

рекомендовать к использованию на предприятиях по переработке масел Республики Беларусь.

Таблица 1 – Результаты измерений

Вид адсорбента	Цветное число, мг йода		Кислотное число, мг КОН/г		Перекисное число, ммоль активного О <sub>2</sub> /кг	
	1 партия	2 партия	1 партия	2 партия	1 партия	2 партия
Отбельная глина (100 %)	12	10	0,28	0,26	2,62	2,45
Смесь глина/уголь (90/10 %)	20	15	0,18	0,19	2,74	2,56
Смесь глина/уголь (94/6 %)	15	15	0,18	0,20	2,41	2,30
Смесь глина/уголь (95/5 %)	12	10	0,18	0,19	2,27	2,20

### Литература

1. Михайлова, И. В. Отбельные земли. Преимущества и применение / И. В. Михайлова, С. П. Березов // *Масла и жиры*. – 2010. – № 3/4. – С. 4 – 6.
2. Брукс, Д. Д. Отбеливание растительных масел / Д. Д. Брукс // *Масла и жиры*. – 2008. – № 8. – С. 11 – 15.
3. Масло рапсовое. Общие технические условия: СТБ 1486 – 2004. – Введ. 01.01.2005.– Мн.: НП РУП «БелГИСС», 2005. – 13 с.
4. О'Брайен, Р. Жиры и масла. Производство, состав и свойства, применение / Р. О'Брайен; пер. с англ. В. Д. Широкова [и др.]. – 2-е изд. – СПб.: Профессия, 2007. – 752 с.
5. Ларин, А. Н. Общая технология отрасли: учеб. пособие. / А. Н. Ларин. – Иваново: Иван. гос. хим.-технол. ун-т., 2006. – 76 с.

УДК 547.597:542.943.7

### Получение и выделение 3,6,6-триметилциклопента-2,4-диенона

Студентка гр. 7/1 Дорошкевич М.Г.

Научный руководитель – Флейшер В.Л.

Белорусский государственный технологический университет  
г. Минск

Основная масса растительных терпеноидов, насчитывающая десятки тысяч соединений, образуются на конечных этапах специализированного (вторичного) обмена растений, и функции этих многочисленных терпеновых соединений до сих пор окончательно не выявлены. В настоящее время большой интерес в качестве исходных веществ для получения биологически активных препаратов представляют моноциклические семичленные монотерпеноиды. Это обусловлено наличием в их структуре системы сопряженных двойных связей и карбонильной группы, что делает их весьма перспективными для синтеза новых веществ, обладающих разносторонними свойствами [1]. Однако систематическое изучение указанных соединений до настоящего времени не проводилось. Работа с такими соединениями осложняется небольшим их содержанием в природных смесях и трудностью выделения. 3,6,6-Триметилциклопента-2,4-диенон, так же как и 2,6,6-триметилциклопента-2,4-диенон (эйкарвон), обнаружены в незначительных количествах в скипидарах из *Pinus sylvestris* L. Присутствие этих кетонов в живичном скипидаре объясняется тем, что из 3-карена в процессе развития растения образуются непредельные кетоны ряда карана, которые затем согласованной электроциклической реакцией превращаются в моноциклические диеноны.

Одним из способов получения монотерпеноидов с семичленными циклами является окисление 3-карена кислородом воздуха в присутствии катализатора [2].

Кроме моноциклических диенонов в продуктах окисления 3-карена обнаружены некоторые другие кетоны, а также ряд спиртов и углеводов.

Следует отметить, что перегруппировки бициклической структуры в моноциклическую – единственное объяснение присутствия в живичном скипидаре и эфирных маслах кетонов с семичленным циклом. Общая схема биогенезиса терпенов вообще не предусматривает образования подобных соединений. Однако широкое распространение в природе 3-карена и его производных и тот факт, что триметилциклогептановые соединения присутствуют только в тех эфирных маслах, где есть терпеноиды ряда карана, можно считать косвенным доказательством предположения о путях образования терпеноидов с семичленным циклом.

До настоящего времени из моноциклических семичленных монотерпеноидов применение нашел только эйкарвон, синтезированный из карвона. На основе эйкарвона были изучены некоторые перегруппировки, а также получено множество биологически активных препаратов. Однако, о применении других диенонов, в частности, 3,6,6-триметилцикло-гепта-2,4-диенона, сведения в литературе отсутствуют. Это объясняется большой трудоемкостью получения и выделения данного соединения. Поэтому, для исследования свойств 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенона, а также изучения возможности использования его в качестве исходного соединения для синтеза новых биологически активных препаратов была предпринята попытка усовершенствовать метод его получения.

В качестве исходного вещества был использован 3-карен с содержанием основного вещества 97,5%, выделенный из живичного скипидара вакуумной ректификацией.

Качественный и количественный состав исходных веществ и продуктов реакции определяли методом газожидкостной хроматографии на хроматографе «Цвет-800» с пламенно-ионизационным детектором на капиллярной колонке из нержавеющей стали длиной 30 м и внутренним диаметром 0,33 мм; неподвижная фаза – OV-101. Идентификацию указанных веществ осуществляли по относительному времени удерживания. В качестве внутреннего стандарта использовали *транс*-декалин.

Для идентификации сигналов 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенона были записаны спектры  $^1\text{H}$  и  $^{13}\text{C}$  ЯМР. Запись спектров ЯМР проводили на спектрометре AVANCE-500 (Германия) с рабочей частотой для ядер  $^1\text{H}$  – 500 МГц и для ядер  $^{13}\text{C}$  – 125 МГц соответственно. Химические сдвиги сигналов протонов и атомов углерода соединений определяли по сигналу хлороформа, который присутствует в качестве примеси в дейтерированном растворителе. Запись спектров проводили с учетом релаксации протонов и атомов углерода всех соединений.

В качестве катализатора для окисления 3-карена кислородом воздуха использовали стеарат кобальта (III) в количестве 0,3 мас. %. Окисление осуществляли в термостатированном вертикальном аппарате при температуре 80°C. Воздух подавали в нижнюю часть реактора через распределительную стеклянную пористую пластинку. Расход воздуха составлял 400 мл/мин. Продолжительность окисления составляла 12 ч. По окончании процесса для разложения образовавшихся гидроперекисей, а также изомеризации 3-карен-5-она и 3-карен-2-она в 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенон и эйкарвон соответственно продукты окисления обрабатывали 10%-ным раствором гидроксида натрия при температуре 100°C, с последующей отгонкой с паром летучих мономеров. В результате перегонки отобраны две фракции: первая – неокисленный 3-карен и углеводороды (температура отгонки до 97°C), вторая – кислородсодержащие продукты окисления (температура отгонки 97,0–98,5°C), содержащие в основном спирты и терпеновые кетоны. Соотношение фракций составляло 3 : 2. Выделение кетонов осуществляли бисульфитным методом. По данным ГЖХ, основными

компонентами фракции кетонов являлись 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенон (75%) и эйкарвон (15%). Кроме этого присутствовали в незначительных количествах 3-карен-5-он, 3-карен-2-он и 3-карен-2,5-дион.

Выделение 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенон из смеси осуществляли методом вакуумной ректификации на колонке с числом теоретических тарелок 20. В результате был выделен кетон с чистотой 95,8%. Выход 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенона составил 15% по отношению к исходному 3-карену. С использованием метода ЯМР-спектроскопии была полностью подтверждена структура 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенона.

Таким образом, усовершенствована методика получения 3,6,6-триметилциклогепта-2,4-диенона, позволяющая повысить выход кетона до 15%, а также сократить количество основных стадий.

### Литература

1. Gamenara, D. Design, synthesis and biological evaluation of new oxazines with potential antiparasitic activity / D. Gamenara, H. Heinzen, P. Moyna // *Tetrahedron Letters* – 2007. – Vol. 48. – P. 2505–2507.

2. Толстикова, Г. А. Каталитическое окисление (+)-3-карена кислородом / Толстикова Г. А. [и др.] // *Ж. орг. хим.* – 1995. – Т. 31. – Вып. 8. – С. 1149–1151.

УДК 676.226:676.038.2

### Композиция на основе макулатуры для изготовления бумаги для печати

Магистрант Каверина А. А.

Научный руководитель – Горжанов В. В., Соловьева Т. В.  
Белорусский государственный технологический университет  
г. Минск

Макулатура используется преимущественно для производства низкосортных видов бумаги и картона [1]. Однако существует необходимость ее использования для производства высокосортных видов бумаги для печати, что позволит предприятиям не зависеть от стоимости импортируемой дорогостоящей товарной целлюлозы. Стоимость макулатуры ниже стоимости свежих полуфабрикатов, поэтому ее применение в композиции бумаги приведет и к снижению стоимости бумажной продукции. По литературным данным [2] среди развитых стран, широко использующих макулатуру как сырье для производства высококачественных видов бумаги, Беларусь отсутствует.

Работа посвящена определению композиционного состава для изготовления бумаги для печати с использованием макулатуры. При составлении композиции трехкомпонентной системы использовали традиционно применяемые для высокосортных видов бумаги для печати волокнистые полуфабрикаты – беленую листовую сульфатную целлюлозу (группа ИЛИМ г. Коряжма), беленую хвойную сульфатную целлюлозу (фирма VOTNIA), а также макулатуру марки МС – 2А (ГОСТ 107000).

Для определения оптимальных параметров процесса размола волокнистых полуфабрикатов использовали математическое планирование эксперимента, с реализацией плана Кифера [3]. Размол каждого вида волокнистого полуфабриката осуществляли отдельно на мельнице НДМ-3, входящей в лабораторный комплект ЛКР-1. В процессе размола листовой и хвойной целлюлозы варьировали продолжительность размола (15 – 45 мин), величину межножевого зазора (0,2 – 0,4 мм) и частоту вращения ротора мельницы (700 – 2000 об/мин). В связи с тем, что волокна макулатуры уже подвергались воздействию размалывающей гарнитуры, для их размола