

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ АНИЛИДА  
9-ФЛУОРЕНОН-4-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ СТАТИСТИЧЕСКИМИ  
МЕТОДАМИ ПЛАНИРОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Г. М. СТЕПНОВА, В. А. ТРИГУБЕНКО

(Представлена научно-методическим семинаром  
химико-технологического факультета)

Ранее [1] нами была описана отработка оптимальных условий получения анилида 9-флуоренон-4-карбоновой кислоты, который может найти применение в синтезе биологически активных соединений по методу Уильсона-Бокса [5].

Для большей достоверности полученных данных и исследования стационарной области в данной работе при определении оптимальных условий использовали симплекс-план и ротатабельное равномерное планирование [5].

В качестве критерия оптимизации выбран выход анилида 9-флуоренон-4-карбоновой кислоты в расчете на прореагировавший анилин.

Исследовали влияние следующих факторов:  $x_1$  — температура реакции °С,  $x_2$  — продолжительность реакции, мин.

Эти факторы, их основной уровень и интервал варьирования были выбраны на основе литературных данных и предварительных экспериментов.

Опыты проводились следующим образом: в колбу емкостью 100 мл, снабженную мешалкой и холодильником, загружали 0,005 моля (1,12 г) 9-флуоренон-4-карбоновой кислоты, 0,005 моля (1,04 г) пятихлористого фосфора, 8 мл ксилола. Реакционную массу при перемешивании нагревали до 70°С, реакция продолжалась около двух часов до прекращения выделения HCl. Условия проведения опытов и результаты их реализации приведены табл. 1. После достижения требуемой температуры в реакционную массу добавлялось 0,005 моля (0,475 мл) анилина, и с этого момента отсчитывалось время реакции. Выход анилида 9-флуоренон-4-карбоновой кислоты определяется методом титрования.

Таблица 1

| № опыта | Условия проведения  |      | Выход, % |
|---------|---------------------|------|----------|
|         | $t, ^\circ\text{C}$ | мин. |          |
| 1       | 110                 | 30   | 76       |
| 2       | 125                 | 50   | 80       |
| 3       | 110                 | 70   | 86       |
| 4       | 125                 | 90   | 92       |
| 5       | 110                 | 110  | 85       |
| 6       | 115                 | 95   | 95       |
| 7       | 144                 | 70   | 77,5     |

Наибольшее значение  $y$  (95%) получено в опыте 6 при условиях проведения реакции: температура 115° С, время 95 мин.

Для математического описания процесса уравнением второго порядка вокруг точки, соответствующей опыту 6, реализованному в симплексе-

Таблица 2

| № пп. | Уровни факторов | Значение $t, ^\circ\text{C}$ | Значение времени, мин. |
|-------|-----------------|------------------------------|------------------------|
| 1     | -1,414          | 105                          | 80                     |
| 2     | -1              | 110                          | 90                     |
| 3     | 0               | 115                          | 95                     |
| 4     | +1              | 120                          | 100                    |
| 5     | +1,414          | 125                          | 110                    |

плане, ставим серию опытов по схеме центрального композиционного ротатабельного униформ-планирования [4].

Методика проведения опытов аналогична методике, указанной выше.

Условия планирования и результаты опытов приведены в табл. 2 и табл. 3.

Таблица 3

| № опыта | $x_0$ | $x_1$  | $x_2$  | $x_1x_2$ | $x_1^2$ | $x_2^2$ | $y\%$ |
|---------|-------|--------|--------|----------|---------|---------|-------|
| 1       | +1    | -1     | +1     | -1       | +1      | +1      | 85,2  |
| 2       | +1    | -1     | -1     | +1       | +1      | +1      | 90,1  |
| 3       | +1    | +1     | -1     | -1       | +1      | +1      | 94,2  |
| 4       | +1    | +1     | +1     | +1       | +1      | +1      | 94,4  |
| 5       | +1    | +1,414 | 0      | 0        | 1,999   | 0       | 96,7  |
| 6       | +1    | 0      | +1,414 | 0        | 0       | 1,999   | 94,1  |
| 7       | +1    | -1,414 | 0      | 0        | 1,999   | 0       | 92,7  |
| 8       | +1    | 0      | -1,414 | 0        | 0       | 1,999   | 93,6  |
| 9       | +1    | 0      | 0      | 0        | 0       | 0       | 93,5  |
| 10      | +1    | 0      | 0      | 0        | 0       | 0       | 94,0  |
| 11      | +1    | 0      | 0      | 0        | 0       | 0       | 92,7  |
| 12      | +1    | 0      | 0      | 0        | 0       | 0       | 93,7  |
| 13      | +1    | 0      | 0      | 0        | 0       | 0       | 94,1  |

Полученное уравнение регрессии

$$y = 98,52 + 2,23x_1 + 0,48x_2 + 0,8x_1x_2 + 23,88x_1^2 - 4,76x_2^2 \quad (1)$$

адекватно описывает поверхность отклика 2-го порядка.

$$(F_{\text{расч.}} = 22,43; F_{0,05} = 4,95).$$

Уравнение (1) приведено к канонической форме

$$y - 99,1 = -3,81x_1^2 - 5,01x_2^2.$$

Поверхность отклика представляет собой эллиптический параболоид, а контурные кривые — эллипсы.

Таким образом, с помощью симплекс-плана определены оптимальные условия синтеза анилида 9-флуоренон-4-карбоновой кислоты с максимальным выходом 95%, при использовании ротатабельного униформ-планирования достигнут выход 96,7%.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Степнова Г. М., Тригубенко В. А., Мартыненко О. Н. «Химико-фармацевтический журнал», 7, 1972.

2. Степнова Г. М., Табинская П. Ф., Коваленок А. В. ЖОХ, т. I, в. 6, 1037, 1965.

3. Степнова Г. М., Коваленок А. В., Беляева А. П. ЖОХ, т. I, в. 8, 1425, 1965.

4. Кулев Л. П., Степнова Г. М., Табинская П. Ф. Известия сибирского отделения, АН СССР, 12, 137, 1962.

5. Налимов В. В., Чернова Н. Н. Статистические методы планирования экстремальных экспериментов. М., «Наука», 1965.

---