



УКРАЇНА

(19) UA (11) 4105 (13) U

(51) 7 C07D249/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ЕНЕРГОЄМНИХ СОЛЕЙ ДЕЯКИХ 5-ГІДРАЗИНОТЕТРАЗОЛІВ

1

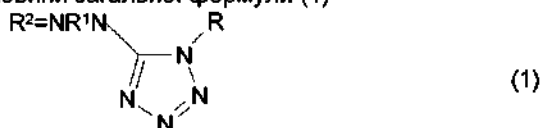
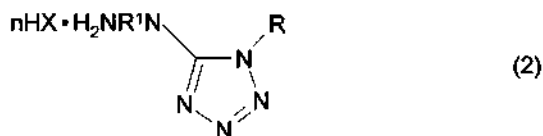
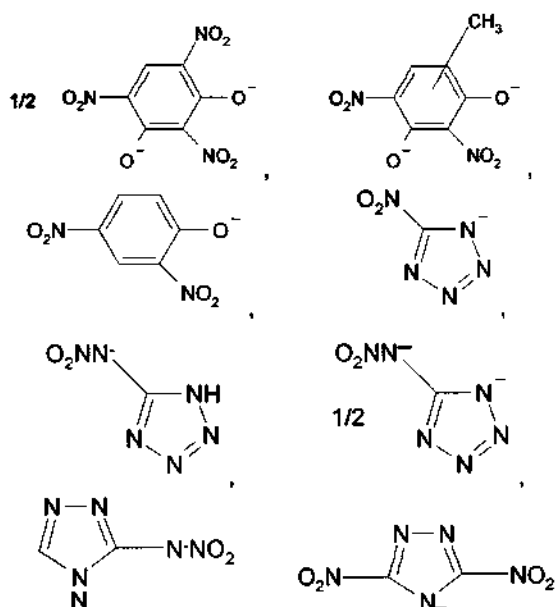
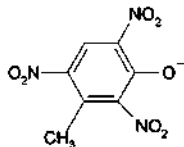
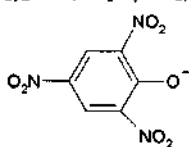
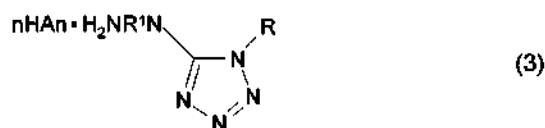
2

(21) 2004010056

(22) 08.01.2004

(24) 17.01.2005

(46) 17.01.2005, Бюл. № 1, 2005 р.

(72) Панасюк Олександр Григорович, Шестозуб
Анатолій Борисович(73) Панасюк Олександр Григорович, Шестозуб
Анатолій Борисович(57) 1. Спосіб отримання енергоємних солей де-
яких 5-гідразинотетразолів, який включає отри-
мання гідрохлориду 5-гідразинотетразолу, дією
надлишку кислоти на 5-ариліденгідразинотетразол
(субстрат) при кип'ятінні реакційної маси, який відрізняється тим, що як субстрат використовують
речовини загальної формули (1)як кислоту - речовини загальної формули HX, при-
чому використовують 0,01 - 5,00-кратний мольний
надлишок HX, процес проводять при температурі
0 - 100°C в водному, водно-органічному або орга-
нічному середовищі протягом 0,1 - 3,0 год з відгон-
кою або екстракцією побічного продукту реакції
або без нього з отриманням солей загальної фор-
мули (2)де R=H, Alk, NH₂, NHAik, NAlk₂; Alk=CH₃ - C₃H₇;
R¹=H, Alk; R²=CHAr, H₂; n=1-2
X = NO₃⁻, ClO₄⁻, C(NO₂)₃⁻, C(CN)₃⁻, N(NO₂)₂⁻, N₃⁻,
(NO₂)₂CH⁻, 1/2[C(NO₂)₂]₂²⁻1/2(CH₂N⁺NO₂)₂, 1/2 CH₂(N⁺NO₂)₂, CH₃N⁺NO₂,
причому солі отримують в твердому стані або в
вигляді концентрованих розчинів, а органічний
розчинник відноситься до ряду: AlkOH, CH₃CN.2. Спосіб отримання енергоємних солей деяких 5-
гідразинотетразолів, який відрізняється тим, що
сполуки (2) отримують у дві стадії, причому на пер-
шій стадії сполуки (1) обробляють кислотами HAn
з отриманням солей складуде An = Cl, Br, 1/2SO₄, 1/2 C₂O₄, 1/3 PO₄,
з наступною взаємодією останніх з солями металів
MX та виділенням продуктів реакції складу (2) в
твердому стані та/або в розчині відомими спосо-
бами.3. Спосіб за п. 1, 2, який відрізняється тим, що
органічні розчинники, які використовують при
отриманні солей (2, 3), можуть бути регенеровані
та використані на наступній стадії.

(19) UA (11) 4105 (13) U

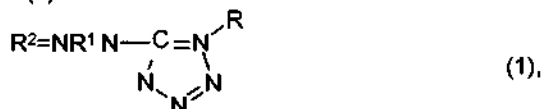
Корисна модель стосується загальної та органічної хімії, зокрема, хімії 5-гідразинотетразолів. Солі останніх з деякими кислотами є високоенергетичними речовинами та можуть знайти застосування як компоненти вторинних та первинних вибухових речовин (ВР), в тому числі рідинних, а також полімолекулярних ракетних палив (РП).

Найближчим за технічною суттю та результатом, що досягається, до корисної моделі, який заявляється, є спосіб отримання 5-гідразинотетразолу гідрохлориду солянокислотним гідролізом (дією надлишку HCl при кипінні) 5-бензиліденгідразинотетразолу, який, в свою чергу, отриманий дією бензальдегіду на продукти відновлення 1,3-(5-тетразоліл)тріазену [В.П. Щипанов, А.И. Заболотская, Р.А. Бадрызлова Производные тетразола XII Синтез и некоторые свойства 5-тетразолілгидразонов / ХГС - 1975 - №6 - С 850-854,]

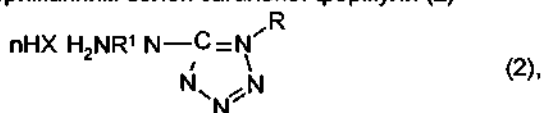
Недоліками способу є значна тривалість процесу, а також те, що отримана сіль недостатньо енергоємна.

Завдання корисної моделі отримання високоенергетичних солей гідразинотетразолів з кислотами-окисниками та енергоємними кислотами.

Поставлене завдання вирішується тим, що в відомому способі отримання гідрохлориду 5-гідразинотетразолу, дією надлишку кислоти на 5-ариліденгідразинотетразол (субстрат) при кип'ятінні реакційної маси, згідно винаходу в якості субстрату використовують речовини загальної формули (1)

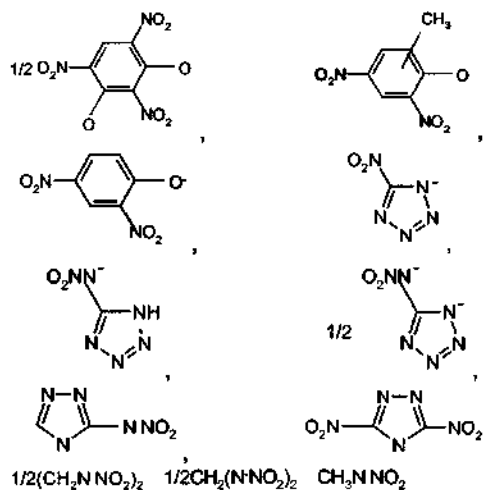
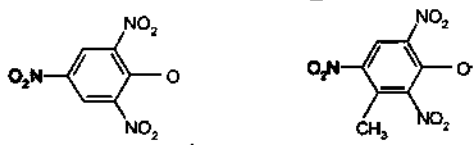


в якості кислоти - речовини загальної формули HX, причому використовують 0,01-5,00-кратний мольний надлишок HX, процес проводять при температурі 0-100°C в водному, водно-органічному або органічному середовищі протягом 0,1-3,0 год з відгонкою побічного продукту реакції або без нього з отриманням солей загальної формули (2)



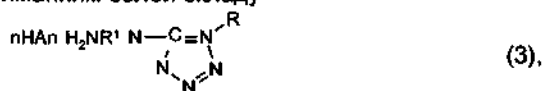
де R=H, Alk, NH₂, NHAik, Naik₂, Alk=CH₃-C₃H₇, R¹=H, Alk, R²=CHAr, H₂, n=1,0-2,0

X=NO₃⁻, ClO₄⁻, C(NO₂)₃⁻, C(CN)₃⁻, N(NO₂)₂⁻, N₃⁻, (NO₂)₂CH⁻, 1/2[C(NO₂)₂]₂²⁻



причому солі отримують в твердому стані або в вигляді концентрованих розчинів, а органічний розчинник відноситься до ряду AlkOH, CH₃CN

З метою розширення можливостей процесу та заради безпечності процесу сполуки (2), за необхідності, отримують у дві стадії, причому на першій стадії сполуки (1) обробляють кислотами HAn з отриманням солей складу



де An=Cl, Br, 1/2SO₄, 1/2C₂O₄, 1/3PO₄, з наступною взаємодією останніх з солями металів MX та виділенням продуктів реакції складу (2) в твердому стані та/або в розчині відомими способами. Органічні розчинники, які використовують при отриманні солей (2, 3), можуть бути регенеровані та використані на наступній стадії.

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 - гідразинопохідних тетразолу,
 - б) використання значної кількості енергоємних кислот,
 - в) збільшення вибору розчинників для проведення процесу,
 - г) розширення температурного інтервалу процесу.

Наводимо конкретні приклади виконання даного винаходу.

Приклад 1 Отримання 5-гідразинотетразолу гідрохлориду (прототип)

а) Отримання 5-бензиліденгідразинотетразолу. Суспензію 65г 1,3-(5-тетразоліл)тріазену в 200мл конц HCl додають при перемішуванні до розчину 80г SnCl₂ · 2H₂O в 180 мл конц HCl, витримують при перемішуванні при 30-35°C 2 год, фільтрують. До фільтрату додають 17-18мл бензальдегіду, перемішують 2 год при 20°C, осад, що

утворився, відфільтровують, промивають конц HCl, водою, спиртом, сушать Вихід 19,5г (61%)
 $T_{пл}=230-232^{\circ}\text{C}$ (з розкл.)

б) Отриманий пдразон додавали до 100мл конц HCl, кипятили з відгонкою частини HCl протягом 1год, потім додавали ще 100мл конц HCl, операцію повторювали ще раз до закінчення пдролізу Отриманий розчин випарювали на роторному випарювачі під вакуумом досуха Залишок - технічний 5-тетразолілпдразин пдрохлорид, вихід близький до кількісного (138г)

Приклад 2 Отримання 5-тетразолілпдразину

хлорнокислого

а) Отримання 5-тетразолілпдразину пдрохлориду див прикл 1 (прототип)

б) Отримання солі

До розчину 2,8г технічного 5-тетразолілпдразину пдрохлориду у мінімальній кількості гарячого етанолу додають при перемішуванні розчин 2,5г NaClO_4 в 10мл етанолу Реакційну масу охолоджують до 10°C Осад, що утворився, відфільтровують, промивають спиртом, об'єднані фільтрати концентрують, отримують 8г 50% розчину 5-тетразолілпдразину хлорнокислого

