



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 57066

(13) C2

(51) 7 C07C233/78

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ГІДРАТОВАНИЙ ГІДРОХЛОРИД НІТРОБЕНЗАМІДУ ТА СПОСІБ ЙОГО ОДЕРЖАННЯ

1

2

(21) 99095241

(22) 24 03 1998

(24) 16 06 2003

(86) PCT/EP98/01913, 24 03 1998

(31) 9706376 2

(32) 27 03 1997

(33) GB

(46) 16 06 2003, Бюл. № 6, 2003 р

(72) Слатер Грехем Ральф, GB, Вестлайк Пол
Джеффри, GB

(73) СМІТКЛАЙН БІЧАМ П Л С, GB

(56) WO 9813479 A, 09 05 1998

(57) 1 Гідратований гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-
диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-
нітробензаміду, який відрізняється тим, що(i) містить воду в діапазоні від 1,7 до 2,4 молярних
еквівалентів, та/або(ii) має точку плавлення в діапазоні 150-154°C,
та/або(iii) має інфрачервоний спектр, що включає піки на
3510, 3342, 3076, 1665, 1598, 1343, 1330, 1216 і
801 см⁻¹, та/або(iv) має спектр твердофазного ¹³C ядерного магніт-
ного резонансу, що містить хімічні зсуви 28 8,
32 0, 38 1, 49 9, 52 3, 56 0, 56 8, 109 9, 111 2, 123 6,
128 8, 129 8, 131 7, 139 3, 147 0, 149 5, та 166 2
ppm, та/або(v) має структуру рефракції рентгенівських проме-
нів в порошковій камері (XRPD) згідно з наступ-
ним

Кут дифракції (° 2θ)

12,78

14,675

16,070

17,765

21,185

23,875

25,430

25,885

26,370

27,020

27,455

2 Сполука за п 1, яка відрізняється тим, що міс-
тить від 1,8 до 2,3 або від 1,9 до 2,1 молярних ек-
вівалентів води3 Сполука за п 1 або п 2, яка відрізняється тим,
що містить 2,0 молярні еквіваленти4 Сполука за будь-яким з пп 1-3, яка відрізня-
ється тим, що має точку плавлення в діапазоні від
150°C до 154°C5 Сполука за будь-яким з пп 1-4, яка відрізня-
ється тим, що має точку плавлення 150°C, 151°C,
152°C, 153°C або 154°C6 Сполука за будь-яким з пп 1-5, яка відрізня-
ється тим, що дає інфрачервоний спектр, що міс-
тить піки на 3510, 3342, 3307, 3076, 1665, 1632,
1598, 1548, 1520, 1343, 1330, 1310, 1267, 1240,
1216, 1162, 1147, 1119, 1105, 1048, 1036, 1025, 981,
921, 891, 873, 854, 801, 767, 720, 626, 573, 553 і
500 см⁻¹7 Сполука за будь-яким з пп 1-6, яка відрізня-
ється тим, що дає інфрачервоний спектр, в осно-
вному як показано на фігурі (I)8 Сполука за п 1 або її фармацевтично прийнят-
на сіль та/або її фармацевтично прийнятний соль-
ват, яка відрізняється тим, що її використовують
як активну терапевтичну речовину9 Сполука за п 1 або її фармацевтично прийнят-
на сіль та/або її фармацевтично прийнятний соль-
ват, яка відрізняється тим, що її використовують
в лікуванні та/або профілактиці аритмії і ішемічних
розладів ритму10 Сполука згідно з п 1 або її фармацевтично
прийнятна сіль та/або її фармацевтично прийнят-
ний сольват, яка відрізняється тим, що її викори-
стовують для виготовлення медикаменту для ліку-
вання аритмії і ішемічних розладів ритму11 Спосіб отримання гідратованого гідрохлориду
N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-
нітробензаміду згідно з п 1, який відрізняється
тим, що гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-
диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-
нітробензаміду гідратують у присутності необхід-
ної кількості води12 Спосіб за п 11, який відрізняється тим, що
гідрохлорид кристалізують або перекристалізову-
ють з води або водного розчинника

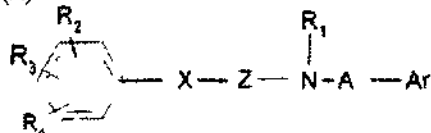
(13) C2

(11) 57066

(19) UA

Представлений винахід стосується нового фармацевтичного засобу способу отримання фармацевтичного засобу і використання фармацевтичного засобу у медицині

Міжнародна патентна заявка, публікація під № WO 96/13479, розкриває певні сполуки формули (A)



або їхні солі, або їхні сольвати, які відрізняються тим, що

Ar представляє заміщений або незаміщений арил, в якому необов'язково замісники обирають серед алкилу, гідрокси або алкокси або, якщо приєднані до суміжних вуглецевих атомів, будь-які два замісники разом із вуглецевими атомами, до яких вони приєднані, можуть утворювати замкнене гетероциклічне кільце з п'яти-шести атомів, де один, два або три зі згаданих атомів є киснем або азотом,

A представляє C_{1-4} -алкіленову групу, в якій кожний вуглець може необов'язково бути заміщеним 1 або 2 C_{1-6} алкілними групами,

R_1 представляє водень, алкіл, алкеніл або циклоалкіл,

одна або дві з груп R_2 , R_3 і R_4 представляють нитро, решта членів груп R_2 , R_3 і R_4 представляють водень,

X представляє групу $-CO-NH-$, і

Z представляє C_{2-4} -алкіленову групу, в якій кожний вуглець може необов'язково бути заміщеним 1 або 2 C_{1-6} алкілними групами

У прикладі 2 WO 96/13479 представлена не-сольватована гідрохлоридна сіль - гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду (надалі також згадується як "Гідрохлорид"), визначена точка плавлення якого становить $141-2^\circ\text{C}$

Тепер було виявлено, що гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду існує в новій гідратованій формі, ця форма є особливо придатною для отримання й обробки у великих кількостях і також має кращі властивості для формулювання. Цю нову гідратовану форму можна отримати за допомогою ефективного, економічного і відновлюваного способу, який особливо підходить для масового виробництва

Нова форма також має корисні фармацевтичні властивості і вважається корисним анти-аритмічним засобом, що об'єднує анти-аритмічні властивості класу III / класу IV, проявляючи, таким чином, поліпшений фармакологічний профіль порівняно з чистими анти-аритмічними засобами класу III, зокрема проявляючи низький проаритмічний потенціал, легко відновлюючи контрактильну функцію ішемічного міокарда. Вважається, що він буде особливо корисним для лікування атріальних або вентрикулярних серцевих аритмій

Відповідно, представлений винахід розкриває

гідратований гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду (надалі також згадується як "Сполука (I)"), який відрізняється тим, що

(i) містить воду в діапазоні від 1,7 до 2,4 молярних еквівалентів, та/або

(ii) має точку плавлення вище 145°C , та/або

(iii) має інфрачервоний спектр, що включає піки на 3510 , 3342 , 3076 , 1665 , 1598 , 1343 , 1330 , 1216 і 801cm^{-1} , та/або

(iv) має спектр твердофазного ядерного магнітного резонансу, що містить хімічні зсуви, як в основному наведено в таблиці I, та/або

(v) має структуру рефракції рентгенівських променів в порошковій камері (РПД), як в основному наведено в таблиці II

Прийнятна сполука (I) включає від 1,8 до 2,3 або від 1,9 до 2,1 молярних еквівалентів води, зокрема 2,0 молярні еквіваленти

Прийнятна точка плавлення сполуки (I) знаходиться в діапазоні від 150°C до 154°C , наприклад 150°C , 151°C , 152°C , 153°C та 154°C

В подальшому аспекті сполука (I) має інфрачервоний спектр, що містить піки на 3510 , 3342 , 3307 , 3076 , 1665 , 1632 , 1598 , 1548 , 1520 , 1343 , 1330 , 1310 , 1267 , 1240 , 1216 , 1162 , 1147 , 1119 , 1105 , 1048 , 1036 , 1025 , 981 , 921 , 891 , 873 , 854 , 801 , 767 , 720 , 626 , 573 , 553 і 500cm^{-1}

Прийнятна сполука (I) має інфрачервоний спектр, в основному як показано на фігурі (I)

Прийнятна сполука (I) має спектр твердофазного ядерного магнітного резонансу, що містить хімічні зсуви, як в основному наведено в таблиці I

Прийнятна сполука (I) має структуру рефракції рентгенівських променів в порошковій камері (РПД), як в основному наведено в таблиці II

Представлений винахід охоплює сполуку (I), виділену у чистій формі або у вигляді сумішей з іншими матеріалами, наприклад, відомою безводною формою Гідрохлориду або будь-яким іншим матеріалом

Переважно, сполука (I) знаходиться в кристалічній формі

Винахід також розкриває спосіб отримання гідратованого гідрохлориду N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду, який відрізняється тим, що гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду гідратують у присутності необхідної кількості води

Прийнятні способи гідратації включають звичайні способи гідратації, такі як кристалізація, включаючи перекристалізацію, Гідрохлориду з води або водного розчинника

Прийнятний водний розчинник є водним органічним розчинником, таким як водний алканол, наприклад водний метанол, водний етанол і водний пропанол або водний тетрагідрофуран або водний ацетон, і їхні суміші

Прийнятні водні розчинники містять до 15% за об'ємом води, переважно від 2,5% до 10% за об'ємом

Кристалізацію і будь-яку перекристалізацію загалом здійснюють від низької до навколишньої температури, переважно при навколишній температурі

Переважно, кристалізацію ініціюють за допомогою затравки з кристалів гідратованої форми, але це не обов'язково

Зручно здійснювати кристалізацію, дозволяючи водному розчиннику охолодитися від підвищеної температури, така температура залежить звичайно від природи розчинника, наприклад, температура в діапазоні від 50°C до 100°C

У кращому втіленні способу, сполуку (I) отримують з розчину Гідрохлориду у водному етанолі при підвищеній температурі, наприклад 60°C, дозволяючи продукту кристалізуватися при охолодженні, і після цього, якщо потрібно здійснюючи перекристалізацію продукту з придатного водного розчинника звичайно - водного етанолу Очищення сполуки (I) також відповідно здійснюють шляхом перекристалізації нечистої сполуки (I), використовуючи цю останню методику

При альтернативній гідратації, Гідрохлорид підрачують в атмосфері водної пари, при навколишній або, переважно, підвищеній температурі, наприклад 40°C поки не утвориться сполука (I), зручно продовжувати гідратацію, поки не досягнута постійна вага

При наступному способі гідратації, гідрохлорид N-[3-[[2-(3-4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміну отримують *in situ* у водному розчиннику і потім залишають кристалізуватися, як описано вище

Гідрохлорид отримують відповідно до відомих методик як ті, що розкриті в WO 96/13479 Розкриття WO 96/13479 включені сюди як посилання

"Водний розчинник", як використовується тут, включає окремі органічні розчинники або суміші органічних розчинників, що містять достатню кількість води, щоб забезпечити продукт від 1,7 до 2,4 молярними еквівалентами води ("необхідний рівень" або "необхідна кількість" води), звичайно, рівень присутньої води є більшим, чим необхідний рівень

Термін "серцева аритмія", що використовується тут стосується будь-якого відхилення від норми серцебиття, включаючи без обмежень синусову аритмію передчасне серцеве скорочення, блокаду серця, фібриляцію, тріпотіння тахікардію, пароксизмальну тахікардію і передчасні скорочення шлуночків

Як згадано вище, сполука згідно з винаходом має корисні терапевтичні властивості даний винахід відповідно представляє сполуку (I) для використання в якості активної терапевтичної речовини

Більш конкретно, представлений винахід розкриває сполуку (I) для використання у лікуванні та/або профілактиці аритмії, особливо серцевої аритмії наприклад, вентрикулярної аритмії, а також ішемічних розладів ритму

Сполуку (I) можна застосовувати *per se* або, переважно, у вигляді фармацевтичної композиції, що також включає фармацевтичне прийнятний носій

Відповідно, представлений винахід розкриває

фармацевтичну композицію що включає сполуку (I) і фармацевтичне прийнятний носій для неї

Сполука (I) звичайно застосовується у формі одиниці дозування

Ефективна кількість для лікування розладів, описаних вище, залежить від таких чинників, як ефективність обраної сполуки (I), природи і серйозності захворювання, яке лікують, і ваги свавця Однак, одинична доза звичайно міститиме від 0,1 до 500мг, наприклад від 2 до 50мг, сполуки згідно з винаходом Одиничні дози звичайно вводитимуться один або більше разів на день, наприклад 2, 3, 4, 5 або 6 разів на день, більш звичайно від 2 до 4 разів на день так, щоб повна добова доза звичайно перебувала в межах для дорослого вагою 70кг - від 0,1 до 2500мг, більш звичайно від 1 до 1000мг, наприклад, від 1 до 200мг тобто в межах приблизно від 0,02 до 3мг/кг/день, більш звичайно від 0,1 до 3мг/кг/день наприклад, від 0,15 до 2мг/кг/день

У вищезгаданих описаних межах дозування для сполук згідно з винаходом не спостерігалось ніяких токсикологічних ефектів

При такому лікуванні активний сполука може вводитися будь-яким прийнятним шляхом, наприклад пероральним, парентеральним або місцевим шляхами Для такого використання сполука буде звичайно використовуватися у формі фармацевтичної композиції в поєднанні з прийнятним для людини або ветеринарним фармацевтичним носієм, розріджувачем та/або наповнювачем хоча остаточна форма композиції буде звичайно залежати від способу введення

Композиції виготовляють шляхом змішування і відповідно пристосовують для перорального, парентерального або місцевого застосування Вони, таким чином, можуть мати форму таблеток, капсул, оральних рідких препаратів, порошків, гранул, таблеток, пастилок, розчинних порошків, розчинів або суспензій для ін'єкцій або інфузій, супозиторіїв і трансдермальних пристроїв Перевагу віддають композиціям для перорального застосування, зокрема формованим композиціям для перорального застосування, тому що вони є більш зручними для загального використання

Таблетки і капсули для перорального прийому звичайно представлені у вигляді одиничних дозованих форм та містять прийнятні добавки, такі як зв'язуючі засоби, наповнювачі, розріджувачі, засоби для таблетування, змащувачі, розщеплювачі, барвники, ароматизатори, і змочуючі засоби Таблетки можуть бути покриті відповідно до відомих у галузі методів

Прийнятні для використання наповнювачі включають целюлозу, манітол, лактозу й інші подібні засоби Прийнятні розщеплювачі включають крохмаль, полівінілпіролідон і похідні крохмалю, такі як крохмальний гліколат натрію Прийнятні мастила включають, наприклад, стеарат магнію Відповідні фармацевтично прийнятні засоби змочування включають лаурилсульфат натрію

Тверді пероральні композиції можна отримати звичайними методами змішування, заповнення, таблетування, т.ін Повторні операції змішування можуть використовуватися, щоб розподілити активний засіб всередині тих композицій, що містять великі кількості наповнювачів Такі процедури є

звичайним в галузі

Пероральні рідкі препарати можуть бути представленими у формі, наприклад, водних або масляних суспензій, розчинів, емульсій, сиропів або еліксирів, або можуть бути представлені як сухі препарати для розчинення у воді або іншому відповідному носії перед використанням. Такі рідкі препарати можуть містити звичайні добавки, такі як суспензуючі засоби, наприклад сорбітол, сироп метилцелюлозу, желатин, гідроксиметилцелюлозу, карбоксиметилцелюлозу, гель стеарату алюмінію або гідрогеновані істивні жири, емульгуючі засоби, наприклад лецитин, моноолеат сорбітану, або акацію, неводні носії (які можуть включати істивні масла), наприклад, мигдальне масло, фракціоноване кокосове масло, масляні ефіри, такі як ефіри гліцерину, пропіленгліколь, або етиловий спирт, консерванти, наприклад метил- або пропіл-гідроксибензоат або сорбінову кислоту, і якщо бажано, звичайні ароматизатори або барвники.

Для парентерального введення, готують рідкі одиничні дозовані форми, що містять сполуку згідно з представленим винаходом і стерильний носій. Сполука в залежності від носія і концентрації може бути або суспендованою або розчищеною. Парентеральні розчини звичайно готують шляхом розчинення активної сполуки у носії, стерильного фільтрування з подальшим заповненням прийнятних пляшечок або ампул та герметичного запечаткування. Переважно такі добавки, як місцеві безпечні засоби, консерванти і буферні засоби також розчиняють в носії. Для збільшення стабільності, сполуку можна заморозити після заповнення пляшечки і видалити воду під вакуумом.

Парентеральні суспензії готують в основному таким самим способом за винятком того, що активну сполуку суспензують у носії замість розчинення і стерилізують обробкою оксидом етилену перед суспендуванням у стерильному носії. Переважно, до композиції включають сурфактант або змочуючий засіб для полегшення однорідного розподілу активної сполуки.

Для місцевого застосування, композиція може мати форму трансдермальної мазі або бляшок для систематичного введення сполуки, які можна отримати звичайним способом, наприклад, як описано в стандартних підручниках, таких як "Dermatological Formulations" – B W Barry (Drugs and the Pharmaceutical Sciences - Dekker) або Harrys Cosmetics (Leonard Hill Books).

Крім того, такі композиції можуть містити інші активні компоненти такі як антигіпертензивні засоби та сечогінні засоби.

Як завжди, сполуки звичайно будуть супроводжуватися письмовими або надрукованими інструкціями для використання у певному лікуванні.

Термін "фармацевтичне прийнятний" який використовується тут охоплює сполуки, композиції і компоненти для медичного і ветеринарного використання наприклад термін "фармацевтичне прийнятна сіль" охоплює прийнятну для ветеринарії сіль.

Представлений винахід далі розкриває спосіб лікування та/або профілактики аритмії, зокрема серцевої аритмії, наприклад, вентрикулярної аритмії, а також ішемічних розладів ритму у людини

або інших ссавців що включає введення ефективної нетоксичної кількості сполуки (I) людині або іншому ссавцю що потребує лікування.

Для зручності, активний компонент може вводитися у складі однієї з фармацевтичних композицій, визначених вище, і це складає специфічний аспект представленого винаходу.

При лікуванні та/або профілактиці аритмії та/або ішемічних аритмічних розладів сполуку (I) можна приймати у дозах, таких, що описані вище.

Подібні режими дозування є прийнятними також для лікування та/або профілактики інших ссавців.

В подальшому аспекті представлений винахід розкриває використання сполуки (I) для виготовлення медикаменту для лікування аритмії, зокрема серцевої аритмії, такої як вентрикулярна аритмія, а також ішемічних розладів ритму.

Ніяких побічних токсикологічних ефектів не помічено, якщо сполука (I) призначається у вищезгаданих межах дозування.

Наступні приклади ілюструють винахід, але ніяким способом не обмежують його.

Приклад 1

Отримання N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду, гідрату гідрохлориду

Розчин етанол вода 9:1 (%) (7,5 літрів) додали до гідрохлориду N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду (2,44кг, 4,86моль). Потім суспензію, розмішуючи, нагріли до 60°C, до отримання прозорого розчину. Цей гарячий розчин профільтрували, потім охолодили до 30°C на водяній бані. Маленький зразок видалили і подряпали, щоб стимулювати кристалізацію. Кристали додали до основного розчину і залишили при розмішуванні кристалізуватися протягом ночі при навколишній температурі. Отриману суспензію охолодили на льодяній бані протягом 2 годин. Твердий продукт профільтрували промили розчином етанол вода 9:1 (%) (1,5лтри), потім етанолом (750мл) і висушили у вакуумному термостаті, оснащеному повтряним фільтром, при 30-33°C до постійної ваги, для отримання названої сполуки у вигляді жовтої твердої речовини.

Приклад 2

Отримання N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду, гідрату гідрохлориду

Термостат, що містив піддон з бавовняної вати, насиченої водою, спочатку нагріли до 40°C. Гідрохлорид N-(3-((2-(3,4-диметоксифеніл)етил)аміно)пропіл)-4-нітробензаміду (100г) помістили у нещільно закритий піддон в термостаті і залишили для підrataції при 40°C. Коли продукт досяг постійної ваги його випустили з термостата і залишили на відкритому повітрі для врівноваження з навколишньою температурою. Таким чином отримали 109,1г названої сполуки у вигляді жовтої твердої речовини.

Приклад 3

Отримання N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нітробензаміду, гідрату гідрохлориду

Гідрохлорид N-[3-[[2-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-

нтіробензаміду (100г) суспендували у промисловому метиловому спирті (ПМС) (300мл) і воді (34мл). Суміш нагріли до отримання розчину. Гарячий розчин охолоджували до навколишньої температури на водяній бані протягом 30 хвилин. Отриману суспензію розмішували при навколишній температурі протягом ночі, потім охолодили на льодяній бані протягом 1,5 год. Твердий продукт профільтрували і промили ПМС (100мл) і залишили на відкритому повітрі для врівноваження з навколишньою температурою. Таким чином отримали 104,2г названої сполуки у вигляді жовтої твердої речовини.

Приклад 4

Отримання N-[3-[12-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нтіробензаміду, гідрату гідрохлориду
Розчин N-[3-[12-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нтіробензаміду (211г) у тетрагидрофурані (ТГФ, 650мл) розмішували при навколишній температурі. Додали концентровану соляну кислоту (62мл). Температуру реакції підвищили до 50°C. Суміш охолодили на льодяній бані до 25°C, потім розмішували при навколишній температурі протягом ночі. Суспензію охолодили на льодяній бані протягом 2 год, відфільтрували кристалічний продукт, промили у ТГФ (250мл) і залишили на відкритому повітрі для врівноваження з навколишньою температурою. Таким чином отримали названу сполуку у вигляді жовтої твердої речовини.

Дані спектрального аналізу для N-[3-[12-(3,4-диметоксифеніл)етил]аміно]пропіл]-4-нтіробензаміду, гідрату гідрохлориду

(А) Твердофазний ^{13}C ядерний магнітний резонанс (ЯМР)

Хімічні зсуви спектру 90,55МГц ^{13}C ПП-МСК ЯМР зведено в таблицю I. Зразки були упаковані з мінімальним розмілом у 4мм цирконієвий ротор з магнічним спіновим кутом (МСК), оснащений кришкою Kel-F, використовуючи достатню кількість матеріалу (приблизно 50мг), щоб заповнити ротор тільки за винятком кришки. Ніяка подальша підготовка проби не була необхідною.

Спектри отримували при навколишній температурі на апараті AMX360 при частоті МСК 10кГц. Спектри були отримані шляхом перехресної поляризації (ПП) за допомогою протонів за Hartmann-Hahn в полі 50кГц. Час контакту ПП становив 1,6мс, та час повторення становив 15с. Протони

були декаплєвані в полі 80кГц протягом насичення, використовуючи двопульсну складну послідовність з модуляцією фази (150°C кут обертання, чергування фаз 7°C). Хімічні зсуви зовні відносили до сигналу контрольного зразка карбоксилату гліцину на 176,4мд відносно ТМС, їхню точність оцінили як $\pm 0,5$ мд.

Таблиця I ^{13}C - хімічні зсуви (мд)

28,8 32,0 38,1 49,9 52,3 56,0 56,8 109,9 111,2 123,6 128,8 129,8 131,7 139,3 147,0 149,5 166,2

(Б) Рентгенівська порошкова дифракція (РПД)

Результати характеристики кутів РПД сполуки (I), наведено в таблиці II. Для отримання спектру використовували порошковий рентгенівський дифрактометр PW1710 (джерело променів - Cu), застосовуючи наступні умови процесу

Матеріал аноду	Cu
Напруга генератора	40кВ
Ток генератора	30мА
Початковий кут	3,5 °2 θ
Кінцевий кут	35,0 °2 θ
Крок	0,005
Час кроку	0,25с

Таблиця II

Дифракційні кути РПД

Кут дифракції (°2 θ)

12,78

14,875

16,070

17,765

21,185

23,875

25,430

25,885

26,370

27,020

27,455

29,320

(С) Інфрачервоний спектр

Інфрачервоний спектр поглинання дисперсії сполуки (I) у мінеральному маслі отримали, використовуючи спектрометр Perkin-Elmer 2000FT-IR при розділенні 2см⁻¹. Дані були оцифровані з інтервалом 0,5см⁻¹. Спектр наведено на фігурі (I).

Фігура 1

