мерность осаждения германия по отношению к среднему содержанию германия в сплаве не превышает 5 %.

Список литературы: **1**.*Charles Wood*.Refractory semiconductors for high temperature thermoelectric energy conversion.// Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol.97. 1987 Materials Reseearch Society. **2**.Термоэлектрики и их применение. Доклады VI Межгосударственного семинара.. С-Петербург, 1999, с. 113.**3.** *M. Kato*, e. a. // Journal of Crystal Growth 115 (1991) 117 – 121 North-Holland. **4.***Choy K. L*. Progress in Materials Science 2003, Vol 48, Iss 2.

Поступила в редколлегию 28.10.06

УДК 662.74

В.Н. НАЗАРОВ, канд. техн. наук, НТУ «ХПИ»,
Я.С. МАРЧЕНКО, канд. техн. наук, НТУ «ХПИ»,
О.Н. ИГНАТЕНКО, НТУ «ХПИ»,
С.В. ТАРАН, НТУ «ХПИ»

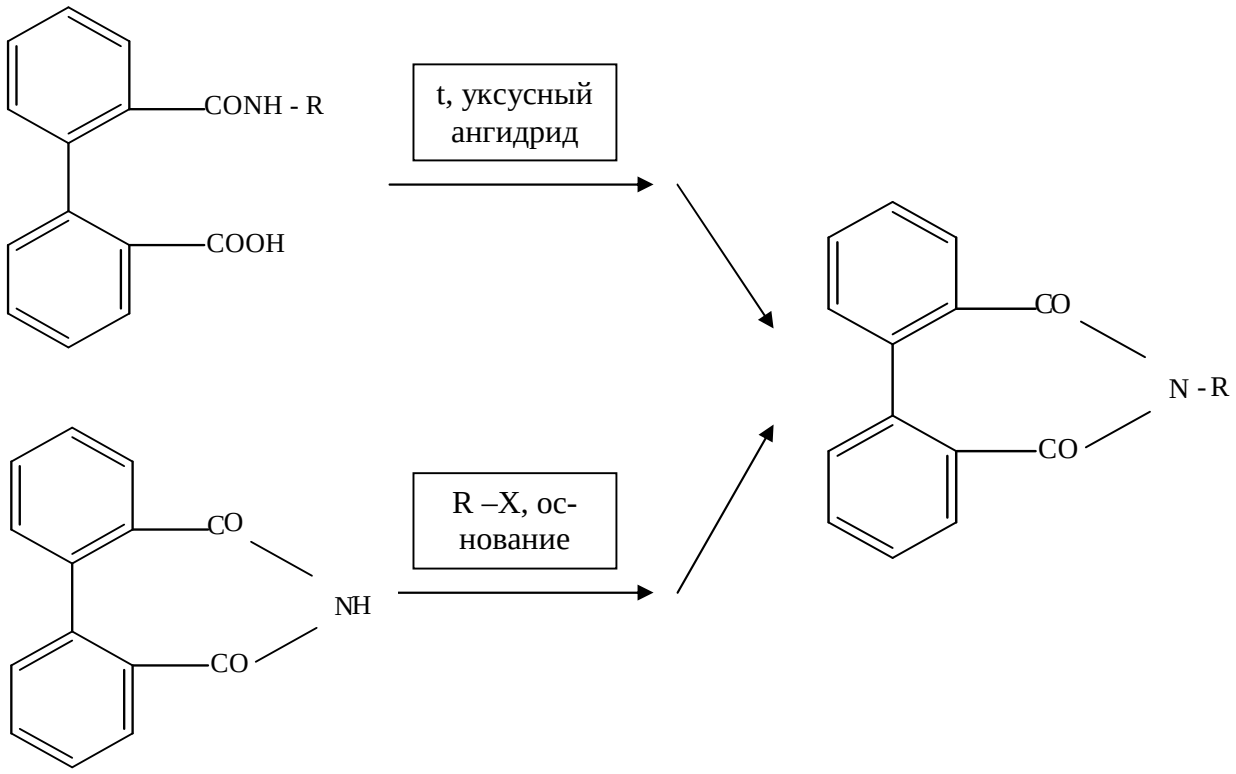
СИНТЕЗ N-ЗАМЕЩЕННЫХ ИМИДОВ ДИФЕНОВОЙ КИСЛОТЫ

У статті наведені результати дослідження реакції циклодегідратації моноамідів дифенової кислоти та реакції алкілірування дифенімиду. Розглянуто вплив розчинника, тривалість нагрівання, основність амінна, вихід та склад продуктів синтезу. Одержані моноаміди дифенової кислоти являють собою інтерес для подальшого дослідження їх на виявлення різних видів біологічної активності.

In article results of research of reaction acylation amine by diphenolic anhydride are presented. Influence of solvent, duration of heating, basicity amine on an output and structure is considered. Received diphenolic acids malamic are of interest for their test for demonstration of various kinds of biological activity.

В предыдущей нашей статье [1] была показана возможность синтеза из коксохимического фенантрена моноамидов дифеновой кислоты, представляющих интерес для изучения биологической активности. Не менее интересны для изучения *N*-замещенные имиды дифеновой кислоты, молекулы которых содержат в своей структуре семичленный гетероцикл. Последние могут быть получены путем циклодегидратации моноамидов дифеновой кисло-

ты [2, 3], либо алкилированием дифенимида в присутствии оснований по следующей схеме:

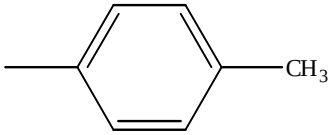
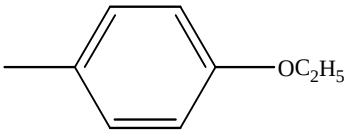
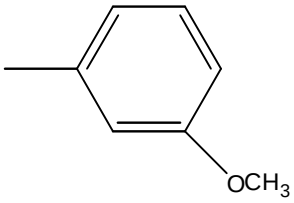
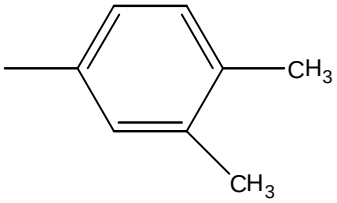
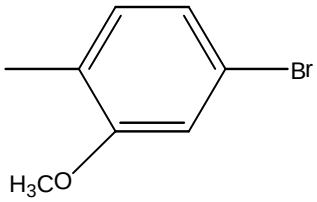
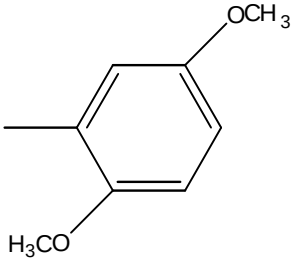
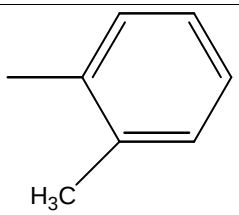


В лабораторных условиях нами были изучены оба пути получения указанных соединений. Для проведения реакции циклодегидратации были использованы полученные ранее моноамиды дифеновой кислоты, структура которых была доказана на основании ПМР-спектроскопии. В качестве циклизующих агентов были использованы общепринятые реагенты: уксусный ангидрид, смесь уксусной кислоты, уксусного ангидрида и безводного ацетата натрия, а также хлорангидрид фосфорной кислоты. Реакции проводили в колбе с обратным холодильником путем нагревания исходного моноамида в одном из указанных растворителей в течение 1,5 – 2 часов. По окончании нагревания реакционной смеси хлорокись фосфора отгоняли под вакуумом, остаток в колбе обрабатывали раствором соды, нерастворившийся продукт отфильтровывали, высушивали и подвергали перекристаллизации.

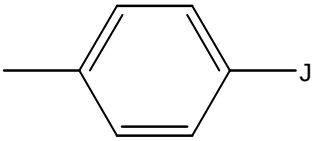
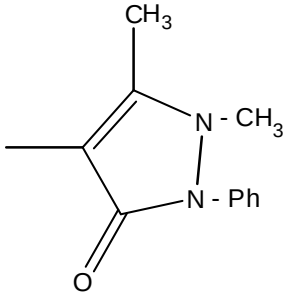
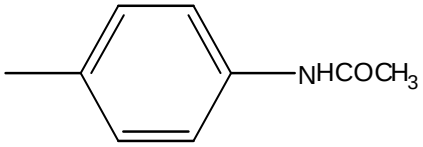
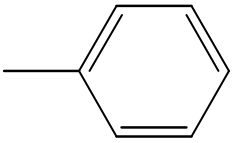
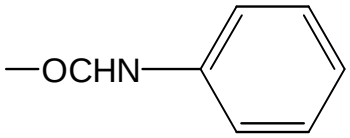
В случае использования уксусного ангидрида и уксусной кислоты растворители по окончании реакции не отгоняли, реакционную смесь выливали в воду, выпавший осадок отфильтровывали, отмывали горячим раствором соды, высушивали и также очищали перекристаллизацией. Условия реакции циклодегидратации различных моноамидов и полученные результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Условия реакции циклодегидратации

№ п/п	Структура радикала в моноамиде (R)	Условия синтеза и очистки			Результаты	
		Растворитель для реакции	Продолжитель-ность кипяче-ния, час	Растворитель для перекри-стал-лизации	Выход, %	Температура плавления, °С
1	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**
1		УА	1,5	толуол	87,4	147-9
2		УА+УК+АН	1,5	толуол	68,5	153-4
3		УА+УК+АН	1,5	ацетон	69,4	170-2
4		УА	1,5	толуол	87,2	197-8
5		УА+УК+АН	2	толуол	74,9	185-7
6		УК+АН	3	ацетон	67,2	171-3
7		УА	2	толуол	78,2	182-3

продолжение табл.1

1	2	3	4	5	6	7
8		УА	1,5	толуол	88,7	214-5
9		УА	2	толуол	71,2	212-4
10		УК+АН	3	УК	64,3	271-2
11		УА	2	толуол	88,2	180-1
12		УА	2	толуол	68,3	234-6

Примечание: УА – уксусный ангидрид, УК – уксусная кислота, АН – безводный ацетат натрия

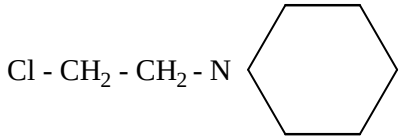
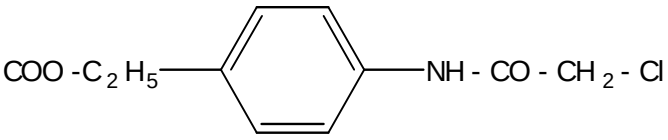
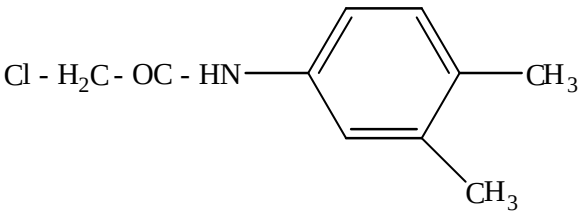
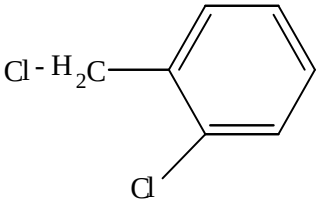
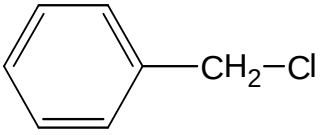
Второй путь получения *N*-замещенных имидов - это реакция алкилирования дифенимида различными алкилирующими агентами, содержащими подвижный атом хлора. Для проведения синтеза были выбраны такие алкилирующие реагенты, молекулы которых содержали радикалы с известной биологической активностью. Получение *N*-замещенных имидов в этом случае происходило в среде изопропилового спирта или *N*,*N*-диметилацетамида. Растворенный дифенимид предварительно обрабатывали эквивалентным количеством гидроксида калия, после чего в реакционную смесь постепенно добавляли выбранный алкилирующий агент при непрерывном ее нагревании и перемешивании. Для повышения выхода продуктов реакции в реакционную смесь вносили несколько кристалликов йодида калия в качестве катализатора.

По окончании нагревания в течение 2 – 4 часов содержимое колбы охлаждали до комнатной температуры. Если при этом продукт реакции выпадал в осадок, его отфильтровывали и подвергали перекристаллизации. Если осадок

не выпадал, то реакционную смесь выливали в воду, твердый продукт отфильтровывали, высушивали и также 2 – 3 раза перекристаллизовывали из предварительно подобранного растворителя. Очищенный целевой продукт взвешивали, определяли температуру его плавления, а структуру доказывали на основании ПМР-спектроскопии. Условия и результаты алкилирования дифенимида представлены в табл. 2.

Таблица 2

Условия реакции алкилирования дифенимида

№ п/п	Алкилирующий агент Cl - R	Условия синтеза и очистки			Результаты	
		Растворитель для реакции	Продолжительность кипячения, час	Растворитель для перекристаллизации	Выход, %	Температура плавления, °С
1.		ИС	4	гексан	54,2	85 – 7
2.	Cl - CH_2 $CONH_2$	ДМА	3	ИС	58,4	188 – 90
3.		ДМА	4	ИС	61,7	195 – 7
4.		ДМА	3	УК	65,8	243 – 5
5.		ИС	2	ИС	67,2	136 – 7
6.		ИС	3	ИС	70,5	130 – 1

Примечание: ДМА – растворитель *N*,*N*-диметилацетамид; ИС – изопропиловый спирт

Выводы:

Выбраны условия и изучены 2 пути синтеза в лаборатории *N*-замещенных имидов дифеновой кислоты. Получено 18 новых неописанных в литературе *N*-замещенных имидов, представляющих интерес для глубокого изучения их биологической активности. Охарактеризованы физические свойства всех вновь синтезированных соединений. Структура их доказана на основании анализа ПМР-спектров.

Список литературы: 1. *Назаров В.Н., Таран С.В., Игнатенко О.Н.* Особенности реакции ацилирования аминов дифеновым ангидридом Вестник Национального Технического Университета «Харьковский Политехнический Институт», Харьков: НТУ «ХПИ». – 2006. - Выпуск 12. – С. 27 - 34 **2.** *Г.Л. Мищенко, К. В. Вацуро*. Синтетические методы органической химии. – М. «Химия», 1982. 440 с. **3.** *К. В. Вацуро, Г.Л. Мищенко* Именные реакции в органической химии.- М. «Химия», 1976, 528 с.

Поступила в редколлегию 11.10.06

УДК 662.741.3

Я.Н. ПИТАК, докт. техн.наук, ***Ю.Е. ПРИХОДЬКО***,
А.С. РЫЩЕНКО, студент, НТУ “ХПИ”, Харьков,
С.В. ГОРБАТКО, ООО “МАК”, Харьков

ПЕТРОГРАФИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНТАКТНОИ ЗОНЫ КЕРАМИЧЕСКОЙ НАПЛАВКИ С ОГЕУПОРОМ ПРИ РЕМОНТЕ КОКСОВЫХ БАТАРЕЙ

В роботі приведені петрографічні дослідження зони контакту вогнетриву і керамічної наплавки при гарячому нанесенні керамічної суміші. Показано, що контакт вогнетриву з наплавкою є чіткий. Основними фазами є мулліт, голчастої форми розміром до 20 мкм., зерна кварцу до 1 мм, скло фаза з N = 1,466-1,590, магнетит у виді дендритних виділень.

The petrographic researches of contact zone between refractory and ceramic flux by hot covering ceramic consistence are given in this work. The contact between refractory and flux is clear. The main phases are mullit with aciculate form to 20 mkm, quarts grain to 1 mm, glassphase with N = 1.466-1.590 magnetit in the look of dendrite excretion.

Коксохимическая промышленность занимает важное место в народном хозяйстве, особенно в металлургическом комплексе. Потребность в коксе определяется количеством выпускаемого чугуна и стали. В связи с этим актуаль-