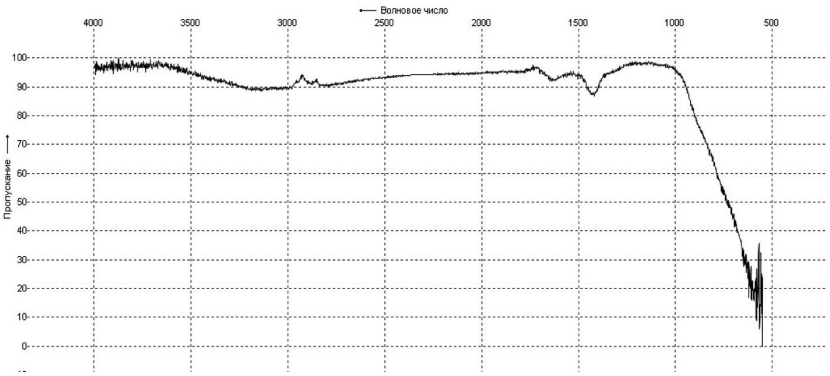


Рис.2. ИК-спектр гидратированного диоксида титана

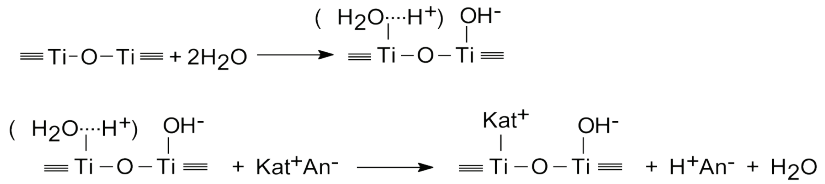
Особенности структуры ионитов проявляются и в результатах термогравиметрического исследования. Общий вид полученных термограмм интеркалированных образцов аналогичен. Результаты термогравиметрического анализа показали, что в образцах при T=120°C уходит 10-20% адсорбционной воды, при T=250°C уходит 30-40% кристаллизационной воды и при T=330°C уходит 17-25% конституционной влаги. При температуре свыше 400°C потери массы не происходит. Таким образом, был доказан гидратированный характер полученных сорбентов.

Первым этапом исследования сорбционной способности стало определение оптимального времени сорбции, pH растворов, а так же выявление рядов селективности. Из полученных данных было определено оптимальное время контактирования сорбента с раствором, которое составило 7 часов; и оптимальное значение pH исходных растворов, которое составляет 6,5-8.

Ряды селективности для щелочных металлов: $Rb^+ > K^+ > Na^+ > Li^+$ (ГДТ); $K^+ > Na^+ > Rb^+ > Li^+$ (ГДТ, интеркалированный Li^+); $Rb^+ > Na^+ > Li^+ > K^+$ (ГДТ, интеркалированный K^+); $K^+ > Rb^+ > Li^+ > Na^+$ (ГДТ, интеркалированный Na+). По отношению к переходным металлам все полученные сорбенты обладают высокой сорбционной способностью.

Кислотно-основные свойства гидратированного диоксида титана являются основными параметрами для их применения в качестве ионообменника. Для установления количества и типа функциональных групп, входящих в состав полученных сорбентов, а также рабочей области pH процесса сорбции использован метод потенциометрического титрования в системе H^+/Na^+ (K^+) способом отдельных навесок. Кривые титрования образцов имеют классический вид. Полученный характер зависимости можно интерпретировать следующим образом. При добавлении первых порций титранта происходит сорбция ионов калия (или натрия), при которой ионы гидроксония из сорбента выделяются в раствор и нейтрализуются введением гидроксид-ионов – первый участок на кривых. Резкое изменение pH связано с избыточной концентрацией основания. При этом происходит скачок в значении pH – второй участок. При дальнейшем добавлении основания pH практически не изменяется – третий участок. На этом участке сорбция ионов не наблюдается. По полученным кривым были рассчитаны pK образцов. Значения pK для полученных сорбентов колеблются от 8,5 до 9,0.

Исходя из полученных данных, уравнение ионного обмена можно представить следующим образом:



Были оценены параметры кинетики, на основании которых построены кинетические кривые. Кинетические кривые состоят из двух стадий: первому участку соответствует пленочная или внешняя диффузия, она протекает на поверхности гранул, это быстрая стадия. Второму участку соответствует гелиевая или внутренняя, диффузия внутрь сорбента, это медленная стадия, определяющая скорость обменных процессов.

Выводы.

1. Осуществлен синтез гидратированного диоксида титана (IV) методом прямого осаждения при различных объёмных соотношениях осадителей.

2. Комплексом физико-химических методов (рентгеноструктурный анализ, ИК-спектроскопия, термогравиметрия) исследовали структуру синтезированных образцов. При введении интеркалята структура сорбентов искажается, а сорбционные свойства увеличиваются. Синтезированные образцы являются катионитами.

3. Определены оптимальные условия сорбции (pH=6,5-8, время контактирования 7 часов).

4. Проведенные исследования могут служить основой для разработки новых методик по разделению близких по свойствам металлов и их концентрированию.

Список литературы

1. Scholhom A. Intercalation compounds / A. Scholhom. – London: Academic Press, 1984. - P. 249-349.

2. Кострикин А.В. ИК-спектр гидратированного диоксида титана/ А.В. Кострикин, Р.В. Кузнецова, О.В. Косенкова// Вопросы современной науки и практики. РУДН. - 2007.- № 2.- С. 185.

3. Долматов, Ю.Д. Определение химически связанных ОН-групп в гидратированной двуокиси титана / Ю.Д. Долматов., Т. Л. Рогачевская // Журн. прикл. химии. – 1973. - Т. 46. – С. 964.

4. Белинская Ф.А. К вопросу о строении и ионообменных свойствах гидрооксиси титана. Физико-химическое исследование структуры образцов гирооксиси титана, получаемых щелочным гидролизом в системе TiCl4-HCl-H2O / Ф.А. Белинская, Е.Д. Макарова // Ионный обмен и ионометрия. – Л., 1967. - №1. - С. 21-33.

5. Шарыгин Л.М. Золь-гель метод получения неорганических сорбентов на основе гидроксидов титана, циркония и олова / Л.М. Шарыгин, В.Ф. Гончар, В.Е. Моисеев // Ионный обмен и ионометрия: ежегодник. - Л., 1986. - № 5. - С. 9-29.

6. Ласкорин Б.Н. Сорбция ионов цветных металлов и железа неорганическими ионитами на основе титана / Б.Н. Ласкорин, В.А. Голдобина, А.М. Копанев // Цветные металлы. – 1973. - № 1. – С. 122.

Секция «Синтез органических и неорганических веществ, композиций, полимерных материалов и математическое моделирование процессов и аппаратов для их получения», научный руководитель – Иванкина О.М., канд. хим. наук

СИНТЕЗ 1-(НАФТИЛ-1)-3-[(АДАМАНТ-1-ИЛ)МЕТИЛ] МОЧЕВИНЫ

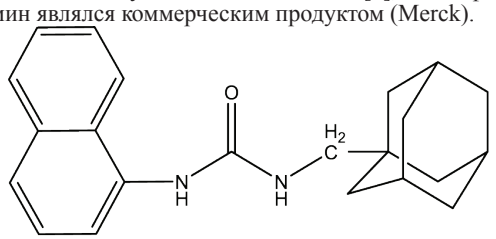
Белова А.М., Данилов Д.В., Бурмистров В.В., Бутов Г. М.

Волжский политехнический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета., Волжский, Россия

На сегодняшний день одной из основных задач исследователей является поиск новых эффективных ингибиторов растворимого эпоксида гидролазы (sEH) человека. Данные ингибиторы должны соответствовать ряду параметров, влияющих на биодоступность соединений, температуре плавления и растворимости. Эффективными соединениями, которые соответствуют вышеприведённым параметрам, являются 1,3-дизамещённые мочевины, содержащие 1-адамантильные радикал в левой части мочевины. Такие соединения применяют в качестве нейромедиаторов, влияющих на кровяное давление и воспалительные процессы [1-3].

Для увеличения биодоступности адамантилсодержащих мочевин, в структуру левой части, содержащей адамантильную группу, следует вводить спейсерские мостики различной длины между адамантильной группой и атомом азота мочевины. Раннее в нашей работе [4] было замечено, что у мочевины, не имеющей метильного фрагмента между мочевинной и адамантильной группами температура плавления выше на 80 ^{0}C, чем у аналогичной структуры мочевины отличающейся наличием метильного фрагмента. Так же из литературы [5] известно, что метиленовая группа между адамантановым ядром и атомом азота влияет на активность адамантилмочевин по отношению к вирусу осповакцины. При введении метильной группы в структуру, фенилсодержащей мочевины, между мочевинной группой и адамантильным фрагментом увеличивается биологическая активность. Таким образом, синтез 1-(нафтил-1)-3-[(адамант-1-ил)метил] мочевины позволит нам получить потенциально новый ингибитор эпоксида гидролазы (sEH) человека и одновременно биологически активное соединение противовирусной направленности.

В качестве исходных соединений для получения целевого продукта использовался 1-изоцианатометиладамантан полученный по методике [6], а 1-нафтиламин являлся коммерческим продуктом (Merck).



Реакцию получения 1-(нафтил-1)-3-[(адамант-1-ил)метил] мочевины проводили в диметилформамиде при температуре 15-25°C и при соотношении реагентов 1:1 . Реакционную смесь перемешивали в течение 4 часов после чего в реакцию вводили водный раствор 1N HCl (25 мл), и смесь перемешивали ещё 30 минут. Кристаллический осадок отфильтровывали и промывали 25 мл воды, а затем 15 мл этилацетата. Полученное твердое вещество сушили в вакууме. Выход продукта после очистки составил 96%. Идентификацию состава и строения полученного соединения доказывали с помощью ТСХ, ЯМР ^{1}H-спектроскопии и масс-спектрометрии.

Список литературы

1. Hwang S.H., Tsai H., Hammock B.D. Orally Bioavailable Potent Soluble Epoxide Hydrolase Inhibitors // J. Med. Chem., № 50, 2007, p. 3825-3840.
2. Пат. 2487117 РФ, МПК C07C273/18, C07C275/18, C07C275/26. Способ получения 1,3-дизамещенных мочевин производных 1,3-диметиладамантана / Г.М. Бутов, В.В. Бурмистров. - Заявл. 13.06.2012; опубл. 10.07.2013, Бюл. № 19.
3. Пат. 2486893 РФ, МПК A61K31/00, C07C275/28, C07C275/18. Способ получения бис[3-метил(адамант-1-ил)]мочевин / Г.М. Бутов, В.В. Бурмистров. - Заявл. 13.06.2012; опубл. 10.07.2013, Бюл. № 19.
4. Зубович Е.А. Синтез 1,3-дизамещенных мочевин и бисмочевин – структурных элементов для супрамолекулярных соединений / Е.А. Зубович, В.В. Бурмистров, Г.М. Бутов [и др.] // Бутлеровские сообщения. - 2013. - Т.33, №1. - С. 65-68.
5. Исаев С.Д. Адамантилсодержащие мочевины связь между строением и вирусингибирующей активностью / С.Д. Исаев, М.И. Новикова, И.Г. Семёнова [и др.] // Химико-фармацевтический журнал -1989. – Т.23, №9. – С 1091-1094.
6. Бутов Г.М., Бурмистров В.В. Синтез и химические свойства 1-изоцианато-3,5-диметиладамантана. Известия Волгоградского государственного технического университета. 2012. Т.5. №9. С.62-66.

УВЕЛИЧЕНИЕ ТЕПЛОСТОЙКОСТИ КЛЕЕВЫХ СОСТАВОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИХЛОРОПРЕНА МОДИФИЦИРОВАННЫХ ВОЛОКНИСТЫМИ НАПОЛНИТЕЛЯМИ

Блинов А.А., Руденко К.Ю., Новопольцева О.М., Кейбал Н.А., Каблов В.Ф.

Волжский политехнический институт(филиал) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Волгоградский государственный технический университет», Волжский, Россия

Целью работы являлось изучение возможности повышения теплостойких свойств клеевых составов на основе полихлоропрена модифицированных волокнистыми наполнителями, а так же увеличение адгезионных свойств и в дальнейшем испытание на огнестойкость.

В качестве объектов исследования были выбраны клеевые составы на основе полихлоропрена, марок 88-НТ и 88-СА. В качестве наполнителей исследовались полиамидные, углеродные, базальтовые и асбестовые волокна.

Изменение адгезионных показателей исследуемых композиций проверялось на вулканизованных резинах на основе: изопреновых (СКИ-3), этиленпропиленовых (СКЭПТ-40), бутадиеннитрильных (СКН-18) и хлоропреновых (ХК) каучуков [1].

В целом эффективность армирования полимерных композиций зависит от ряда факторов, среди которых: влияние типа и содержания наполнителя, длины и размеров, адгезии между наполнителем и полимерным связующим, ориентации волокон [2].

Регулирование этих факторов позволяет улучшать технологические свойства получаемых композиционных материалов [2].

При определении влияния типа и содержания волокнистых наполнителей на адгезионные свойства клеев серии 88 были выявлены следующие закономерности: введение в клеевые композиции волокнистых наполнителей в количествах 0,1 – 0,5% приводит к повышению прочности клеевого крепления резин в среднем на 20-40%. Данные представлены в таблице 1 [3, 4].