



УКРАЇНА

(19) UA (11) 63942 (13) U  
(51) МПК (2011.01)  
C07C 309/00  
C07C 61/00  
C07C 7/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ВОДОРОЗЧИННИХ СОЛЕЙ СУЛЬФОКИСЛОТ НАФТОХІНОНУ

1

2

(21) u201103713

(22) 28.03.2011

(24) 25.10.2011

(46) 25.10.2011, Бюл.№ 20, 2011 р.

(72) ПЛАТОНОВ МИКОЛА ОЛЕКСАНДРОВИЧ,  
БУЧКЕВИЧ ІРИНА РОМАНІВНА, МУСЯНОВИЧ  
РОСТИСЛАВ ЯРОСЛАВОВИЧ, СТАСЕВИЧ МА-  
РИНА ВОЛОДИМИРІВНА, БОНДАРЧУК ОКСАНА  
ПЕТРІВНА, НОВІКОВ ВОЛОДИМИР ПАВЛОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА  
ПОЛІТЕХНІКА"

(57) Спосіб отримання водорозчинних солей су-  
льфокислот нафтохінону, що включає взаємодію  
нафтохінону з сульфідом натрію в розчиннику з  
наступним виділенням цільових солей, який **відрі-**  
**зняється** тим, що як розчинник використовують  
суміш води та толуену в об'ємному співвідношенні  
1-2,33:1, після взаємодії сіль виділяють деканту-  
ванням водного шару та його упарюванням.

Корисна модель належить до способів одер-  
жання органічних сполук, що містять вуглець ра-  
зом із сіркою, з воднем, галогенами, киснем або  
азотом або без них і може бути застосовано для  
одержання водорозчинних солей сульфокислот  
нафтохінону, як проміжних продуктів для подаль-  
ших органічних синтезів.

Відомий спосіб отримання водорозчинних со-  
лей сульфокислот нафтохінону, що включає взає-  
модію нафтохінону з сульфідом натрію в розчин-  
нику з наступним виділенням цільових солей.  
(Phosphorus Sera Silicone. 10. 2004. 1907-1922)

Але у відомому способі одержання сульфоки-  
слот нафтохінону в толуені необхідною стадією є  
очищення продуктів реакції від непрореагованих  
речовин та домішок перекристалізацією, що веде  
до значного збільшення загального часу отриман-  
ня цільової сполуки та зростання вартості кінцево-  
го продукту через застосування додаткових реаге-  
нтів та обладнання, а вихід складає 69 %.

В основу корисної моделі поставлено задачу  
створити спосіб отримання водорозчинних солей  
сульфокислот нафтохінону, в якому використання  
нового розчинника забезпечило б одержання чист-  
ого продукту без очищення, що дозволить виклю-  
чити перевитрату реагентів, скоротити час одер-  
жання цільової солі та зменшити її вартість, та  
досягти виходів понад 90 %.

Поставлена задача вирішується тим, що в  
способі отримання водорозчинних солей сульфо-  
кислот нафтохінону, що включає взаємодію наф-

тохінону з сульфідом натрію в розчиннику з насту-  
пним виділенням цільових солей, згідно з корис-  
ною моделлю, як розчинник використовують суміш  
води та толуену в об'ємному співвідношенні 1-  
2,33:1, після взаємодії сіль виділяють декантува-  
нням водного шару та його упарюванням.

Це забезпечує розділення реакційного сере-  
довища в органічному та водному шарах. Вихідні  
сполуки нафтохінону добре розчинні в толуені і не  
переходять у водний шар, в той час, як сульфід  
натрію розчиняється у воді. Реакція проходить при  
інтенсивному перемішуванні і нагріві у площині  
контакту водної та органічної фаз. Як результат,  
всі непрореаговані органічні компоненти повністю  
залишаються в органічному шарі, а кінцевий про-  
дукт - натрієва сіль сульфокислоти нафтохінону в  
повному обсязі переходить в водний шар, який  
декантують. Такий спосіб дозволяє зразу одержа-  
ти продукт високої чистоти без очищення з вихо-  
дом понад 90 %, що виключає перевитрату реаге-  
нтів, скорочує час одержання цільової солі та  
зменшує її вартість.

Для одержання водорозчинних солей сульфо-  
кислот нафтохінону були використані: Круглодон-  
на колба, зворотний холодильник, ділільна лійка.

Реагенти: вода дистильована, толуен - х.ч.,  
2,3-дихлор-1,4-нафтохінон - техн., сульфід натрію -  
х.ч.

Чистоту та будову продуктів визначали еле-  
ментним аналізом, І<sup>4</sup>-, та ПМР-спектроскопією.

(19) UA (11) 63942 (13) U

Приклад 1. В круглодонну колбу, оснащену зворотним холодильником, до 100 мл воднотолуенової (1:1) суміші 0,03 моль 2,3-дихлор-1,4-нафтохінону додали водний розчин 0,03 моль сульфату натрію. Реакцію вели, при постійному перемішуванні і температурі 30-35°C Реакційну масу профільтрували від непрореагованих речовин і декантували на ділильній лійці водний розчин цільової солі, який упарили. Отримали натрієву сіль сульфокислоти 1,4-нафтохінону темно-червоного кольору. Вихід продукту за даною реакцією склав 95 %.

Будову натрієвої солі 1,4-нафтохінон-3-сульфокислоти підтверджували елементним аналізом: Розраховано / знайдено: С - 40,76/40,75, Н - 1,37/1,32, S - 10,88/10,85, Cl - 12,03/12,00.; <sup>1</sup>H ЯМР (δ, м.л.): 8,46-8,10 (2H, дт, CH<sub>Ar</sub>), 7,39-7,86 (2H, т, CH<sub>Ar</sub>) та ІЧ спектром сполуки, де присутні смуги поглинання в області 1650-1660 см<sup>-1</sup>, характерні для n-хіноїдних C=O груп, а також 1246-1268 см<sup>-1</sup>, що говорить про присутність - SO<sub>2</sub>-угруповання сульфокислоти.

Приклад 2. В круглодонну колбу, оснащену зворотним холодильником, до 100 мл воднотолуенової (2,33:1) суміші 2-заміщеного-3-хлор-1,4-нафтохінону додали водний розчин 0,03 моль сульфату натрію. Реакцію вели при постійному перемішуванні і температурі 30-35°C Реакційну масу

профільтрували від непрореагованих речовин і декантували на ділильній лійці водний розчин цільової солі, який упарили. Отримали натрієву сіль 2-заміщеної-3-сульфокислоти-1,4-нафтохінону темно-червоного кольору. Вихід продукту за даною реакцією склав 94 %.

Будову натрієвої солі 3-сульфокислоти-2-заміщеного-1,4-нафтохінону підтверджували елементним аналізом: Розраховано / знайдено: С - 40,76/40,75, Н - 1,37/1,32, S - 10,88/10,85, Cl - 12,03/12,00.; в ІЧ спектрі сполуки присутні смуги поглинання в області 1650-1660 см<sup>-1</sup>, характерні для n-хіноїдних C=O груп, а також 1248-1264 см<sup>-1</sup>, що говорить про присутність - SO<sub>2</sub> - угруповання сульфокислоти, <sup>1</sup>H ЯМР (δ, м.л.): 8,44-8,12 (2H, дт, CH<sub>Ar</sub>), 7,87-7,82 (2H, т, CH<sub>Ar</sub>).

Приклад 3 (прототип). Одержання натрієвої солі сульфокислоти 1,4-нафтохінону здійснювали аналогічно з використанням як розчинника толуену. Після очистки перекристалізацією в багатокомпонентному органічному розчиннику, було отримано продукт з виходом 69 %.

Зміну співвідношення вода-толуен підбирають індивідуально, проте його зменшення нижче ніж 1:1 є недоцільним через перевитрату толуену, а збільшення вище за 2,33:1 веде до зменшення виходу кінцевого продукту.