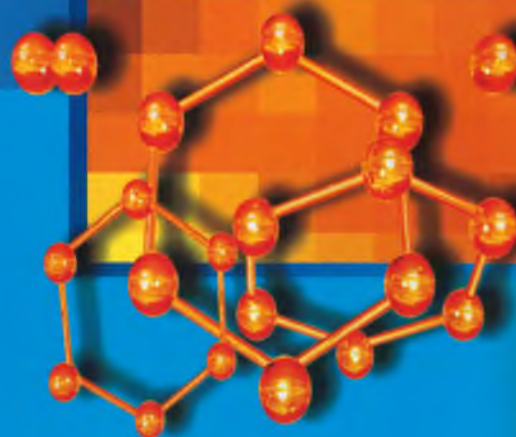


ISSN 1992-9498



KIMIYO 1

VA KIMIYO TEXNOLOGIYASI # (59) 2018



ХИМИЯ
И ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Химия и химическая технология научно-технический журнал

Издается 4 раза в год с 2003 года

СОДЕРЖАНИЕ

1/2018

Главный редактор -
Турабжанов Садритдин
Махаматдинович
Заместитель главного редактора -
Муталов Шухрат Ахмаджонович

Редакционная коллегия
Абдурашидов Т.Р.
Адилов Р.И.
Арипова М.Х.
Атакузиев Т.А.
Ахмеров К.М.
Джалилов А.Т.
Додаев К.О.
Икрамов А.
Исмагуллаев П.Р.
Нурмухамедов Х.С.
Рахманбердиев Г.

Редакционный совет
Абдуразакова С.Х. (ТХТИ)
Гулямов Ш.М. (ТГТУ)
Дадаходжаев А.А.
(ГАК "Узкимсапоат")
Закиров Б.С. (ИОНХ АН РУз)
Магруппов Ф.А. (ТХТИ)
Махкамов Х.М. (УзКФТИ)
Мухамедов Г.И. (ЧГПИ)
Нигматов С.С.
(ГУП "Fan va tagrakkiyot")
Рахимов Ш.Н. (ХК "Узвинпром")
Рашидова С.Ш. (ИФХП АН РУз)
Сагдуллаев Ш.Ш. (ИХРВ АН РУз)
Тураев А.С. (АН РУз)
Сайфутдинов Р.С. (ТХТИ)
Таджиходжаев З.А. (ВАК РУз)
Тураев Х.Х. (Термезский ГУ)
Юсуббеков Н.Р. (ТГТУ)

Учредитель – Ташкентский
химико-технологический институт

Журнал включен в перечень
рецензируемых научных журналов,
рекомендованных ВАК РУз для
публикации научных результатов
диссертаций на соискание ученой
степени

Ответственный секретарь –
Мкртчян Р.В.

Адрес редакции:
100011, Ташкент, ул. Навои, 36
e-mail: journal_tcti@mail.ru
http://tkti.uz/journal
Тел./Факс: (998 71) 244-92-48

ТЕХНОЛОГИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

- Гуламова Д.Д., Турдиев Ж.Ш., Бахронов Х.Н., Небесный А.А., Бобокулов С.Х. Технология получения термостойких керамических изделий на основе титаната алюминия, муллита, шпинели, синтезированных солнечной энергией 3
- Курбанов М.Ш., Нуралиев У.М., Курбанов С.С. Использование микрокремнезема в технологии получения кремния и ферросилиция 8
- Оразымбетова Г.Ж., Искандарова М.И., Адылов Д.К. Исследование процессов гидратации и формирования структуры цементного камня из клинкеров на основе мергелей и барханных песков Республики Каракалпакстан 13
- Искендеров А.М., Эркаев А.У., Тоиров З.К. Реологические свойства суспензий, образующихся при очистке низкосортной поваренной соли 16

ХИМИЯ И ТЕХНОЛОГИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

- Балтабаев У.А., Джураев А.Д. Синтез производных 1-(1(2)-антрахинонил)-3-ароилтиомочевины 20
- Файзуллаев Н.И., Турсунова Н.С. Получение этилена из метана с использованием марганец содержащего катализатора 24
- Кайпназаров Т.Н., Абдикамалов Д.Х., Абдиреймов К.Б. Взаимодействие бензимидазола и 2-метилбензимидазола с арилсульфохлоридами 29
- Махсумов А.Г., Ибрагимов А.А., Валеева Н.Г., Шомуротова Ш.Х., Умарова М.Б. Синтез и исследование свойств производного 2-хлорфенил-азо-(2'-метил-5'-изопропил-4'-аллилфенола) 32
- Кодиров О.Ш., Курбанов З.Ч., Икрамов А. Способ получения аминов алифатических жирных кислот 35
- Зиядуллаев О.Э., Огамухамедова Г.К., Абдурахманова С.С. Синтез ацетиленовых спиртов и их эфиров на основе кротонового альдегида – отхода производства 38

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛИМЕРНЫХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

- Адилов Р.И., Алимухамедов М.Г., Магруппов Ф.А. Олигомер N-изобутилиден-N-2-гидроксизетил-N-2,3-эпоксипропил аммоний хлорида как многофункциональная добавка в производстве пенополиуретанов 45
- Тураев Т.Б., Игамкулова Н.А., Менглиев Ш.Ш. Очистка аминовых растворов от коррозионноактивных веществ с применением механической фильтрации и ионообменных смол 49
- Жуманиязов М.Ж., Курамбаев Ш.Р., Жуманиязова Д.М., Сапарбаева НК, Ибрагимова НМ. Композиционный модификатор ржавчины на основе мясного сырья и техногенных ресурсов 53

ПРОЦЕССЫ, АППАРАТЫ, МОДЕЛИРОВАНИЕ

- Юнусов Б.И., Касымов Ф.О., Артиков А.А. Автоматизированный расчет процесса пневмосепарации сыпучих материалов в псевдооживленном слое 55
- Маматханова М.А., Бобоев О.К., Халилов Р.М. Изучение стадии экстракции сложных эфиров сесквитерпеновых спиртов из надземной части *Ferula angrenii* 64
- Саидвалиев С.С., Маматов М.М., Мажидов К.Х. Исследование физико-химических характеристик омыления жировых смесей и получение мыльной основы 68

ЭКОЛОГИЯ

- Эркабаев Ф.И., Исмаилова Н.А. Утилизация хроматсодержащих отработанных растворов и сточных вод 72

ПИЩЕВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ, БИОТЕХНОЛОГИЯ, ФАРМАЦЕВТИКА

- Ахмедов А.Н., Абдирахимов А.С., Дустмуродова С.Ж. Физико-химические показатели форпессового масла, получаемого из низкосортных семян хлопчатника 75

СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ 1-(1(2)-АНТРАХИНОНИЛ)-3-АРОИЛТИОМОЧЕВИНЫ

У.А. БАЛТАБАЕВ, А.Д. ДЖУРАЕВ

Ташкентский государственный стоматологический институт

1-aminoanthraquinon va 2-aminoanthraquinonlarni fenilizotiosianat, galogen-, nitrobenzoilizo-tiosianatlar bilan dimetilformamid muhitida 90 °C xarorarda qizdirish yo'li bilan 5 soat davomida o'zaro ta'sirlashishi natijasida 1,3 almashingan tiomochevinalarni tegishli hosilalari olindi. Sintez qilingan moddalarni bo'yash xossalari o'rganildi. 1-(1-antraxinonil)-3-(para-xlorbenzoil) tiomochevinani bo'yash xossasi aniqlandi va bu birikma rezina aralashmalarni, parafin shag'amlarni va polietilen plyonkalarini bo'yovchi modda sifatida qo'llanildi.

Взаимодействием 1-аминоантрахинона и 2-аминоантрахинона с фенилизотиоцианатом, галоген-, нитробензолизотиоцианатами в среде диметилформамида путем нагревания при 90 °C в течение 5 ч получены соответствующие производные – 1,3 замещённые тиомочевины. Изучены красящие свойства синтезированных соединений. Выявлены свойства красителя 1-(1-антрахинонил)-3-(пара-хлорбензоил) тиомочевины и использованы для придания окраски резиновых смесей, парафиновых свечей и полиэтиленовых пленок.

By the reaction of 1-aminoanthraquinone and 2-aminoanthraquinone with phenylisothiocyanate, halogen-, nitrobenzoylisothiocyanates in dimethylformamide by heating at 90 °C for 5 hours, the corresponding derivatives – 1,3 substituted thioureas were obtained. The dyeing properties of synthesized compounds were studied. The property of the dye in 1-(1-antraquinonyl)-3-(para-chlorobenzoyl) thiourea has been revealed and this compound is used as a dye of rubber compounds, paraffin candles and polyethylene films.

Введение

Конденсация 1-аминоантрахинона с фенилизотиоцианатом проходит с образованием N¹-(1-антрахинонил)-N²-фенилтиомочевины при температуре 90 °C в растворе пиридина [1, 2]. Выход замещенной N,N¹-тиомочевины составляет 40%. При температуре 150-160 °C реакция в отсутствие растворителя сопровождается осмолением и превращением тиомочевины в мочевинол. Десульфуризация замещенной тиомочевины наблюдается также в диметилсульфоксиде или диметилформамиде при нагревании (80-100 °C) в присутствии каталитических количеств кислоты и при комнатной температуре [2].

Относительно низкий выход N¹-антрахинонил-N²-фенилтиомочевины (40%), по нашему мнению, связан с побочными процессами (циклизация в производное тиазола), а также с осмолением.

Объекты и методы исследования

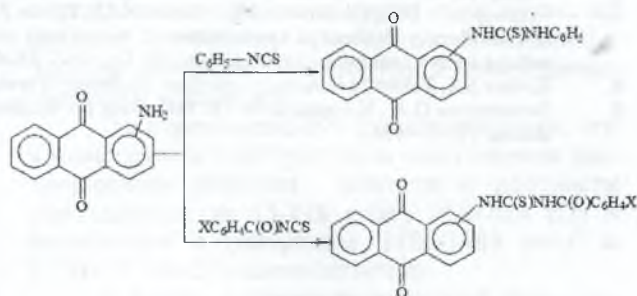
С целью получения антрахинонилтиомочевин с высокими выходами изучены реакции фенилизотиоцианатом и замещенных бензоилизотиоцианатов с 1-аминоантрахиноном и 2-аминоантрахиноном что, позволило бы получить потенциально новые биологически активные антрахинонилтиомочевины, а также было интересно выяснить влияние заместителей в ароматическом кольце (карбонильная группа) антрахинона на ход реакции.

С этой целью изучали реакции 1-

аминоантрахинона и 2-аминоантрахинона с фенилизотиоцианатом и замещенными бензоилизотиоцианатами. Реакции проводили в растворе диметилформамида путем нагревания при 90 °C в течение 5 ч [3, 4]. Без нагревания реакция не идет.

где X = 2-, 3-, 4-NO₂; 2-, 3-, 4-Cl; 2-, 3-, 4-Br; 2-, 3-, 4-I; группы NH₂, NHC(S)NHC₆H₅, NHC(S)NHC(O)C₆H₄X находятся в положении 1 или 2.

Инфракрасные спектры соединений получены на приборе двухлучевом спектрофотометре ИКС-29.

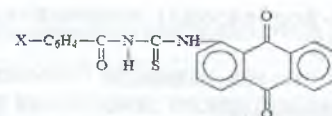


Хромато-масс-спектр получен на хромато-масс-спектрометре Agilent 7890B/5977A – АЛ-СИ-ХРОМ.

Испытание физико-механических показателей вели по ГОСТ 270-75, 263-75, 267-73, 262-79 «Резина, метод определения упругопрочностных свойств при растяжении».

Таблица 1

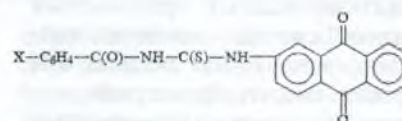
Физико-химические характеристики
1-(X-замещенных бензоил)--3-(1-антрахинонил)
тиомочевины:



№ соед.	X	Выход, %	T _{пл.} , °C	R _f	Найдено, %		Вычислено, %		
					C	N	Брутто формула	C	N
I	2-Cl	85	154-5	0.52	62.60	6.55	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SCl	62.78	6.66
II	3-Cl	88	215-6	0.64	62.68	6.51	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SCl	62.78	6.66
III	4-Cl	93	192-3	0.56	62.75	6.62	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SCl	62.78	6.66
IV	2-Br	80	141-2	0.72	56.69	5.91	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SBr	56.77	6.02
V	3-Br	82	187-8	0.75	56.61	5.96	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SBr	56.77	6.02
VI	4-Br	86	166-7	0.62	56.58	5.88	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SBr	56.77	6.02
VII	2-NO ₂	89	159-0	0.78	61.08	9.60	C ₂₂ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	61.25	9.74
VIII	3-NO ₂	91	202-3	0.69	61.15	9.51	C ₂₂ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	61.25	9.74
IX	4-NO ₂	95	183-4	0.74	61.05	9.57	C ₂₂ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	61.25	9.74
X	2-J	78	133-4	0.58	51.50	5.39	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SJ	51.56	5.47
XI	3-J	81	196-7	0.54	51.41	5.35	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SJ	51.56	5.47
XII	4-J	84	172-3	0.61	51.47	5.27	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SJ	51.56	5.47
XIII	ФТМ	96	196-8	0.71	70.18	7.61	C ₂₁ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	70.39	7.82

Таблица 2

Физико-химические характеристики
1-(X-замещенных бензоил)--3-(2-антрахинонил)
тиомочевины:



№ соед.	X	Выход, %	T _{пл.} , °C	R _f	Найдено, %			Брутто формула	Вычислено, %		
					C	H	N		C	H	N
XIV	2-NO ₂	92	241-2	0.80	60.79	2.89	9.45	C ₂₂ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	61.25	3.02	9.74
XV	3-NO ₂	95	279-80	0.67	60.89	2.94	9.39	C ₂₂ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	61.25	3.02	9.74
XVI	4-NO ₂	98	282-4	0.75	60.94	2.86	9.45	C ₂₂ H ₁₃ N ₃ O ₅ S	61.25	3.02	9.74
XVII	4-Br	89	267-8	0.54	56.46	2.71	5.83	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SBr	56.77	2.80	6.02
XVIII	3-Br	88	259-1	0.60	56.49	2.66	5.58	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SBr	56.77	2.80	6.02
XIX	2-Br	87	256-8	0.81	56.30	2.61	5.62	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SBr	56.77	2.80	6.02
XX	2-Cl	90	252-4	0.66	62.41	3.00	6.21	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SCl	62.78	3.09	6.66
XXI	4-Cl	94	265-7	0.64	62.39	3.03	6.47	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SCl	62.78	3.09	6.66
XXII	2-J	83	237-9	0.68	51.22	2.44	5.21	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SJ	51.56	2.54	5.47
XXIII	3-J	86	245-6	0.63	51.10	2.31	5.02	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SJ	51.56	2.54	5.47
XXIV	4-J	87	251-3	0.72	51.16	2.39	5.17	C ₂₂ H ₁₃ N ₂ O ₃ SJ	51.56	2.54	5.47
XXV	ФТМ	98	296-7	0.59	70.12	3.67	7.58	C ₂₁ H ₁₄ N ₂ O ₂ S	70.39	3.91	7.87

Результаты и обсуждение

В результате проведенных экспериментов получен хороший выход 1-(1-антрахинонил)-3-ароил(фенил)тиомочевины и 1-(2-антрахинонил)-3-ароил(фенил)тиомочевины. Результаты исследований представлены табл. 1 и 2. В реакции фенилизотиоцианата с 2-аминоантрахиноном образовался продукт 1-(2-антрахинонил)-3-фенилтиомочевины (XXV) с высоким выходом (98%).

Реакционную способность аминогруппы в аминоантрахинонах определяет ее основность, а также пространственное расположение в кольце. В отличие от 1-изомера в молекуле 2-аминоантрахинона аминогруппа далека от кар-

бонильной и не находится под ее влиянием за счет образования водородных связей NH₂-группы с карбонильной группой. При сравнении выходов продуктов взаимодействия замещенных бензоилизотиоцианатов с 1-аминоантрахиноном установлено, что выход производных тиомочевины в случае 2-аминоантрахинона больше, чем 1-аминоантрахиноне. Например, выход 1-(2-антрахинонил)-3-(3-йодбензоил)тиомочевины (XXIII, табл. 2) составляет 86%, у 1-(1-антрахинонил)-3-(3-йодбензоил)тиомочевины (XI, табл.1) 81%. Также установлено, что 1-(2-антрахинонил)-3-(3-нитробензоил)тиомочевина (XV, табл. 2, 95%) образуется в большем количестве, чем 1-(2-

антрахинонил)-3-(3-йодбензоил)тиомочевина (XXIII, 86%, табл. 1).

Рассматривая это как результат большего влияния электроноакцепторного заместителя на реакционную способность ароилизотиоцианатов по сравнению с электронодонорным влиянием заместителя, можно прийти к выводу, что, NO₂-группа усиливает реакционную способность тиокарбонила изотиоцианатной группы. Возможно, помимо этого, надо иметь в виду каталитическое влияние -C=O группы 1-аминоантрахинона на комплексобразование в переходном состоянии или промежуточном соединении, а также роль растворителя диметилформамида. Выходы продуктов присоединения к антрахинону бром замещенных бензоилизотиоцианатов несколько различаются в зависимости от положения заместителя (бром в ароильном кольце). 1-(1-антрахинонил)-3-(3-бромбензоил) тиомочевина (V, табл. 1) получена с 82%, а *n*-бром изомер (VI, табл. 1) с 86% выходом.

Строение синтезированных производных фенил- и замещенных бензоилтиомочевин подтверждено данными элементного анализа, ИК спектроскопией и хромато-масс-спектрометрией.

При сравнении ИК спектров производных тиомочевины наблюдается их сходство. Выявлены полосы поглощения, характерные для C=O, C=S, N-C, C₆H₅, NH-CS, NH-групп.

Например, на ИК спектре 1-(2-антрахинонил)-3-(3-нитробензоил)тиомочевины (XV) видна полоса поглощения в области 1100 см⁻¹, характерная для валентных колебаний C=S связи. Полоса поглощения в области 1355 см⁻¹ характерна для связи N-C; в области 1480 см⁻¹ – для валентных колебаний NH-CS-группы; в области 1580, 1590, 1640 см⁻¹ – для двойной связи бензольного кольца и конденсированной системы. Полоса поглощения 1680 см⁻¹ соответствует C=O связи, а в области 2855 и 2935 см⁻¹ для C-H связи и 3350 см⁻¹ – NH-группы. Отсутствует полоса -C=N-группы.

На ИК спектре 1-(1-антрахинонил)-3-(4-хлорбензоил)тиомочевины (III) имеются характерные полосы поглощения валентных колебаний в области: 1015 см⁻¹ для C-Cl связи, 1093 см⁻¹ для C=S связи, 1282 см⁻¹ для C-N связи, 1486 см⁻¹ для NHCS-группы, 1527, 1544, 1606, 1637 см⁻¹ для C₆H₅ арила и конденсированной системы, 1695, 1748 см⁻¹ для C=O связи, 2810, 2882 см⁻¹ для C-H связи, 3312, 3427 см⁻¹ для NH связи.

В хромато-масс-спектре 1-(2-антрахинонил)-3-(3-нитробензоил)тиомочевины (XV) наблюдается молекулярная линия иона M⁺ с m/z=431. Как и в случае других веществ фрагментация молекулярного иона имеет два направления. Наблюдается также линия иона антрахинона с молекулярной массой m/z=208. Антрахинон имеет более высокий потенциал ионизации, по-

этому в масс-спектре наблюдаются слабые линии ионов (антрахинон +R). При изучении красящего свойства синтезированных новых производных антрахинона в лабораторных исследованиях были выявлены свойства красителя только у одного соединения: 1-(1-антрахинонил)-3-(*para*-хлорбензоил)тиомочевина (III) и этот краситель применен для окрашивания резиновых смесей взамен широко применяемого пигмента оранжевого «Ж» [5].

Для определения красящей активности 1-(1-антрахинонил)-3-(*para*-хлорбензоил)-тиомочевины были проведены испытания в центральной заводской лаборатории УзПО «Узбекрезинотехника».

Физико-химические свойства известной смеси и предлагаемых с новым красителем сведены в табл. 3.

Предлагаемый препарат III окрашивает резиновые смеси и придает им равномерную интенсивную окраску. При этом, наблюдается некоторое повышение упруго-прочностных характеристик. Так, условная прочность при растяжении увеличивается в 1.2-1.5 раза, относительное удлинение при разрыве повышается в 1.10-1.15 раза, а цвет резины не изменяется даже при температуре вулканизации до 180 °С.

Таким образом, препарат 1-(1-антрахинонил)-3-(*para*-хлорбензоил) тиомочевина повышает физико-механические показатели резин по сравнению с применяемым пигментом оранжевым и может быть рекомендован в качестве красителя для приготовления резиновых смесей.

Новый краситель 1-(1-антрахинонил)-3-(*para*-хлорбензоил)тиомочевина (III) был использован в производстве парафиновых свечей в производственном объединении «Фергананефторгсинтез». Была окрашена промышленная партия парафиновых свечей общей массой 450 кг. С применением нового красителя III свечи приобрели оранжевый цвет. Новый краситель III заменил импортный краситель «С» бордо. Установлен социальный и технический эффект: улучшился внешний вид парафиновых свечей и

