

(35 %).  $T_{пл}$  79-80°C. Знайдено, %: С 31,32; Н 4,94; S 38,42.  $C_{13}H_{14}S_6O_8$ . Обчислено, %: С 31,16; Н 4,83; S 38,42.

*S-1-Хлор-2-гідроксипропіл-(1,1-диокситіацклопентан-3-іл)тіосульфонат (XII)*. До розчину 6,7 г (0,0263 моль) калієвої солі (1,1-диокситіацклопентан-3-іл)тіосульфоїкислоти в 35 мл 80 % етанолу додавали окремо розчинений в 5 мл 80 % етанолу 1,8 г (0,0131 моль) безводного хлориду цинку. При температурі 20°C додавали 1,9 мл (0,0233 моль) епіхлоргідрину. Реакційну масу витримували 12 год. при 20°C. Осад відфільтровували. Фільтрат розводили у трикратному об'ємі води, екстрагували три рази в 40мл етилового ефіру. Екстракт промивали два рази у 40 мл води, сушили безводним сульфатом магнію. Розчинник відганяли у вакуумі. Одержували маслянистий продукт. Вихід – 3,1 г (46 %). Знайдено, %: С 27,09; S 29,99; Cl 11,36.  $C_7H_{13}S_3O_4Cl$ . Обчислено, %: С 27,22; S 31,15; Cl 11,48.

1. Мельников Н.Н. Пестициды. М., 1987. 2. Органікум. Т.1. М., 1979.

УДК 547.655.6

Л.Р. Журахівська, І.І. Губицька, О.М. Федоришин, Л.Д. Болібрух, В.П. Новіков  
Національний університет "Львівська політехніка",  
кафедра технології біологічно-активних сполук, напівпродуктів та барвників

## СИНТЕЗ НОВИХ ІМІДАЗОЛЬНИХ ПОХІДНИХ 1,4-НАФТОХІНОНУ

© Журахівська Л.Р., Губицька І.І., Федоришин О.М., Болібрух Л.Д., Новіков В.П., 2000

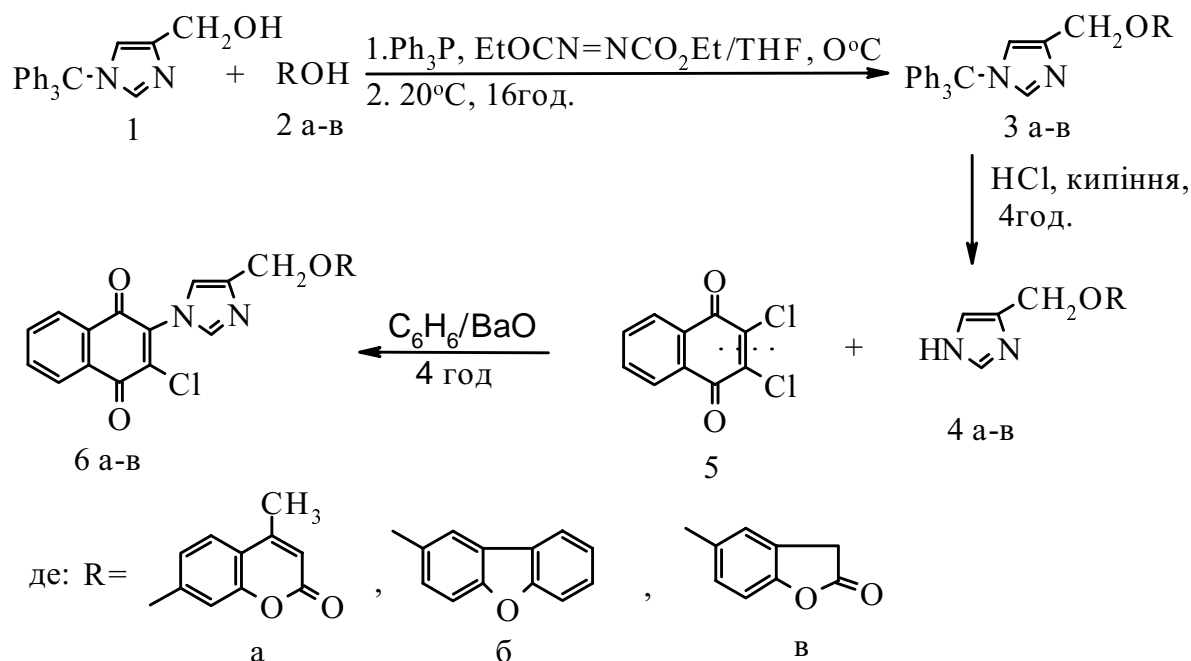
**Описано синтез нових імідазольних похідних 1,4-нафтохінону, які є цікавими у плані їх біологічної активності. Сполучення нафтохінонового та імідазольного фрагментів має теоретичний інтерес, як новий приклад нуклеофільного заміщення атома хлору на амінний залишок.**

**New imidazole derivatives of 1,4-naphthoquinone, interesting as potential biologically active compounds, described. Conjunction of naphthoquinone and imidazole fragments seems to be of theoretical interest, as a new example of nucleophilic chlorine substitution onto amine derivative.**

Серед імідазольних похідних виявлено ефективні терапевтичні антигістамінні препарати [1], і тому спрямований синтез аналогічних сполук у хіноїдному ряді є перспективним як в практичному плані, так і в плані розвитку хімії хінонів. Маючи на меті поєднання в одній молекулі імідазольного та хіноїдного фрагментів була розроблена схема, головною стадією якої є реакція нуклеофільного заміщення одного з атомів хлору в молекулі 2,3-дихлоро-1,4-нафтохінону (5) на імідазольний залишок (4, а–в)

Імідазольні похідні (3, а–в) були синтезовані в умовах реакції Міцунобі [1, 2] – суміш імідазолу із захисною трифенілметильною групою (1), відповідний спирт (2, а–в) трифенілфосфін в тетрагідрофурані при 0°C обробляли діетиловим естером азидодикарбоксилату. Захисне трифенілметильне угруповання знімається кип'ятінням упродовж чотирьох годин у хлоридній кислоті з утворенням необхідних похідних імідазолу (4, а–в) для реакції з 2,3-дихлоро-1,4-нафтохіноном (5). Взаємодія сполуки (5) з (4, а–в) при кипінні

у бензолі протягом чотирьох годин у присутності оксиду барію призводить до нуклеофільної атаки атома азоту імідазольного кільця на вуглець, зв'язаний з атомом хлору, при цьому відбувається елімінування хлороводню та утворення бажаних імідазольних похідних 1,4-нафтохінону (6, а-в).



Будова усіх сполук підтверджена сучасними фізико-хімічними методами аналізу. Так, наприклад, у спектрі ПМР (ДМСО- $d_6$ , 400 МГц,  $\delta$ ) 2-{4-[3-(4-метил-7-кумарилокси) метил]-1H-імідазоліл}-3-хлор-1,4-нафтохінону (6, а) спостерігаються зсуви протонів, які характерні запропонованій будові: 8,40 с (1H, імід.), 8,36–7,70 м (7H, аром.), 6,99 с (1H, кумаринового кільця), 6,96 с (1H, імід.), 2,06 т (2H,  $\text{CH}_2$ ), 2,48 т (3H,  $\text{CH}_3$ ). Зроблені віднесення відповідають інтегральним інтенсивностям.

**Експериментальна частина.** Спектри ПМР в ДМСО- $d_6$ , внутрішній стандарт ТМС записані на спектрометрі “Varian VXR 400”, інфрачервоні спектри у таблетках з КВг – на “Perkin-Elmer 1605 FT IR”. Чистоту продуктів контролювали методом ТШХ.

*2-Хлоро-3-(4-[R]-2-окси-метил-1H-імідазол-1-іл)-нафтохінон (6, а-в).*

Загальна методика.

До суміші 0,681 г (0,003 моля) 2,3-дихлоро-1,4-нафтохінону (5), 0,536 г (0,0035 моля) прокаленого ВаО у 100 мл абсолютного бензолу при інтенсивному перемішуванні протягом 0,5 год при 20°C додали розчин 0,003 моля відповідного імідазольного похідного у 100 мл абсолютного бензолу. Кип'ятили зі зворотним холодильником упродовж 2 год. Розчинник відганяли у вакуумі до об'єму 20–25 мл. Охолоджували. Кристали червоного кольору, що випали, відфільтрували. Кристалізували з толуолу. Сушили у вакуумі.

*2-Хлоро-3-(4-[(4-метил-2-оксо-2H-хромен-7-іл)окси]метил-1H-імідазол-1-іл)-нафтохінон (6, а).*

Кристали яскраво-червоного кольору, вихід продукту – 74%,  $T_{\text{пл}} = 244\text{--}245^\circ\text{C}$ . ІЧ-спектр,  $\text{cm}^{-1}$ : 1725,1648 (C=O), 1615 (C=N), 1267 (C-O-C). Знайдено, %: С, 64,23; Н, 3,57; N, 6,43; Cl, 8,30.  $\text{C}_{24}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_5$ . Обчислено, %: С, 64,51; Н, 3,38; N, 6,27; Cl, 7,93.

*2-Хлоро-3-(4-[(добензо[*b,d*]фуран-2-ілокси)метил]-1*H*-імідазол-1-іл)-нафтохінон (6,б).*

Кристали червоного кольору, вихід продукту – 70%,  $T_{пл} = 262\text{--}264^{\circ}\text{C}$ . ІЧ-спектр,  $\text{cm}^{-1}$ : 1640 (C=O), 1620 (C=N), 1259 (C-O-C). Знайдено, %: С, 68,21; Н, 3,17; N, 6,51; Cl, 8,11.  $\text{C}_{26}\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_4$ . Обчислено, %: С, 68,65; Н, 3,32; N, 6,15; Cl, 7,79.

*2-Хлоро-3-(4-[(2-оксо-2,3-дигідро-1-бензофуран-5-іл)окси]метил)-1*H*-імідазол-1-іл)-нафтохінон (6, в).*

Кристали червоного кольору, вихід продукту – 62%,  $T_{пл} = 232\text{--}235^{\circ}\text{C}$ . ІЧ-спектр,  $\text{cm}^{-1}$ : 1725, 1645 (C=O), 1618 (C=N), 1262 (C-O-C). Знайдено, %: С, 62,33; Н, 3,01; N, 6,22; Cl, 8,57.  $\text{C}_{22}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}_5$ . Обчислено, %: С, 62,79; Н, 3,11; N, 6,65; Cl, 8,42.

*1. Машковський М.Д. Лекарственные средства. Харьков, 1997. Т.1, 2. 543с., 592 с. 2. Gannelin C.R., Kiumars Hosseni S., Khalaf Y.S., Tertuik W., Arrang J-M., Garbarg M., Ligneau X., Schwartz J.-C. The synthesis of imidazole derivatives as histamine  $H_3$  receptor antagonists. G. Med. Chem. 1995, Vol. 38. P. 3342–3350.*

УДК 541.128.13

**В.М. Жизневський, В.В. Гуменецький\*, Л.В. Бажан\*, С.В. Майкова\***

Національний університет “Львівська політехніка”,  
кафедра технології органічних продуктів,

\*кафедра хімічної технології переробки нафти та газу

## **СУМІСНЕ ОКИСЛЮВАЛЬНЕ ДЕГІДРУВАННЯ БУТЕНУ-1 ТА ОКИСЛЮВАЛЬНИЙ АМОНОЛІЗ ІЗОБУТЕНУ В ПРИСУТНОСТІ Fe-Te-Mo-O КАТАЛІЗАТОРІВ, ПРОМОТОВАНИХ $\text{BaSO}_4$**

© Жизневський В.М., Гуменецький В.В., Бажан Л.В., Майкова С.В., 2000

**Досліджено вплив промотуючих домішок  $\text{BaSO}_4$  на каталітичні властивості Fe-Te-Mo-O каталізатора в реакціях сумісного окислювального дегідровання і окислювального амонілізу відповідно бутену-1 та ізобутилену.**

**The influencing, promoted admixture  $\text{BaSO}_4$ , on the Fe-Te-Mo-O, in reactings collateral oxidative dehydrogenation and oxidative ammonolysis, accordingly, butene - 1 and isobutylene, is studied.**

У роботах [1, 2] показано, що невеликі домішки лужно-земельних катіонів значно покращують каталітичні властивості Fe-Te<sub>0,85</sub>-Mo-O<sub>x</sub> каталізатора в реакціях окислювального дегідровання бутену-1 у дивініл [1] та окислювального амонілізу ізобутену в метакрилонітрил (МАН) [2]. Встановлено, що лужно-земельні промотори значно підвищують селективність за цільовими продуктами в результаті блокування сильних кислотних центрів поверхні каталізатора, на яких відбуваються процеси глибокого окислення, та підвищують активність контакту, створюючи додаткові центри активації кисню. Очевидно, що при сумісному здійсненні вказаних процесів можуть спостерігатися різні відмінності в їх перебігу.