

*Пример 3. Текст "подсказки".*

" $\text{Pr}(\text{BaCO}_3) = [\text{Ba}^{2+}][\text{CO}_3^{2-}]$ .

$n(\text{моль}) = C(\text{моль/л}) \cdot V(\text{л})$ ".

*Пример 4. Текст "помощи".*

"1. Рассчитайте молярную концентрацию  $\text{BaCO}_3$  в растворе.

2. Вычислите количество  $\text{BaCO}_3$  в 200 мл раствора".

Если такая консультация оказывается недостаточной, компьютер приступает к дообучению на аналогичном примере. Материал дополнительного задания состоит из теоретического блока (определения, формулы, подробный план работы) и серии вопросов, отвечая на которые студент по действиям решает задачу. Поскольку процесс вычисления разбивается на ряд элементарных стадий, отсутствует необходимость программирования возможных типовых ошибок. Комментарий к любым неверным действиям студента сформулирован в виде подробного разъяснения.

Для закрепления знаний и контроля степени их усвоения впоследствии обучаемый должен уже самостоятельно решить задачу такого же типа.

В основной своей части (переход от одного смыслового блока к другому) структура программы линейная. Для успешно работающих студентов предусмотрен пропуск некоторых блоков, в которых обсуждаются приемы решения простейших вариантов задач. Контактное время работы с программой зависит от уровня знаний учащегося и может варьироваться в интервале 1–5 учебных часов.

Данный пакет программ ориентирован на использование IBM-совместимых ПЭВМ, работающих под управлением операционной системы DOS версий 3.00 и выше.

1. Burness J. H. // J. Chem. Educ. 1991. V.68. N11. P.919.

2. Свиридов В. В., Адамович Т. П., Васильева Г. И. и др. Развернутая программа курса неорганической химии. Мн., 1989.

3. Тикавый В. Ф., Горошко Н. Н., Рагойша А. А. // Сб. науч.-метод. ст. по химии. М., 1989. Вып.11. С.111.

УДК 547.787.2.07'544'572

М.В.КУДРЕВАТЫХ, О.Н.БУБЕЛЬ

### СИНТЕЗ 4-(5-ФЕНИЛОКСАЗОЛ-2-ИЛ)БЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

The conditions of synthesis of 4-(5-phenyloxazol-2-yl)benzoic acid beginning from terephthalic acid monomethyl ether and *o*-bromoacetophenone have been found.

В сцинтилляционном анализе водных растворов радионуклидов, излучающих  $\alpha$ - и  $\beta$ -частицы, наиболее широко используется в качестве люминофора-активатора 2,5-дифенилоксазол (РРО), дающий люминесценцию при 360 нм, которая в существенной мере поглощается водной средой. Для смещения спектра люминесценции в видимую область используется добавка – 1,4-бис(5-фенилоксазол-2-ил)бензол (РОРОР), который возбуждается при 360 нм и люминесцирует в области 450 нм [1].

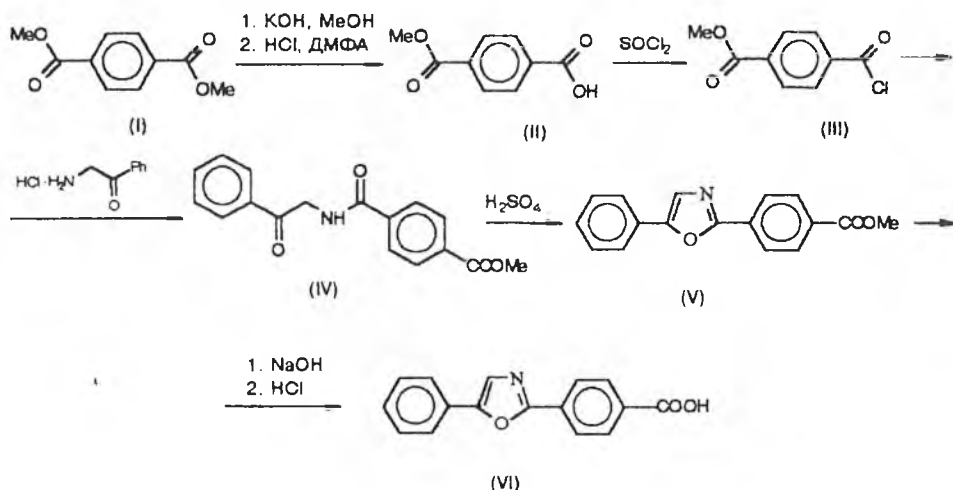
Синтезирован ряд других люминофоров [2–4], люминесцирующих при 400–460 нм. Однако они очень дороги, практически не растворяются в воде и не могут использоваться в серийных анализах водных растворов радионуклидов.

Наиболее простым из производных 2,5-дифенилоксазола, люминесцирующих при 400 нм, является 4-(5-фенилоксазол-2-ил)бензойная кислота [2]. Благодаря карбоксильной функции этот люминофор может быть введен в различные полимерные водорастворимые материалы.

Синтез 4-(5-фенилоксазол-2-ил)бензойной кислоты, описанный в работе [2], позволяет получать эту кислоту в количествах около 1 ммоль. Однако описанные методики оказались непригодными для синтеза кислоты в количествах 0,05–0,1 моль.

Нами разработан препаративный метод синтеза названной кислоты в количествах до 0,1 моль с выходом целевого продукта 44,5% в пересчете на диметилтерефталат.

В качестве исходного соединения использовали доступный диметилэфир терефталевой кислоты (I), который щелочным гидролизом переводили в калиевую соль, обработка которой соляной кислотой в ДМФА давала с выходом 76–80% монометилэфир терефталевой кислоты (II). Хлорангидрид (III), полученный при обработке хлористым тионилем кислоты (II) вводили в реакцию с гидрохлоридом  $\omega$ -аминоацетофенона и получали с выходом 70%  $\omega$ -(4-карбоксиметилбензоил)аминоацетофенон (IV), который в серной кислоте количественно циклизовали в метилэфир 4-(5-фенилоксазол-2-ил)бензойной кислоты (V), гидролизванный далее в кислоту (VI).



### Экспериментальная часть

Спектры ПМР 10%-ных растворов веществ в дейтерохлороформе или в дейтеропиридине записаны на спектрометре "Tesla-BS-467A". Внутренний эталон – ГМДС.

Течение реакции и чистоту полученных соединений контролировали при помощи ТСХ на пластинах "Silufol", элюент – эфир-гексан в разных соотношениях или хлороформ, содержащий 1–10% метанола.

Диметилтерефталат получен с Могилевского лавсанового завода. Т. пл. 140–142°C.

Фенацилбромид синтезирован bromированием ацетофенона в уксусной кислоте. Т. пл. 51°C.

Солянокислый фенациламин получен аминированием фенацилбромида по Делепину. Т. пл. 186–187°C [6].

**Калиевая соль монометилового эфира терефталевой кислоты.** В трехгорлую колбу емкостью 1 л, снабженную механической мешалкой, обратым холодильником и капельной воронкой, помещали 500 мл метанола и 39 г (0,201 моль) диметилового эфира терефталевой кислоты (I). Реакционную смесь нагревали до кипения и при перемешивании растворяли эфир (I). Затем в течение 3 ч по каплям добавляли раствор, содержащий 0,2 моль гидроксида калия в 50 мл метанола. Реакционную смесь охлаждали. Выпавшую калиевую соль кислоты (I) фильтровали и сушили при 130°C. Получили 40,1 г (91,5%) калиевой соли.

**Монометилэфир терефталевой кислоты (II).** Полученное количество калиевой соли растворили в 130 мл ДМФА и добавляли при интенсивном перемешивании порциями в течение 40 мин 18 мл (0,2 моль) концентрированной соляной кислоты. Выпавший хлорид калия фильтровали. Фильтрат вылили в 800 мл воды и оставили на ночь. Выпавший осадок отфильтровали, промыли водой (3  $\times$  100 мл). Сушили при 120°C. Получили 26,2 г моноэфира (II) (79,1%). Моноэфир (II) кристаллизовали из 300 мл метанола. Т. пл. 220–222°C [7].

Спектр ПМР ( $\text{CDCl}_3$ ): 3,79 (с, 3H); 8,15, 8,40 (AA'BB', 4H,  $J = 8,4$  Гц, 11,2 с, 1H).

**Хлорангидрид монометилового эфира терефталевой кислоты (III).** В колбу на 100 мл, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещали 12,6 г (0,07 моль) моноэфира (II), 40 мл толуола, 5,7 мл (0,08 моль) хлористого тионила и 0,5 мл ДМФА. Смесь нагревали при 80°C до растворения осадка, а затем кипятили до прекращения выделения хлороводорода. На роторном испарителе отгоняли примерно 20 мл толуола. Полученный раствор использовали в синтезе ацетофенона (IV).

**ω-(4-Карбоксиметил)бензоиламиноацетофенон (IV).** В трехгорлую колбу помещали 0,5 л воды, 12 г (0,07 моль) солянокислого фенациламина и при перемешивании мешалкой Хершберга вносили толуольный раствор хлорангидрида (III) и 100 мл толуола. Затем по каплям в течение часа прибавляли раствор 14 г соды в 190 мл воды. Перемешивали еще 30 мин при 25°C. Избыток соды нейтрализовали 1%-ным раствором соляной кислоты до нейтральной реакции по универсальному индикатору. Осадок отфильтровывали, промыли водой, сушили на воздухе. Получили 14,8 г (78,3%). Т. пл. 168–169°C.

Спектр ПМР ( $\delta$ ,  $\text{CDCl}_3$ ): 3,86 (с, 3H); 4,88 (д, 2H,  $J = 4,8$  Гц); 7,12–8,27 (м, 10H).

**Монометиловый эфир 4-(5-фенилоксазол-2-ил)бензойной кислоты (V).** В коническую колбу на 100 мл помещали 10 г (0,034 моль) бензоиламиноацетофенона (IV) и 50 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы интенсивно перемешивали в течение 2 ч. Полученный раствор выливали при перемешивании на 1 кг льда. Добавляли 300 мл хлороформа и перемешивали до растворения льда, хлороформенный слой отделяли, промывали водой, сушили безводным сульфатом магния. Раствор фильтровали, хлороформ отгоняли на роторном испарителе. Остаток кристаллизовали из толуола. Получили 9,2 г (V) (98%). Т. пл. 169–170°C [2].

Спектр ПМР ( $\delta$ ,  $\text{CDCl}_3$ ): 3,8 (с, 3H); 7,03–7,78 (м, 6H); 8,05 (с, 4H).

**4-(5-Фенилоксазол-2-ил)бензойная кислота (VI).** В колбу емкостью 3 л, снабженную механической мешалкой и обратным холодильником, помещали 11,2 г (0,04 моль) метилового эфира (V) и 240 мл ацетона. К полученной смеси при перемешивании и кипении добавляли раствор 3,3 г гидроксида натрия в 2 л воды. Реакционную смесь кипятили 3 ч, затем добавляли 1 л воды и доводили до кипения. Горячий раствор фильтровали на складчатом фильтре. Реакционную смесь подкисляли до pH 3–4 по универсальному индикатору. Выпавшую кислоту фильтровали через 12 ч. Осадок промывали водой, сушили на воздухе и кристаллизовали из хлороформа. Получили 9,0 г (VI) (80%). Т. пл. 246–248°C [2].

Спектр ПМР ( $\delta$ ,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}$ ): 7,0–7,9 (м, 5H); 8,18, 8,45 (AA'BB',  $J = 8,6$  Гц); 9,97 (с, 1H).

1. Красовицкий Б. М., Болотин Б. М. Органические люминофоры. М., 1984. С. 208.
2. Красовицкий Б. М., Шершуков В. М., Волков В. Л. // ХГС. 1986. № 9. С. 1261.
3. Они же // Там же. С. 1265.
4. Афанасиади Л. Ш., Паценкер Л. Д., Вереzubова С. А. и др. // ХГС. 1986. № 9. С. 1267.
5. Органикум: Практикум по органической химии. М., 1979. Т. 2. С. 173.
6. Вейганд-Хильгетаг. Методы эксперимента в органической химии. М., 1968. С. 418.
7. Beilsteins Handbuch der Organischen Chemie. Berlin, 1926. S. 843.

УДК 661.183(088.0)

В.К. ЛИПСКИЙ, А.Э. ТОМСОН, М.И. СОБОЛЬ,  
Т.В. СОКОЛОВА, В.С. ПЕХТЕРЕВА, Т.И. ЛИПСКАЯ

## ВЛИЯНИЕ ГИДРОФОБИЗАЦИИ НА ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ТОРФА

The modification of peat particles surfaces by the salts of the higher aliphatic amines of the common formulae  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{NH}_2\text{Cl}$  ( $n = 8, 12, 14, 18$ ) has been carried out aimed at the attaching them water-repellent properties and oil capacity increasing. By the sorption method the structural Ca-form and ated peat characteristics (the specific surface value, mono-lay capacity, pores volume, distribution of pores by their dimensions) have been