

После проведения процесса очистки отработанное масло отстаивали в течение одних суток, после чего фильтровали на фильтре «синяя лента» с размерами пор 2–3 мкм. Оценка эффективности коагулянта проводилась на основании выхода твердого остатка.

Наибольший выход осадка наблюдается в случае проведение процесса при 60°C как при содержании НПАВ 10 мас. %, так и при 15 мас. % в смеси коагулянта. Установлено, что оптимальным компонентным составом коагулянта является смесь с содержанием НПАВ равным 15 мас. %, о чем свидетельствует увеличение выхода осадка до 20 мас. %.

Разработан новый коагулянт на основе соли щелочного металла и неиногенного поверхностно-активного вещества. Установлено, что оптимальное содержание неиногенного поверхностно-активного вещества в комбинированном коагулянте составляет 15 мас. %, а оптимальной температурой проведения – 60°C.

ЛИТЕРАТУРА

1. Евдокимов А. Ю., Фукс И. Г., Шабалин Т. Н. Смазочные материалы и проблемы экологии. – М.: Нефть и газ, 2000. – 423 с.
2. Станьковский Л., Чередниченко Р. О., Дрогочинская В. А., Молоканоов А. А. Оптимизация схемы переработки отработанных смазочных материалов с учётом современных условий РФ // Мир нефтепродуктов. – 2011. – № 10. – С. 36–41.
3. Семенова С. А., Патраков Ю. Ф. Очистка отработанных моторных масел методом озонирования // Химия в интересах устойчивого развития. – 2019. – № 27. – С. 625–632.
4. Керученко Л. С., Мальцева Е. И., Карнюшев Н. А. О повышении очистки отработанных моторных масел в условиях сельскохозяйственных предприятий // Вестник Омского ГАУ. – 2021. – № 2 (24). – С. 106–112.

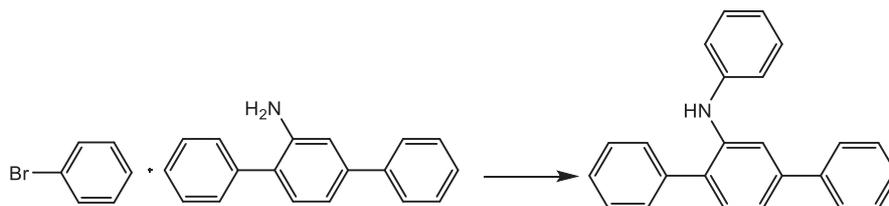
УДК 547.554.057

В. С. Безбородов, проф., д-р хим. наук;
С. Г. Михаленок, зав. кафедрой ОХ, канд. хим. наук;
Н. М. Кузьменок, доц., канд. хим. наук;
А. И. Савельев, зав. лабораторией ОХ;
А. С. Орел, ассист. (БГТУ, г. Минск)

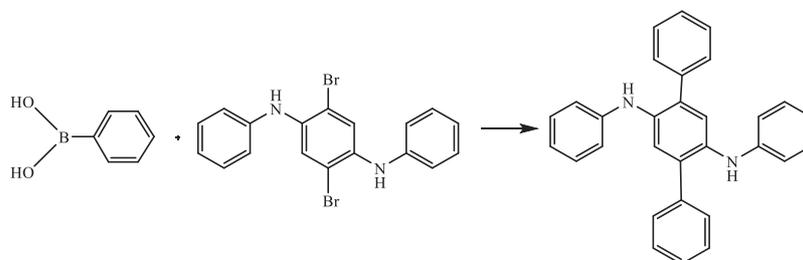
СИНТЕЗ N-АРИЛАНИЛИНОВ НА ОСНОВЕ 3,6-ДИЗАМЕЩЕННЫХ ЦИКЛОГЕКС-2-ЕНОНОВ

Интерес фармацевтических компаний и производителей электролюминесцентных материалов и дисплеев к диариламинам в последние годы подтверждается рядом публикаций и патентов, посвя-

ценных направленному синтезу и изучению полезных свойств соединений этого ряда [1-3]. В большинстве описанных методик арилирование анилинов, используемых в качестве исходных субстратов, протекает только в присутствии катализаторов на основе благородных металлов. Это создает определенные проблемы, обусловленные необходимостью выделения последних, их очистки и регенерации, что безусловно значительно удорожает и усложняет предлагаемые технологические решения. К числу таких подходов к синтезу несимметричных диариламинов можно отнести арилирование первичных ароматических аминов галогенаренами в присутствии катализаторов на основе солей палладия. Необходимость использования специфических катализаторов, в качестве которых используются соли благородных металлов обусловлена малой подвижностью галогена, связанного с ароматическим ядром. Так в ряде патентов сообщается о синтезе незамещенных и алкилзамещенных N-фенил-2,5-дифениланилинов с выходами 63–85% нагреванием бромзамещенных аренов с 2,5-дифениланилином в присутствии диацетата палладия и 2,2'-бис(дифенилфосфино)-1,1'-бинафтила в толуоле в атмосфере аргона.



Иной подход для синтеза вторичных диарил-2,5-диаминозамещенных терфенилов основан не на формировании связи Ar-N, а на модификации одного из ароматических колец вторичного амина. В статье [4] для дизайна 2,5-N,N-дифенилтерфенилендиамин в качестве исходного субстрата использован 2,5-N,N-дифенилфенилендиамин, арилирование которого осуществляется фенилборной кислотой в присутствии тетраис(трифенил)фосфина палладия и соды в диметиловом эфире этиленгликоля. [4].



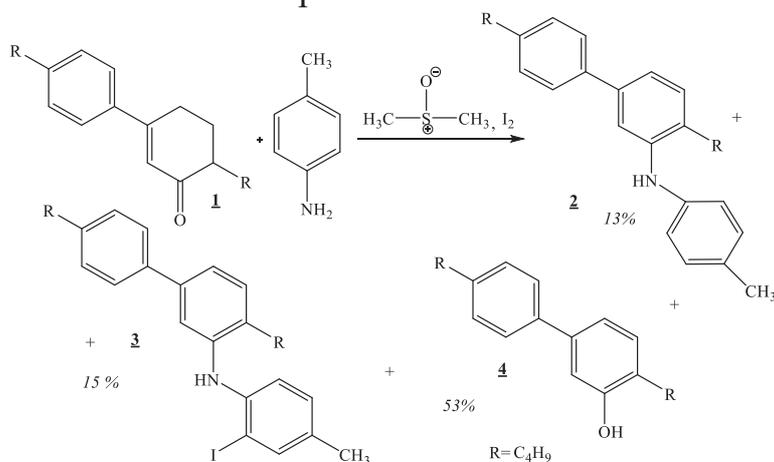
В публикации [5] сообщается об использовании комбинации двух описанных подходов, когда в одной реакции одновременно формируется структурный фрагмент диарилзамещенного вторичного

амина и происходит арилирование одного из циклов под действием замещенной фенилборной кислоты. В синтезе также в качестве катализатора использовались трис(дибензилиденацетон)дипалладий ($\text{Pd}_2(\text{dba})_3$), фторид калия, и три-третбутилфосфониумтетрафторборат в тетрагидрофуране. В связи с упомянутыми осложнениями в последние годы химики обратили внимание на разработку способов получения диариламинов реакцией сочетания алициклических соединений с ароматическими аминами, в которых аминирование сопровождается ароматизацией с участием иода [6].

Цель данной работы состояла в адаптации описанной методики к синтезу вторичных диариламинов на основе 3-арил-6-алкилзамещенных циклогекс-2-енонов и получении нового, ранее не описанного 4,4'-дибутил-N-*n*-толилбифенил-3-амина, который представляет самостоятельный интерес для изучения его физико-химических и люминисцентных свойств.

В качестве исходного субстрата был использован 6-бутил-3-(4-бутилфенил)циклогекс-2-енон **1**, который нагревали с эквимольным количеством пара-толуидина в ДМСО в присутствии 50 % мольного количества иода и 10% мольного количества пара-толуолсульфокислоты в течение 8 часов при 80–90°C. После завершения реакции и обработки реакционной смеси выделенный маслообразный остаток подвергался хроматографическому разделению на колонке с силикагелем при элюировании смесью петролейный эфир – этилацетат 5/1, в результате чего было выделено 3 вещества: 4,4'-дибутил-N-*n*-толилбифенил-3-амин **2**, 4,4'-дибутил-N-(2-иод-4-метилфенил)бифенил-3-амин **3** и 4,4'-дибутилбифенил-3-ол **4**, структурные формулы и выходы которых представлены на схеме.

Состав и строение синтезированных соединений **2–4** доказано с помощью ^1H и ^{13}C ЯМР спектроскопии.

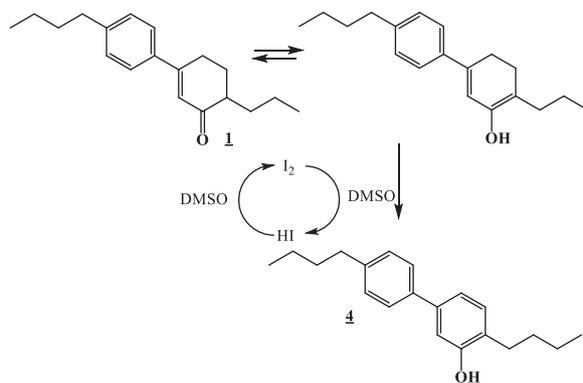


Так в спектре ^1H ЯМР соединения **2** наряду с характерными мультиплетными сигналами протонов двух бутильных групп в обла-

сти 0,96, 1,32–1,46, 1,63 и 2,62 м.д. появляются синглетные сигналы протонов метильной группы, связанной с бензольным кольцом, при 2,25 м.д. и аминного протона при 5,40 м.д., а также сигналы протонов двух п-дизамещенных бензольных колец в виде двух АВ-спиновых систем с КССВ 8,0 Гц и характерная группа из трех сигналов 1,2,5-тризамещенного бензольного кольца в виде дублета с КССВ 8,1 Гц, дублет-дублета с КССВ 8,1 и 1,0 Гц и дублета с КССВ 1,0 Гц. Отличительной особенностью спектра ПМР иодзамещенного амина **3** в сравнении с незамещенным аналогом **2** является присутствие характерных групп сигналов связанных протонов одного пара- и двух тризамещенных бензольных колец и смещение в слабое поле до 5,75 м.д. сигнала аминного протона. В спектре ПМР фенола **4** присутствуют сигналы протонов двух ароматических ядер, характерные мультиплеты алифатических протонов (квартет, 2 секстета, квинтет, триплет) и сигнал фенольного протона при 4,76 м.д.

Оценка числа и расположения сигналов в спектрах ^{13}C -ЯМР соединения **4** дает основание утверждать о соответствии его структуры полученным спектральным характеристикам.

Таким образом, из полученных результатов следует, что в приведенных условиях ароматизация циклогексенона под действием иода в ДМСО является преимущественным направлением реакции. Образование промежуточного имина путем нуклеофильного присоединения п-толуидина по карбонильной группе циклогексенона затруднено, по-видимому, по двум причинам: вследствие, стерических затруднений (наличие бутильной группы в положении 6 и необходимости выведения $\text{C}=\text{O}$ группы из системы сопряжения на стадии A_N реакции. Поэтому медленно образующийся вторичный амин подвергается иодированию в присутствии иода, который находится в реакционной смеси в избытке по отношению к образующемуся продукту. Ароматизация циклогекс-2-енона **1** в свою очередь облегчается образованием диеновой системы вследствие енолизации и последующей реакции с иодом.



Подтверждением сделанного предположения может служить отрицательный результат попытки осуществления предварительного синтеза соответствующего имина нагреванием циклогексен-2-она 1 с *n*-толуидином в присутствии пара-толуолсульфокислоты (и без нее) в ДМСО или изопропиловом спирте.

ЛИТЕРАТУРА

1. Pyrene derivative, organic light-emitting medium, and organic electroluminescent element containing pyrene derivative or organic light-emitting medium. Pat. US 10014476 / Y. Mizuki, H. Ito, T. Ikeda, H. Saito, M. Kawamura, Masahiro. – Publ. date 07.04.2022.

2. An electroluminescent compound and an electroluminescent device comprising the same. Pat. KR 20150129486 / Kim J. S., Ryu Y. K., Ko S. W., Lee S. J., Kim J. H., Park J. J. – Publ. date 20.11.2015.

3. Organic compound, electronic element and electronic device. Pat. CN 113896720 / Jia Z., Li Y., Wang R. – Publ. date 07.01.2022.

4. Nishiumi T., Higuchi M., Yamamoto K. π -Conjugated Polymers Exhibiting a Novel Doping Based on Redox of Side Chains / *Macromolecules*. – 2003. – Vol. 36. – № 17. – P. 6325–6332.

5. Hylland K. T., Øien-Ødegaard S., Tilset M. The Suzuki–Miyaura Cross-Coupling as the Key Step in the Synthesis of 2-Aminobiphenyls and 2,2'-Diaminobiphenyls: Application in the Synthesis of Schiff Base Complexes of Zn / *Eur. J. Org. Chem.* – 2020. – № 27. – P. 4208–4226.

6. Barros M. T., Dey S. S., Maycock C. D., Rodrigues P. Metal-free direct amination/aromatization of 2-cyclohexenones to iodo-*N*-arylanilines and *N*-arylanilines promoted by iodine / *Chem. Comm.* – 2012. – Vol. 48. – № 88. – P. 10901–10903.

УДК 678.746.45:004.925.84

Е. И. Кордикова, доц., канд. техн. наук;
Г. Н. Дьякова, ст. преп.; Д. В. Кадач, студ.;
А. С. Вяль, студ.; Е. В. Дайняк, студ. (БГТУ, г. Минск)

ПАРАМЕТРЫ ПЕЧАТИ ПОЛИКАРБОНАТОМ ПО ТЕХНОЛОГИИ ПОСЛОЙНОГО НАПЛАВЛЕНИЯ

На эксплуатационные характеристики изделий, полученных методом *FDM*-печати, оказывают влияние не только свойства исходного материала, но также температура сопла [1] и стола, толщина слоя, скорость печати [2]. Таким образом, при проектировании 3D-печатных полимерных изделий с заданными характеристиками следует рассматривать систему «материал – параметры печати».