

## ЛИТЕРАТУРА

1. Э.М. Лйзенштейн. Производство химических волокон на рубеже столетий // Хим.волокна. 2000. № 4. С. 60-64.
2. Михеев Ю.А., Заиков Г.Е. О механизме абсорбции воды полимерами // Высокомол.соед. 1999. Сер. А. Т. 41. № 5. С.852-863.

УДК 661.7:547.796.1

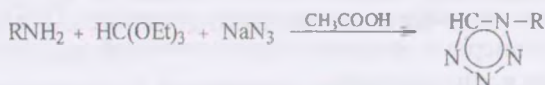
Ю.В. Григорьев, П.Н. Гапоник (НИИ ФХП У БГУ, г. Минск);  
Д.Г. Калипук (УО БГТУ, г. Минск)

### БЕЗОПАСНАЯ МАЛООТХОДНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ 1-(2-ГИДРОКСИЭТИЛ)ТЕТРАЗОЛА

Возрастающий во всем мире интерес к N-замещенным тетразолам обусловлен, прежде всего, значительными успехами, достигнутыми в получении на основе 1-моно-, 1,5- и 2,5-дизамещенных тетразолов целого ряда высокоэффективных лекарственных препаратов - антибиотиков цефалоспоринового ряда, гипохолестериновых, антигипертензивных и противовирусных средств, в том числе ингибиторов ферментов ВИЧ/СПИДа. Кроме того, N-замещенные тетразолы перспективны в качестве аналитических реагентов, радиопротекторов, гербицидов, компонентов смесевых топлив, пиротехнических, взрывчатых и газогенерирующих составов, имеют исключительно важное значение в синтетической химии при получении различных классов соединений [1].

Однако, несмотря на наличие обширных потенциальных возможностей для применения производных тетразола, конкретное использование многих из них до последнего времени сдерживается сложностью, дороговизной, нетехнологичностью и, как правило, повышенной опасностью технологий их получения.

Ранее авторами [2] было установлено, что реакция гетероциклизации первичных аминов с азидом натрия и ортомуравьиным эфиром является удобным путем синтеза широкого круга 1-замещенных тетразолов:



R= алкил, арил, гетарил

Основным недостатком метода является образование в ходе реакции азотистоводородной кислоты.

В дальнейшем [3] была проведена лабораторная оптимизация процесса на примере получения 1-(2-гидроксиэтил)тетразола (ГЭТ) - важнейшего полупродукта в синтезе антибиотиков цефалоспоринового ряда [4], и показано, что в оптимальных условиях выделение  $\text{HN}_3$  в газовую фазу незначительно и синтез практически безопасен. Однако при выделении целевого продукта в процессе упаривания реакционной смеси в вакууме, особенно при неполном протекании реакции, даже небольшие количества свободной кислоты в растворе могут стать потенциальным фактором опасности при переходе от лабораторных к укрупненным масштабам. В связи с этим нами показано, что после завершения реакции не вступивший во взаимодействие азид-ион может быть «нейтрализован» добавлением в реакционную смесь нитрита натрия или калия, причем это не приводит к усложнению процесса выделения целевого 1-замещенного тетразола. Хроматографический анализ жидкой части отходов реакции после упаривания реакционной смеси показал, что она представляет собой смесь воды, этанола, этилацетата, этилформиата и уксусной кислоты и легко разделяется при перегонке на две фракции: 65-100°C - вода (до 10%), этанол (до 10%), этилацетат и этилформиат (> 80%); > 100°C - водный раствор уксусной кислоты. Эти фракции могут быть использованы для различных технических целей.

Для организации промышленного производства ГЭТ нами разработана принципиальная технологическая схема установки его получения.

Основными аппаратами установки являются реактор, снабженный мешалкой и рубашкой, холодильники-конденсаторы (2 шт.), вакуумный нутч-фильтр, сборники фильтрата (2 шт.), ротационный испаритель, конденсатор и отстойник-осушитель.

Установка работает в периодическом режиме следующим образом. Реакционную смесь получают в реакторе смешением ортомуравьиного эфира, моноэтанолamina, азида натрия и уксусной кислоты при последовательной подаче их из соответствующих дозаторов и включенной мешалки. Смешение ведут при температуре 20-25°C. После смешения реагентов в холодильник-конденсатор подают охлаждающую воду, а в рубашку реактора Р - водяной греющий пар давлением 0,15 МПа. Температуру реакционной смеси доводят до 60-70°C и стадию получения ГЭТ ведут при этой температуре в течение 5 часов. Затем продукты реакции охлаждают до 50°C, подавая в рубашку реактора вместо водяного пара охлаждающую воду, и проводят нейтрализацию остаточной азотистоводородной кислоты путем дозирования в реактор  $\text{NaNO}_2$ . Азот, выделяющийся при нейтрализации, отводят из реактора через холодильник-конденсатор. По окончании

нейтрализации в реактор дозируют концентрированную HCl, продукты реакции перемешивают 15 минут, охлаждают до 20°C и перекачивают в нутч-фильтр, соединенный со сборником фильтрата. Сборник фильтрата вакуумируют, за счет чего осуществляется фильтрование и переток фильтрата продуктов реакции. После прекращения оттока фильтрата из нутч-фильтра, осадок в нем промывают этиловым спиртом, направляя промывную жидкость также в сборник фильтрата, а осадок в фильтре и фильтровальную перегородку направляют на утилизацию. Затем линии вакуумирования переключают и создают разрежение в ротационном испарителе, а также в сборниках побочных продуктов (отгонов). Под действием возникшего перепада давлений фильтрат из сборника перетекает в испаритель. После этого в ротационный испаритель подают греющий водяной пар. Упаривание фильтрата продуктов реакции проводят под давлением 2,5-4 кПа и температуре не выше 100°C. В паровую фазу при этом переходят вода, этиловый спирт, этилацетат и уксусная кислота. Пары конденсируют, их конденсат направляют в сборник, а из него - на разделение ректификацией. Остаток первой отгонки - ГЭТ-сырец - растворяют в ротационном испарителе в концентрированной соляной кислоте, полученный раствор выдерживают при 20°C в течение 15 минут. После этого, включив обогрев испарителя, отгоняют растворитель при давлении не выше 4 кПа и собирают отгон в сборник. Остаток второй отгонки растворяют в ротационном испарителе в ацетонитриле, полученный раствор сливают в отстойник-осушитель, в котором находится предварительно загруженный карбонат калия. Для осушки раствор ГЭТ в ацетонитриле выдерживают в отстойнике-осушителе в течение 4-6 часов. Затем обезвоженный раствор ГЭТ подают из отстойника-осушителя в нутч-фильтр, а осадок извлекают и направляют на регенерацию. Поступивший в нутч-фильтр обезвоженный раствор ГЭТ фильтруют при подключении нутч-фильтра к вакуумированному сборнику фильтрата. После окончания фильтрования очищенный от остатков карбоната калия раствор ГЭТ подают в ротационный испаритель, который вакуумируют. Из нутч-фильтра удаляют осадок и фильтровальную перегородку и направляют их на утилизацию. Раствор ГЭТ в ацетонитриле упаривают в ротационном испарителе в тех же режимах, в которых проводят первую и вторую отгонки. Отгон, представляющий собой ацетонитрил, пригодный к повторному использованию, собирают в сборнике. Остаток от третьей отгонки - товарный ГЭТ - сливают в сборник готового продукта, не расхоложивая ротационный испаритель.

Полный производственный цикл получения товарного ГЭТ при работе по описанной технологической схеме составляет 16-18 часов. За один цикл получают 1,4-1,5 кг продукта при следующем расходе реагентов: моноэтанолламин - 0,915 кг; азид натрия - 1,07 кг; ортомуравьиный эфир - 6,66

кг; уксусная кислота - 7,2 кг; нитрит натрия - 0,104 кг; кислота соляная концентрированная - 4,05 л; этиловый спирт - 0,9 л; ацетонитрил - 10,5 кг; карбонат калия - 0,15 кг. Проведение одного цикла требует до 0,6 ГДж тепловой энергии и 1,5-2 м<sup>3</sup> охлаждающей воды.

Разработанная принципиальная технологическая схема получения 1-(2-гидроксиэтил)тетразола при небольшой модификации пригодна для получения широкого круга других 1-замещенных тетразолов путем гетероциклизации соответствующих первичных аминов с ортомуравьиным эфиром и азидом натрия.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Butler R.N. Tetrazoles // Comprehensive Heterocyclic Chemistry II. Pergamo, 1996. Vol. 4. P.621-678.
2. Гапоник П.И., Каравай В.И., Григорьев Ю.В. // ХГС. 1985. №1. С.1521-1525.
3. Григорьев Ю.В., Маруда И.И., Гапоник П.И. // Изв. АН Беларуси. 1997. №4. С.80-84.
4. Weber I.A., Wheeler W.I. // Chemistry and Biology of 3-Lactam Antibiotics. Vol. 1. Acad. Press. N.-Y., 1982.

УДК 678.5.067.002.8

В.Т. Липик  
(УО БГТУ, г.Минск)

## ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОБЛЕМЫ РЕЦИКЛИНГА ПОЛИВИНИЛХЛОРИДА

Поливинилхлорид (ПВХ) является незаменимым материалом в электронике, электротехнике, медицине, строительстве, автомобилестроении и др. Он обладает рядом полезных качеств: долговечностью, прочностью, неподверженностью гниению. Все эти свойства обуславливают его широкое применение. Характеристики изделий из ПВХ, в зависимости от состава, не изменяются в течение 15-50 лет. Значительная часть ПВХ (до 60%) приходится на упаковочные материалы и составляет значительную долю в промышленных отходах.

В течение последних 25 лет по объемам продаж ПВХ уступает только полиэтилену. Изделия из ПВХ, как правило, дешевле аналогичных изделий из стекла, металла, дерева. В последние годы в мире ежегодно производится около 31 млн. т ПВХ. Согласно долгосрочному прогнозу производство ПВХ будет расти, а темпы роста производства данного полимера в