

Ауесбаев Алишер, Махсумов Абдулхамид  
(Ташкентский химико-технологический институт, Узбекистан)

## НОВЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА БРОНОПОЛА

Синтез бронопола по реакции бромирования нитрометана до бромнитрометана, а затем по реакции присоединения с формальдегидом не только позволяет избежать использования токсичных и легковоспламеняющихся неполярных органических растворителей, но и позволяет получать продукты, общая доходность достигла 93,2%.

Bronopol (химическое название 2-бром-2-нитро-1,3-пропандиол)- вещество обладающее высокой антибактериальной биоцидной активностью и является средством широкого спектра действия. Он широко используется в сельском хозяйстве, медицине и косметике, и в последние годы люди стали все более требовательны к качеству косметики, и все больше и больше антикоррозионных средств применяется в качестве косметики. По сравнению с другими консервантами, бронопол имеет свои преимущества! По внешнему виду бронопол представляет собой белый или почти белый порошок без запаха или со слабым характерным запахом.

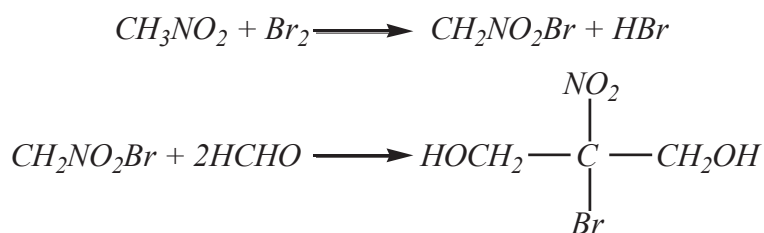
Иностранные исследования по Бронополу очень активны. В 1970 году немецкий ученый добавил в раствор нитрометан, формальдегид, хлорид кальция и гидроксид натрия, смешанный в 1:2:2:2 молярном соотношении. В бромиде дихлорэтана смесь перемешивали при 0°C в течение 1 часа 84% бронопол. В 1970 году французский патент сообщил, что бронопол был получен путем взаимодействия формальдегида, нитрометана и хлорида кальция при 0-20 ° C с образованием брома в твердом состоянии. В 1973 г. в японский патент сообщил, что бромированный нитроспирт был получен путем бромирования соли щелочного металла  $CH_3NO_2$  и низшего алифатического спирта. В 1989 Kupper 51 в США связывает 5-нитро-1,3- Диоксан с бромом в присутствии сильного основания, а затем гидролизует для получения бронопола. В последние годы некоторые подразделения в Китае также изучали Бронопол. Например, Пекинский институт источников питания систематически сообщает об антибактериальном эффекте Бронопола. Институт также имеет сводный отчет 7, который проводится реакцией присоединения с использованием гидроксида натрия в качестве катализатора, а затем взаимодействия с бромом с использованием этилацетата в качестве растворителя с получением бронопола с выходом 88%.

Таким образом, традиционный метод синтеза Бропола главным образом заключается в первом добавлении, а затем бромировании. В реакции бромирования необходимо использовать неполярные токсичные и легковоспламеняющиеся растворители, такие как этилацетат, четыреххлористый углерод или дихлорэтан. Основное образование соли промежуточного продукта нитроспирта в реакции нестабильно, что крайне невыгодно для промышленного производства. Следовательно, необходимо улучшить его путь синтеза, сначала бромруя нитрометан с образованием стабильного промежуточного бромнитрометана, а затем добавляя реакцию с образованием бронопола.

## 1. Принцип и метод эксперимента

1.1. Принцип эксперимента 2-бром-2-нитро-1,3-пропандиол представляет собой реакцию бромирования нитрометана с бромом в особых условиях, а затем с использованием метанола в качестве растворителя с образованием реакции конденсации с формальдегидом.

Реакции получение бронопола приведена в следующий схеме:



## 1.2. Экспериментальный метод

В трехгорлую колбу, снабженную силовой мешалкой, термометром и капельной воронкой, добавляют 50 г нитрометана, 120 мл 30 % -ного раствора гидроксида калия, далее охлаждали до 11-13 град.С, чтобы образовать бледно-желтую хлопьевидную соль, перемешивание продолжали в течение 38 минут, по каплям добавляли 130 г брома и температуру реакции контролировали, чтобы она не превышала 40 град.С. После перемешивания в течение 30 минут добавляли насыщенный бисульфит для нейтрализации оставшегося брома до исчезновения темно-коричневого цвета. Отметим, что оставшийся бром был полностью нейтрализован, затем добавляют 100 мл воды, отгоняют бромнитрометан азеотропным методом, и азеотроп собирается при 97-105 град.С, дают отстояться для расслоения, собирают нижний слой жидкости и сушат безводным сульфатом натрия, фильтруют, взвешивают, выход составляет 97 %. В трехгорлую колбу помещали 14,1 г (0,1 моль) бромнитрометана, 32,4 г (0,2 моль) 37% формальдегида и 50 мл метанола, а рН доводили до 9-10 с помощью 25% гидроксида натрия. Температура поддерживали

45 град.С, перемешивали в течение 2,5 ч и охлаждали до комнатной температуры. Маточную жидкость упаривали до частичного количества метанола, а затем кристаллизовали в холодильнике, фильтровали и взвешивали, и выход составлял 98%. Общая доходность составила 93,2%.

## 2. Результаты и обсуждение

(1) Синтез 2-бром-2-нитро-1,3-пропандиола путем реакции бромирования с нитрометаном и реакции присоединения с формальдегидом позволяет избежать использования токсичных, легковоспламеняющихся, неполярных органический растворитель и делает синтетический путь более промышленным.

(2) Промежуточный продукт, синтезированный новым методом, является важным органическим химическим продуктом. В настоящее время в большинство странах нет производства этого продукта, и у него очень широкие перспективы.

Бронопол эффективен как в отношении грамположительных, так и грамотрицательных бактерий, включая синегнойную палочку (*Pseudomonas aeruginosa*), но относительно малоактивен против дрожжевых и плесневых грибов и практически не активен против бактериальных спор. На антимикробную активность бронопола не оказывает заметного влияния ни изменение рН в диапазоне 5,0 — 8,0, ни наличие анионных и неионогенных поверхностно-активных веществ, лецитина или белков.

Вещества, содержащие меркаптогруппы (-SH), снижают активность бронопола. Он несовместим с тиосульфатами, метабисульфитами, поверхностно-активными веществами, относящимися к аминоксидам и белковым гидролизатам. Также бронопол несовместим с алюминием, что необходимо учитывать при выборе упаковки для конечного продукта. В щелочной среде бронопол нестабилен.

Промышленный сорт Бронополь (2-Бром-2-нитропропан-1,3-диол) поставляется в виде кристаллического твердого вещества, биоцида Myacide AS или в виде жидких составов, Myacide S1 и S15. Этот выбор предоставляет конечному пользователю средства оптимизированного подхода к решению микробиологических проблем в секторах водоподготовки и нефтедобычи. Бронополь обладает антибактериальным действием широкого спектра действия против основных бактерий, образующих слизь и порчу. Он также чрезвычайно эффективен в борьбе с патогенными бактериями *Legionella* и анаэробными SRB.

## РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИСПОЛЬЗОВАНИЮ

Растворимость, стабильность, совместимость

Bronopol легко растворим в воде, и возможны растворы, содержащие до 28% мас. / Об. При температуре окружающей среды. Соединение также демонстрирует высокое сродство к полярным органическим растворителям (например, пропиленгликоль 50% мас. / Об.), что позволяет гибко подходить к составлению концентратов растворов для простоты применения. Бронопол показывает оптимальную стабильность в кислотном диапазоне рН с превосходной эффективностью. При щелочном рН Бронополь менее стабилен, но все же обеспечивает эффективный контроль. При использовании для сохранения систем щелочных композиций, Bronopol достигает равновесия со своими продуктами распада, которые также являются микробиологически активными. Эта способность к самостабилизации означает, что эффективность может поддерживаться в течение требуемого срока годности сохраняемой композиции. В динамических рециркуляционных системах повторное или ударное дозирование является общепринятой практикой. В этих условиях Bronopol будет обеспечивать требуемую активность, пока она присутствует в системе, но затем распадется достаточно, чтобы не представлять угрозы для любой последующей биологической очистки потока отходов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Чжу Юйцин, Guangzhou Chemical, 22 (2), 5 (1994).
- [2] R. C. Rowe, P. J. Sheskey, M. E. Quinn. Handbook of pharmaceutical excipients. — 6th edition. — 2009. — С. 70-73. — ISBN 978 0 85369 792 3 (UK), 978 1 58212 135 2 (USA).
- [3] DE 1 804 068
- [6] Ван Цзиньбан, Фу Циноу, Ван Сюлин, Fine Chemicals, 5 (4), 21 (1988)
- [5] Сюй Лиин, Цзянсуская химическая промышленность (1), 55 (1990) (получено с 1996-12-01)