

Попович С.Д., Городівська Г.В., Кісіль І.С., Дранчук М.М. Протикорозійний захист нафтогазопромислового обладнання у ВАТ “УКРНАФТА”. :Методи та прилади контролю якості. – 2009, № 22. – С. 101-106. **5.** Мельник А.П., Діхтенко К.М. Визначення корозійних показників і ефективності інгібіторного захисту свердловин ГПУ “ХГВ”. – Харків: Звіт УкрНДІгаз. – 2010. – С. 98 – 170. **6.** Мельник А.П., Олійник М.В., Крамарев С.О., Дослідження деяких інгібіторів корозії. – Харків:Вестник НТУ „ХПИ”. – 2009. – № 2, Ч.1. – С. 66-70. **7.** Завальна І.В., Наливайко Ю.М., Гриценко М.О. Інгібіторний захист системи водопостачання. – Чернігів: ЧДТУ, 2008. – 230 с. **8.** Чигиринець О.Е., Воробйова В.І. Визначення протикорозійної ефективності рослинних екстрактів. – Київ: Наукові вісті НТУУ “КПІ”, 2010. – № 6. – С. 152 – 156. **9.** Мельник А.П., Марценюк Т.І., Малік С.Г. одержання моно – діацилгліцеринів і моноетаноламідів амідуванням соєвої олії. // Вестник НТУ „ХПИ”. – 2010. – № 44 – С. 92-96. **10.** ДСТУ 4534:2006. Олія соєва. Технічні умови. Київ: ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ, 2007. – С. 5-9. **11.** Мельник А.П., Сенишин Я.І., Чумак О.П., Папченко В.Ю., Діхтенко К.М. Оцінка захисного ефекту деяких інгібіторів корозії. – Харків: УкрНДІгаз, 2004. – С. 230 – 233. **12.** Практикум з хімії та технології повернево-активних похідних вуглеводневої сировини. / Мельник А.П., Чумак О.П., Березка Т.О. – Харків: Курсор, 2004. – 277 с.

Поступила в редакцію 07.05.2012

УДК 661.77; 667.28

С.О. ПЕТРОВ, викл.-стаж., НТУ «ХПІ», Харків,
В.Б. ДІСТАНОВ, канд. хім. наук, доц., НТУ «ХПІ», Харків,
А.Г. БЄСЛОБРОВ, канд. техн. наук, проф., НТУ «ХПІ», Харків

ТЕХНОЛОГІЯ ОТРИМАННЯ ЛЮМІНЕСЦЕНТНИХ БАРВНИКІВ НА ОСНОВІ МОНО- ТА БІСОКСАЗОЛОНІВ

У статті надані дані про синтез ряду нових люмінесцентних барвників для поліефірних матеріалів, похідних моно-і бісоксазол-5-ону. Розглянуто стадії процесу отримання проміжних і кінцевих продуктів. На основі експериментальних та теоретичних даних запропонована принципова схема отримання похідних моно-і бісоксазол-5-ону.

В статье предоставлены данные о синтезе ряда новых люминесцентных красителей для полиэфирных материалов, производных моно- и бисоксазол-5-она. Рассмотрены стадии процесса получения промежуточных и конечных продуктов. На основе экспериментальных и теоретических данных предложена принципиальная схема получения производных моно- и бисоксазол-5-она.

In the article the data has been represented about the synthesis of the range representing the new luminescent dyes for polyester materials, the derivatives of mono- and bisoxazol-5-on. The stages of the process to produce intermediate and end products. On the base of experimental and theoretical data the principal scheme to obtain the derivatives of mono- and bisoxazol-5-on has been proposed.

Асортимент флуоресцентних барвників для поліефірних матеріалів дуже обмежений. У зв'язку з цим пошук нових люмінофорів для забарвлення лавсану є дуже актуальним. Для цього застосування може бути використаний порівняно вузький круг барвників, що мають поруч з великою яскравістю і термостійкість, тому що забарвлення ведеться при порівняно високій температурі.

Метою наших досліджень був пошук серед похідних оксазол-5-ону нових сполук з високою інтенсивністю світіння в органічних розчинах при кімнатній температурі і з підвищеною світлостійкістю.

Для вирішення поставленої задачі нами були отримані 14 похідних моно- та бісоксазолонів[1].

Процес отримання кінцевих продуктів можна поділити на наступні стадії:

- 1) Синтез проміжних продуктів;
- 2) Синтез кінцевих продуктів.

В нашій роботі синтез проміжних продуктів проводився за реакцією Пфелля-Ерленмейера [2] (Рис. 1). Синтез кінцевих продуктів проходив за реакцією конденсації проміжних продуктів з о-діаминами (Рис. 2, Рис. 3).

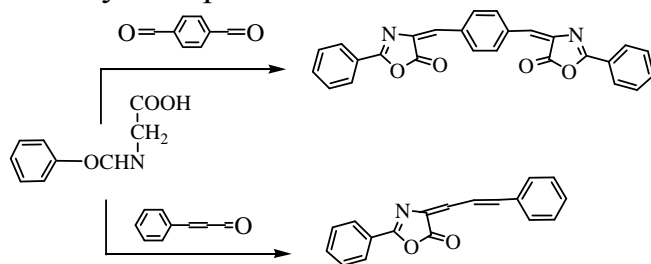


Рис. 1. Синтез проміжних продуктів 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-он та біс-2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-он були отримані за методикою, наведеною у патенті [3]

Недотримання умов реакції призводить до протікання реакції альтернативним шляхом та утворення побічних продуктів. Проте в літературних джерелах достовірні дані про реакцію конденсації α,β -ненасичених кетонів з о-діаминами [4].

На основі цих даних нами були розроблені методики одержання похідних моно- та бісоксазолонів з виходами від 61 до 90%, залежно від структури отриманого продукту. Схематично синтез похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-он можна представити наступним чином:

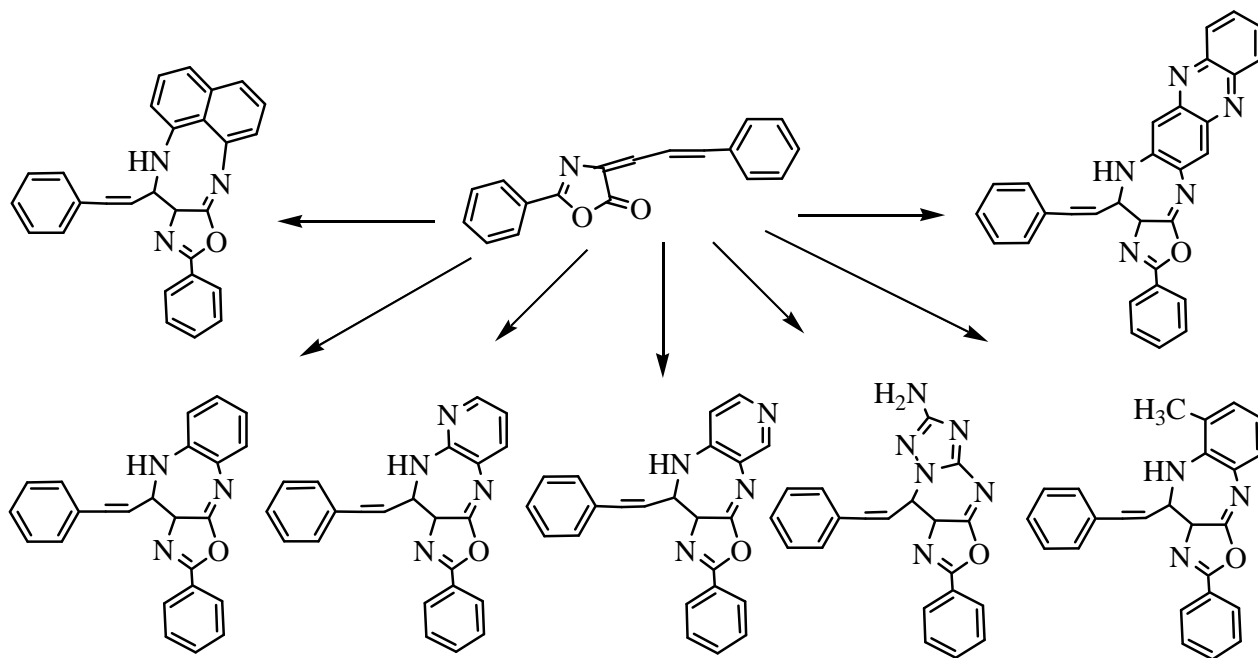


Рис. 2. Синтез похідних моноксазол-5-ону

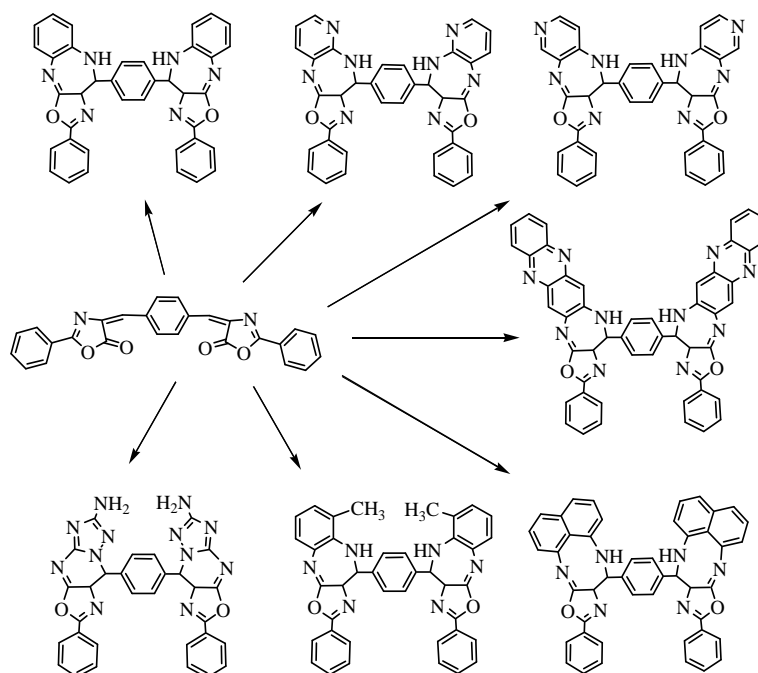


Рис. 3. Синтез похідних бісоксазол-5-ону

Виходячи з ймовірних застосувань отриманих сполук та відповідно обсягів виробництва необхідних для задовільнення попиту, нами було обрано періодичний метод виробництва. Розглянемо основні стадії нашого процесу.

Для синтезу проміжних продуктів характерні наступні стадії:

- 1) Конденсація гіпурової кислоти з відповідним альдегідом в оцтовому ангідриді в присутності натрію оцтовокислого;
- 2) Фільтрування та промивання спиртом осаду, що випав;
- 3) Перекристалізація продукту з оцтової кислоти, фільтрування;
- 4) Сушка.

Синтез кінцевих продуктів включає такі стадії:

- 1) Конденсація проміжних продуктів із відповідними о-діамінами в диметилформаміді;
- 2) Фільтрування та промивання спиртом осаду, що випав;
- 3) Перекристалізація отриманого продукту з діхлоретану, фільтрування;
- 4) Сушка.

На основі цих даних розроблена блок-схема виробництва (Рис.4):

На основі блок-схеми була спроектована принципова схема отримання люмінесцентних барвників, похідних оксазол-5-ону (Рис. 5).

До реактору (1-1) устаткованого сорочкою для підігріву парою та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-1) завантажують оцтовий

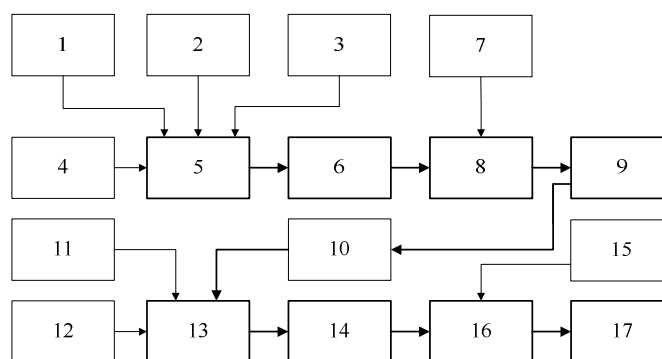


Рис. 4. Блок-схема отримання похідних моно- та бісоксазол-5-ону:

1 – завантаження гіпурової кислоти; 2 – завантаження

ангідрид (5-1) та натрій оцтовокислий. При включеній мішалці до суміші додають гіпурову кислоту та відповідний альдегід. Отриману суміш нагрівають до 95 °С та витримують 15-20 хв. Після цього реакційну масу охолоджують до температури навколишнього середовища.

Осад, що випав, відфільтровують на прес-фільтрі (2-1), промивають водою та сушать. Далі в реактор (1-2) обладнаний сорочкою для підігріву

парою та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-2) завантажують технічний продукт і оцтову кислоту (5-2).

Суміш нагрівають до повного розчинення осаду, фільтрують (2-2) для вилучення будь-яких домішок, охолоджують дотемператури навколишнього середовища (3-1). Осад, що випав, фільтрують на прес-фільтрі (2-3) і сушать при температурі 90-100 °С в поличній сушарці (4-1). Після сушки проміжний продукт завантажують у реактор (1-3), обладнаний сорочкою для підігріву парою та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-3), також завантажують відповідний о-діамін та диметилформамід (5-3). При постійному перемішуванні суміш нагрівають до кипіння та витримують на протязі 17 годин. Після цього сумішоохолоджують, додають воду, залишають на одну годину і фільтрують осад, що випав (2-4), сушать.

натрію оцтовокислого; 3 – завантаження оцтового ангідриду; 4 – завантаження відповідного альдегіду; 5 – реакція утворення проміжного продукту; 6 – фільтрування; 7 – завантаження оцтової кислоти на перекристалізацію; 8 – перекристалізація отриманого продукту; 9 – сушка проміжного продукту; 10 – завантаження проміжного продукту (2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону або бензен-1,4-біс-2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону); 11 – завантаження відповідного о-діаміну (серед яких: о-фенілендіамін, 2,3-діамінопіридин, 3,4-діамінопіридин, 3,5діаміно-1,2,4-тріазол, 2,3-діамінофеназин, 2,3-діаміно-толуол, 1,8-діамінонафталін); 12 – завантаження диметилформаміду; 13 – конденсації аналогів α,β -ненасичених кетонів з о-діаминами; 14 – фільтрація; 15 – завантаження дихлоретану на перекристалізацію; 16 – перекристалізація отриманого продукту; 17 – сушка кінцевого продукту.

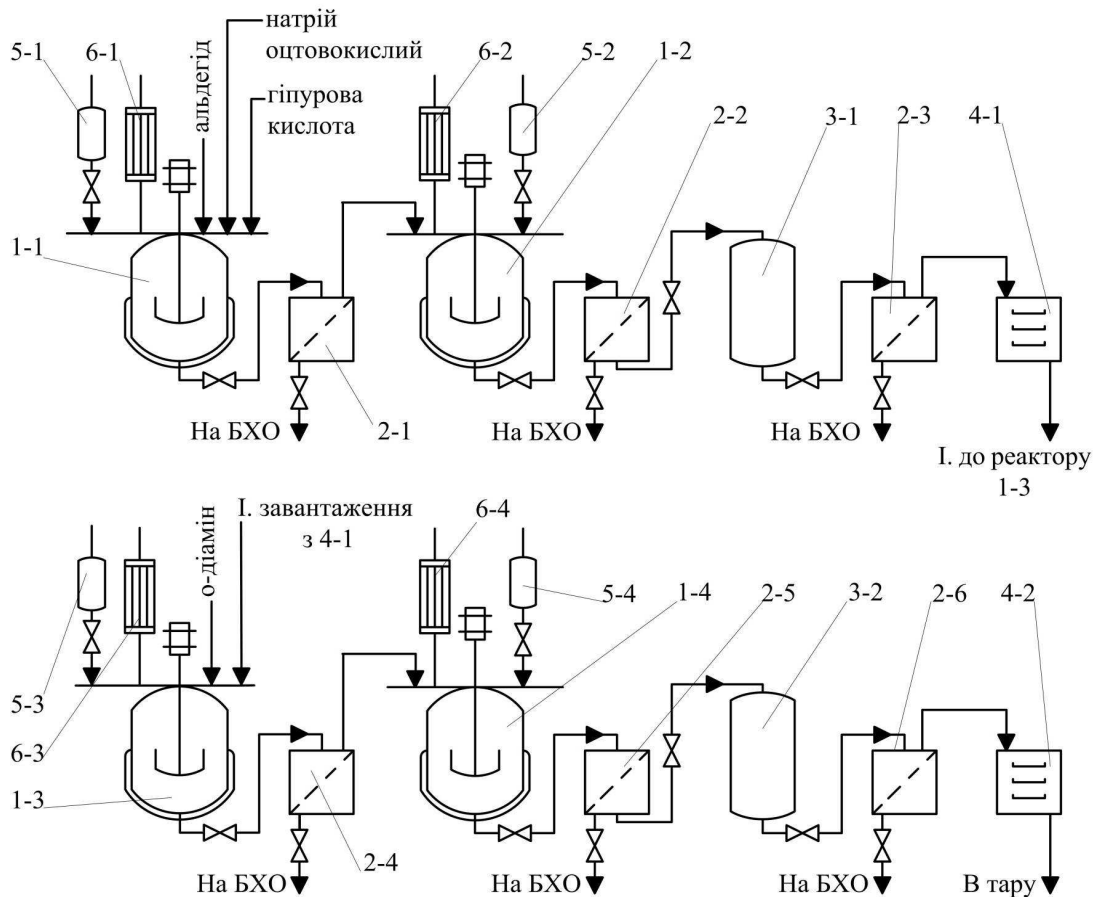


Рис. 5. Принципова схема отримання похідних моно- та бісоксазол-5-ону

Далі в реактор (1-4) обладнаний сорочкою для підігріву паром та охолодження водою, якірною мішалкою та конденсатором (6-4) завантажують продукт реакції, дихлоретан (5-4) та активоване вугілля. Суміш нагрівають, фільтрують (2-5) для вилучення будь-яких домішок, охолоджують (3-2). Осад, що випав фільтрують на прес-фільтрі (2-6) і сушать при температурі 60-70 °С в поличній сушарці (4-2).

В разі необхідності запропонована технологічна схема може бути оптимізована.

Висновки. Синтезовано 14 люмінесцентних барвників для поліефірних матеріалів, похідних моно- і бісоксазол-5-ону. Спроектована принципова схема отримання похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-онута біс-2-феніл-4-циннамоїліден-оксазол-5-ону

Список літератури: 1. Петров С.О. Синтез та дослідження люмінофорів, похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону / С.О. Петров, В.Б. Дістанов, А.Г. Белобров // Вісник Національного технічного університету «ХПІ» — Харків. — 2011. — №31. — С. 44-53. 2. Красовицький Б.М. Органические люминофоры / Б.М. Красовицький, Б.М. Болотин // М.: Химия. — Москва. — 1984. — 336 с. 3. Патент UA 67547 А, дата публікації 15.06.2004. 4. Десенко С.М. Азагетероцикли на основі ароматических непредельных кетонів / С.М. Десенко, В.Д. Орлов // Издательство Харьков: Фолио.— Харьков. — 1998. — 148 с.

Поступило до редколлегии 08.05.2012