



МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 119775

(13) U

(51) МПК

G01N 31/22 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2017 03191**

(22) Дата подання заявки: **03.04.2017**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.10.2017**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.10.2017, Бюл.№ 19**

(72) Винахідник(и):

**Авдєєнко Анатолій Петрович (UA),
Коновалова Світлана Олексіївна (UA),
Лисенко Олена Миколаївна (UA)**

(73) Власник(и):

**ДОНБАСЬКА ДЕРЖАВНА
МАШИНОБУДІВНА АКАДЕМІЯ,
вул. Шкадінова, 72, м. Краматорськ, 84313
(UA)**

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ N-ЗАМІЩЕНИХ 1,4-БЕНЗО(НАФТО)ХІНОНМОНОІМІНІВ

(57) Реферат:

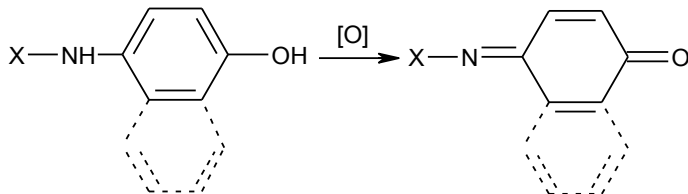
Спосіб отримання N-заміщених 1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів, який полягає у використанні як окисників доступних сполук нітрогену з валентністю нітрогену 3-5, причому окиснення N-заміщених 1,4-амінофенолів(нафтолів) проводять нітритом натрію (валентність нітрогену 3) в середовищі оцтової кислоти.

UA 119775 U

Корисна модель належить до галузі хімії, а саме до хімічної технології органічних речовин і може знайти застосування при синтезі хіноїдних сполук - N-заміщених 1,4-хінонмоноімінів.

N-Заміщені 1,4-хінонмоноіміни знаходять застосування в різних галузях, вони є напівпродуктами в синтезах барвників, гетероциклічних сполук, пестицидів, виявляють біологічну активність, тому розробка нових методів синтезу є актуальною проблемою.

Більшість методів отримання N-заміщених 1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів полягає у окисненні відповідних N-заміщених 1,4-амінофенолів(нафтолів) за схемою:



Як окисники використовують: хромовий ангідрид [Бурмистров СИ., Титов Е.А., ЖОХ, 22, 999 (1952)]; біхромат натрію в водному розчині сірчаної кислоти [Титов Е.А., Бурмистров СИ., ЖОрХ, 30, 623 (1960)]; біхромат натрію в оцтовій кислоті [Бурмистров СИ., Титов Е.А., ЖОХ, 22, 1962 (1952)]; тетраацетат плюмбуму в бензені або в оцтовій кислоті [Adams R., Looker J.H., J. Am. Chem. Soc, 73, 1145 (1951)].

Недоліком цього методу окиснення N-заміщених 1,4-амінофенолів(нафтолів) є використання дорогих окисників, а вихід кінцевих продуктів не є високим.

Найбільш близьким до корисної моделі за сукупністю ознак є спосіб отримання N-арилсульфоніл-1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів дією оксидів нітрогену на суспензію відповідних 1,4-амінофенолів (нафтолів) в середовищі тетрахлорида карбону [Титов Е.А., Авдеенко А.П. Способ получения N-ацил-п-хинониминов. АС СССР № 367085. Заявка № 1613611/23-4 от 25.01.1971, Опубл. 23.01.1973. Бюл. № 8]. Хіноніміни, що отримують цим способом, мають високу чистоту, вихід високий.

Загальними суттєвими ознаками найближчого аналогу і способу, що заявляється, є використання в якості окисників доступних сполук нітрогену з валентністю нітрогену 3-5.

Недоліком відомого способу синтезу є проведення додаткової операції отримання оксидів нітрогену, наприклад, дією нітратної кислоти на мідну стружку.

В основу корисної моделі поставлена задача вдосконалення відомого способу для отримання N-заміщених 1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів без використання оксидів нітрогену.

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що синтез проводять в середовищі оцтової кислоти з використанням як окисника N-заміщених 1,4-амінофенолів (нафтолів) нітриту натрію (валентність нітрогену 3).

Реакція перебігає швидко і майже кількісно.

Загальний спосіб синтезу N-заміщених 1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів.

До суспензії ОД молю N-заміщеного 1,4-амінофенолу (нафтолу) в 75 мл льодяної оцтової кислоти, нагрітої до 40-50 °С, додають порціями при перемішуванні 0,2 молю нітрита натрію. Розмішування продовжують 10-15 хвилин, потім реакційну масу охолоджують, осад відфільтровують, промивають невеликою кількістю етилового спирту і сушать.

Приклади отримання N-заміщених 1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів:

N-2-бісбензолсульфоніл-1,4-нафтохінонмоноімін. Вихід 92,6 %, лимонно-жовті кристали, т.пл. 227-228 °С (з оцтової кислоти);

N-бензолсульфоніл-2-хлор-1,4-нафтохінонмоноімін. Вихід 93,4 %, жовті кристали, т.пл. 181-182 °С (з оцтової кислоти);

N-бензолсульфоніл-2,6-дихлор-1,4-бензохінонмоноімін. Вихід 88,5 %, лимонно-жовті кристали, т.пл. 162,5-163,5 °С (з оцтової кислоти);

N-бензолсульфоніл-1,4-нафтохінонмоноімін. Вихід 65,0 %, жовті кристали, т.пл. 154-155 °С (з оцтової кислоти).

N-2,4-динітрофеніл-2,6-дихлор-1,4-бензохінонмоноімін. Вихід 93,5 %, яскраво-жовті кристали, т.пл. 222-223 °С (з оцтової кислоти);

N-4-хлорбензоіл-2,6-дихлор-1,4-бензохінонмоноімін. Вихід 69,9 %, світло-жовті кристали, т.пл. 147 °С (з гептану);

N-бензиліденацетил-2,6-диметил-1,4-бензохінонмоноімін. Вихід 63,2 %, жовті кристали, т.пл. 115-116 °С (з н-гексану);

N-бензиліденацетил-2,6-диметил-1,4-бензохінонмоноімін. Вихід 63,2 %, жовті кристали, т.пл. 115-116 °С (з н-гексану);

N-(4-метоксифенил)амінокарбонил-2,6-диметил-1,4-бензохшонмоноімін. Вихід 48,4 %, жовті кристали, т.пл. 139-141 °С (з н-гексану);

N-(4-толил)амінокарбонил-2,6-дихлор-1,4-бензохінонмоноімш. Вихід 78,7 %, жовті кристали, т.пл. 163-165 °С (з н-гексану).

- 5 Застосування пропонованого способу дозволяє отримувати N-заміщені 1,4-бензо(нафто)хінонмоноіміни надзвичайно простим способом з використанням дешевих нітриту натрію та оцтової кислоти. Отримані продукти є чистими з високими виходами.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

10

Спосіб отримання N-заміщених 1,4-бензо(нафто)хінонмоноімінів, який полягає у використанні як окисників доступних сполук нітрогену з валентністю нітрогену 3-5, який **відрізняється** тим, що окиснення N-заміщених 1,4-амінофенолів(нафтолів) проводять нітритом натрію (валентність нітрогену 3) в середовищі оцтової кислоти.

15

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601