

СИНТЕЗ ТЕТРАКИС(3-ХЛОРТИО-2,4-ПЕНТАДИОНАТА) ЦИРКОНИЯ

Шишов А. С., Баженов В. В.

Дальневосточный государственный университет, Владивосток

В настоящее время ведется очень активный поиск компонентов для создания новых наноматериалов. На основе элементоорганических соединений циркония возможно получение тетрафункциональных компонентов перспективных материалов заданной структуры. Цирконийорганические соединения также пригодны для получения полимеров обладающих высокой термической стойкостью и механической прочностью.

Было показано, что в результате синтеза сульфенхлорида ацетилацетоната циркония(IV) в гетерогенных условиях в результате электрофильного замещения получен продукт, элементный анализ которого не соответствовал рассчитанным для тетразамещенного ацетилацетоната циркония. Для получения более полнозамещенного сульфенхлорида ацетилацетоната циркония было решено провести синтез в гомогенной среде в тетрагидрофуране, по методике разработанной Свистуновой И.В. и описанной в литературе [1]. Методом гельпроникающей хроматографии произведено разделение на фракции результата присоединения триэтилвинилсилана и стиrolа (для стабилизации) к сульфенхлориду. Было показано, что как в гетерогенной среде, так и в гомогенной среде итогом реакции является смесь: тетракис(3-хлортио-2,4-пентандионата) циркония, бис(3-хлортио-2,4-пентандионат) циркония дихлорида, высокомолекулярного производного приведенных выше сульфенхлоридов имеющего в своей структуре S-S группировки, а так же продукты распада всех этих соединений. Но выход тетракис(3-хлортио-2,4-пентандионата) циркония в гомогенной среде в 4 раза превышает выход этого же соединения в гетерогенной среде. В дальнейшем тетракис(3-хлортио-2,4-пентандионат) циркония очищался дробным осаждением и вводился в следующие синтезы.

Исследована реакция электрофильного замещения в хелатных циклах ацетилацетоната циркония под действием двуххлористой серы в гетерогенных и гомогенных условиях. В гомогенных условиях впервые был получен тетракис(3-хлортио-2,4-пентандионат) циркония, показано спектральными и хроматографическими методами, что это соединение является очень лабильным. Исследованы реакции присоединения сульфенхлоридов хелатов циркония полученных в различных условиях к стиrolу, к винилтриэтилсилану и химическое тестирование действием гидразина на продукты присоединения с последующим аналитическим хроматографированием подтвердило вышеприведенный вывод. Данные

термогравиметрического анализа, подтвердили получение тетракис(3-хлортио-2,4-пентандионата) циркония.

1. Свистунова И.В. Синтез и исследование сульфенхлоридов γ -дикетонатов металлов // Диссертация на соискание ученой степени канд. хим. наук. Владивосток. 1998. 93 с.

ВЫЯВЛЕНИЕ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ ФЕНОЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОРОСТКАХ ЛЬНА

Пупия М.Т., Никонова Е.В., Артюхова О.В.

Тверской государственной университет

Характерной особенностью всех высших растений является способность к синтезу соединений вторичного метаболизма. Особого интереса среди них заслуживают фенольные соединения.

Фенольные соединения чрезвычайно распространены во всех тканях и органах растений.

Для исследования были выбраны 6 дневные проростки семян льна — долгунца сорта Альфа. Установлено [1], что именно в этот период происходит наибольшее накопление суммы фенольных соединений в процессе биосинтеза.

Основу качественного анализа составляла восходящая бумажная хроматография.

Для анализа использовали четыре основные хроматографические системы, которые по данным [2] подходят именно для фенольных соединений:

1) смесь ледяная уксусная кислота - концентрированная HCl - вода (30:3:10),

2) смесь толуол - ледяная уксусная кислота - вода (4:1:5),

3) смесь *n*-бутанол - ледяная уксусная кислота - вода (40:12:28),

4) смесь *n*-бутанол - ледяная уксусная кислота – вода (6:1:2).

Окрашенные вещества проявлялись на хроматограммах в виде четких пятен. Бесцветные вещества рассматривали при ультрафиолетовом свете и обрабатывали реагентами, дающими с ними цветные реакции, например, пары аммиака. С этой целью хроматограмму погружали в камеру с реагентом на непродолжительное время.

Использование системы толуол : ледяная уксусная кислота : вода (4:1:5) позволяет выделить такой класс фенольных соединений как антоцианы, обладающие светло – желтой окраской и со значениями R_f составляющими 0,68 .

При разделении фенольных соединений с использованием проявляющей системы ледяная уксусная кислота - концентрированная HCl –