



УКРАЇНА

(19) UA (11) 6286 (13) U

(51) 7 C07D233/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ЕНЕРГОЄМНИХ СОЛЕЙ ДЕЯКИХ АМІНОТЕТРАЗОЛІВ

1

(21) 2004010051

(22) 08.01.2004

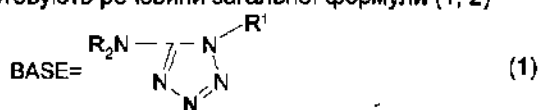
(24) 16.05.2005

(46) 16.05.2005, Бюл. № 5, 2005 р.

(72) Панасюк Олександр Григорович, Афанасьєв Дмитро Юрійович, Шестозуб Анатолій Борисович

(73) Панасюк Олександр Григорович, Афанасьєв Дмитро Юрійович, Шестозуб Анатолій Борисович

(57) 1. Спосіб отримання енергоємних солей деяких амінотетразолів, який включає отримання солей нітроазолів дією розчину основи на речовину з кислотною функцією в розчиннику при нагріванні, який відрізняється тим, що як основу використовують речовини загальної формули (1, 2)

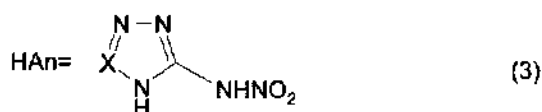


та/або

де R=H, CH₃, C₂H₅, C₃H₇, R¹=H, CH₃, C₂H₅, C₃H₇, NH₂;

як речовини із кислотною функцією використовують нітро-(нітроаміно)-азоли (3, 4, 5):

2



де X=N, CH,

а отримують солі загальної формули (6)

(BASE)_a(HAn)_b, (6)де a=1-2; b=1-2, з виходом 65-99%, причому реакцію проводять при температурі 0-50°C в воді, в водно-органічному або органічному розчиннику, за який використовують спирти AlkOH (Alk=CH₃-C₄H₉), CH₃CN, діоксан, ацетон, бензол та/або їх суміші; причому солі (6) отримують у вигляді концентрованих розчинів та/або в твердому стані.

2. Спосіб за п.1, який відрізняється тим, що сполуки (5) перекристалізують з розчинників.

3. Спосіб за п.1, 2, який відрізняється тим, що розчинники регенерують та використовують повторно.

Корисна модель стосується загальної та органічної хімії, зокрема, хімії амінотетразолів, які утворюють солі з нітропохідними тетразолу та 1,2,4-триазолу. Отримані при цьому речовини можуть бути використані як компоненти високоенергетичних вибухових речовин (ВР), в тому числі рідинних, а також як компоненти полімолекулярних унітарних ракетних палив (РП).

Найближчим за технічною суттю та результатом, що досягається, до корисної моделі, яка заявляється, є спосіб отримання 5-нітроамінотетразоляту діамонію дією розчину аміаку на розчин нітрогуанілазиду (або 5-нітрамінотетразолу) в органічному розчиннику (ацетон, оцтова кислота, етанол, дихлоретан, ді-

оксан) при нагріванні з виходами ≥50% [А.Г.Маянц, Н.А.Клинова, С.С.Гордейчук Циклизация и разложение нитрогуанилазида в органических растворителях. /ХГС.- 1987. -№7 - С.945-946]

Недоліками способу є помітні втрати цільової солі внаслідок протікання побічних окислювально-відновних реакцій, помітні витрати коштовних органічних розчинників, а також те, що отримана сіль недостатньо енергоємна.

Завдання корисної моделі - розробка, оптимальної технології отримання високоенергетичних солей амінопохідних тетразолу з деякими нітроазолами.

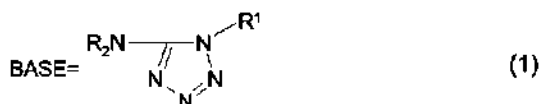
Поставлене завдання вирішується тим, що в відомому способі отримання 5-

(13) U

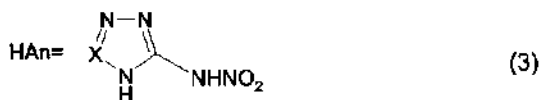
(11) 6286

(19) UA

нітрамінотетразоляту діамонію, дією розчину основи на речовину з кислотною функцією в розчиннику при нагріванні, згідно корисної моделі, в якості основи використовують речовини загальної формули (1, 2)



де $\text{R}=\text{H}, \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{C}_3\text{H}_7, \text{R}^1=\text{H}, \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{C}_3\text{H}_7, \text{NH}_2$,
в якості речовин із кислотною функцією використовують нітро-(нітроаміно)-азоли (3, 4, 5):



де $\text{X}=\text{N}, \text{CH}$,
а отримують солі загальної формули (6)



де $a=1-2, b=1-2$, з виходом 65-99%, причому реакцію проводять при температурі 0-50°C в воді, в водно-органічному або органічному розчиннику, в якості якого використовують спирти AlkOH ($\text{Alk}=\text{CH}_3-\text{C}_4\text{H}_9$), CH_3CN , дюксан, ацетон, бензол та/або їх суміші, причому солі (6) отримують у вигляді концентрованих розчинів та/або в твердому стані.

За необхідності сполуки (6) перекристалізують з тих же розчинників.

Розчинники можуть, за необхідності, регенерувати та використовувати повторно

Суттєвою відмінністю корисної моделі, що заявляється, у порівнянні з прототипом є:

- Можливість отримання більш енергоємних солей,
- Розширення можливостей способу за рахунок:

а) збільшення кількості основ - амінопохідних тетразолу;

б) збільшення кількості кислот - нітразолів,

в) збільшення вибору розчинників для проведення нейтралізації та зменшення їх витрат,

г) розширення температурного інтервалу процесу,

- Збільшення виходу кінцевих солей.

Наводимо конкретні приклади виконання даної корисної моделі.

Приклад 1

Отримання 1,5-діамінотетразолу 5'-нітрамінотетразоляту

I спосіб. В реактор з мішалкою, вміщений в водяну баню, заливають 20мл води, додають 2,6г нітрогуанідазиду, нагрівають до температури $\approx 30^\circ\text{C}$ та додають ще 2,0г 1,5-діамінотетразолу. Реакційну масу перемішують при температурі 30-40°C 1год, потім при кімнатній температурі 1-2год. За необхідності реакційну масу частково впарюють, залишок охолоджують, осад, що утворився, відфільтровують. Вихід 2,8г (80%)

II спосіб. В реактор з мішалкою та краплинною лійкою, вміщений в баню з теплоносієм, заливають розчин 2,6г 5-нітроамінотетразолу в 15мл води. До нього при перемішуванні додають 2,0г 1,5-діамінотетразолу, нагрівають до 50-60°C, перемішують до повного розчинення твердої фази, охолоджують до кімнатної температури, за необхідності, впарюють. Сухий залишок - технічний 1,5-діамінотетразолу 5'-нітрамінотетразолят ($\approx 4,6\text{г}$) ($\approx 100\%$), $T_{\text{пл}} 131-135^\circ\text{C}$ (з розкл.).

Приклад 2

Отримання 5-амінотетразолу 5'-нітрамінотетразоляту

В колбу завантажують 1,21г 5-амінотетразолу дигідрату, потім додають краплями розчин 1,30г 5-нітрамінотетразолу в 15мл води. Реакційну масу витримують при температурі 40-50°C 5хв, потім впарюють під вакуумом на роторному впарювачі або на повітрі. Вихід безводної солі 2,16г (\approx кількісний), $T_{\text{розкл}}=175^\circ\text{C}$

Аналогічно отримують 1-метил-5-амінотетразолу 5'-нітрамінотетразолят.

Наведені вище приклади наочно свідчать про можливість отримання солей амінотетразолів з нітразолами, які є високоенергетичними речовинами. Вони можуть бути використані як компоненти деяких ВР в тому числі рідинних, емульсійних, ініціюючих, а також як компоненти полімолекулярних унітарних або твердих РП.