий выделить преимущественно один вид воздействия – равномерное объемное

Характеристика барзасского угля

Таблица 1

Технический анализ, %			Элементный состав, % на daf					Петрографический состав, %	
W <sup>a</sup>	A <sup>d</sup>	V <sup>daf</sup>	C	H	S	N	O	витринит	липтинит
0,3	34,6	47,0	83,1	8,3	1,8	0,4	6,4	10	90