

(19)



(10) **LT 3911 B**

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patent numeris: **3911**

(51) Int. Cl.⁵: **C07C 311/16**

(21) Paraiškos numeris: **IP1741**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 12 30**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 07 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 04 25**

(60) SU duomenys: **SU 4648656, 1989 02 08**

(72) Išradėjas:

**Saulius Butėnas, LT
Andrej Nedospasov, RU
Algirdas Palaima, LT
Zita Staniulytė, LT**

(73) Patent savininkas:

Biochemijos institutas, Mokslininkų g. 12, 2600 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

5-Aminonaftalen-1-sulfamidų darinių gavimo būdas

(57) Referatas:

Išradimas skirtas fermentinių substratų detektuojančių grupių, kuriomis yra 5-aminonaftalen-1-sulfamidai, gavimo būdui.

Išradimo tikslas - supaprastinimas ir jo selektyvumo padidinimas, galutinių produktų išeigų ir asortimento padidinimas.

Tikslas pasiekiamas aminonaftalensulfonrūgšties piridinio druskų betarpišku gavimu acilinimo proceso metu, t.y., acilinant ftalio anhidridu verdančiame piridine, iškritusio produkto filtravimu, sulfonilchloridų gavimu naudojant chlordezoksigeninį reagentą fosforo pentachloridą organiniame tirpiklyje, gauto sulfochlorido reagavimu su aminu arba jo vandens tirpalu acetone dalyvaujant bazei, surišančiai reakcijos eigoje susidarantį vandenilio chloridą, tolesniu tirpiklio nugarinimu, gauto reakcijos mišinio apdorojimo vandeniu, galutinio produkto išskyrimu, apsauginės grupės nuėmimu hidrazinhidratu verdančiame organiniame tirpiklyje.

Išradime siūlomas būdas pranašesnis už žinomą tuo, kad sumažinamas stadijų skaičius, atpiginamas galutinių produktų gavimas, atsisakant brangaus reagento trifluoracto rūgšties anhidrido, išplečiamas reagentų, skirtų proteazių analizei, asortimentas.

Išradimas skirtas aminonaftalensulfo rūgščių darinių gavimui, būtent, 5-aminonaftalen-1-sulfamidų, kurie yra naudojami kaip detektuojančios grupės proteazių fermentinio aktyvumo nustatymui ir jų sudėtingų mišinių analizei, gavimo būdo patobulinimui.

SU patente Nr. 1648055 pažymėta, kad 5-aminonaftalen-1-sulfamidai naudojami sintetinant įvairius, dažniausiai peptidinius, aminonaftalensulfamidinius darinius, skirtus proteazių analizei. Sutinkamai su šiuo patentu, proteazių analizė paremta tuo, kad išeiginiai peptidilamidonaftalensulfamidai daugiakomponentinių proteazių mišinių poveikyje selektyviai atskelia 5-aminonaftalen-1-sulfamidines grupes, kurios lengvai detektuojamos chromatografiniais metodais. Toks analizės metodas, skirtingai nuo yprastinių, įgalina kokybiškai įvertinti sudėtingas proteazių daugiakomponentines sistemas, charakterizuoti kiekvieną proteazę atskirai, neišskiriant jos iš mišinio.

Todėl patogaus ir paprasto detektuojančių grupių - 5-aminonaftalen-1-sulfamidų gavimo būdo sukūrimas, išplėstų gaunamų 5-aminonaftalen-1-sulfamidų spektrą, o aprašytas fermentinės analizės metodas būtų labiau prieinamas.

SU patente Nr. 1419107 aprašyta - 5-(N-karbobenzoksi)-aminonaftalen-1-sulfonato natrio druska esanti tarpiniu produktu 5-aminonaftalen-1-sulfamidų gavimui. Šiame išradime aprašomas gavimo būdas susideda iš acilintos 5-(N-karbobenzoksi)-aminonaftalen-1-sulfo rūgšties gavimo, šios rūgšties natrio druskos išskyrimo, atitinkamo sulfochlorido gavimo, kuriam reaguojant su piridinu susidaro 5-(N-karbobenzoksi)aminonaftalen-1-(N^I,N^{II}-pentametilen)-sulfamidas, gauto sulfamido deacilinimo reakcijos, dalyvaujant hidrobromidui, atitinkamo aminonaftalensulfamido hidrobromido išskyrimo ir, veikiant šarminių reagentų pertekliumi, galutinio produkto: 5-aminonaftalen-1-(N^I,N^{II}-pentametilen)sulfamido gavimo.

Šis būdas yra nepatogus naudoti gamyboje dėl sunkiai prieinamų, nestabilių ir pramonėje negaminamų reagentų (karbobenzoksichlorido, hidrobromido) naudojimo.

Produkto gavimo eiga sudėtinga, apima daug stadijų. Šalinant acilinę N-karbobenzoksi grupę hidrobromido poveikyje galimos pašalinės reakcijos, dėl to

piridine, gaunami atitinkami 5-ftalimidonaftalen-1-sulfamidai ir galutiniai produktai gaunami, nuskeliant ftalimidinę grupę hidrazinhidratu metanolyje.

Išradime siūlomas būdas pranašesnis už žinomą tuo, kad sumažinamas stadijų skaičius, atpiginamas galutinių produktų gavimas, atsisakant brangaus reagento trifluoracto rūgšties anhidrido, o taip pat išplečiamas reagentų, skirtų proteazių analizei, asortimentas. Patogaus ir paprasto detektuojančių grupių 5-aminonaftalen-1-sulfamidų gavimo būdo sukūrimas sudaro sąlygas prieinamai naudotis, SU patente Nr 1648055 aprašytu, proteazių fermentinio aktyvumo nustatymo metodu.

Išradimo aprašymas iliustruojamas pavyzdžiais

1 Pavyzdys. 5-Ftalimidonaftalen-1-sulforūgšties piridinio druska.

223 g(1 molis) techninės 5-aminonaftalen-1-sulforūgšties ir 148 g(1 molis) ftalio anhidrido virinama 1 l piridino. Po valandos pradeda kristi nuosėdos. Virinama dar 3 valandas, paliekama kambario temperatūroje 20 valandų. Iškritusios nuosėdos filtruojamos, perplaunamos piridinu, po to vandeniu, džiovinamos 110 °C temperatūroje ir kristalinama iš vandens. Gaunama 335 g analitiškai ir chromatografiškai gryno produkto (išeiga 82 %), lyd.t. 280-282°C, $R_f = 0,50$ (alufolas, butanolis-acto rūgštis-vanduo 4:1).

Rasta, %: C 63,96 H 3,74 N 6,68 S 6,96.

Apskaičiuota, %: 63,88 3,73 6,48 7,41. $C_{23}H_{16}N_2SO_5$.

2 Pavyzdys. 5-Ftalimidonaftalen-1-sulforūgšties piridinio druska.

Pagal 1 pavyzdį iš 323 g trietilamonio 5-aminonaftalen-1-sulfonato gaunama 280 g galutinio produkto (išeiga 65 %).

3 Pavyzdys. 5-Ftalimidonaftalen-1-sulfonilchloridas.

Į 86,5 g (0,2 molio) 5-ftalimidonaftalen-1-sulfonilchlorido ir 120 g fosforo pentachlorido supilama 800 ml anglies tetrachlorido ir virinama 5 valandas. Pirmiausiai esant sumažintam slėgiui, nugarinamas tirpiklis, po to reakcijos eigoje susidaręs fosforo oksichloridas. Kolboje esantis turinys sumaišomas su 5 litrais ledinio vandens ir po valandos nufiltruojamas produktas. Jis perplaunamas vandeniu, džiovinamas ore 20 valandų, po to iki pastovaus svorio - vakuuminiame eksikatoriuje. Gaunama 71 g (išeiga 95 %) analitiškai ir chromatografiškai gryno produkto (esant reikalui kristalinama iš tolueno), lyd.t. 227-231°C, $R_f = 0,42$ (alufolas, benzenas).

Rasta, %: C 57,98 H 2,69 N 3,80 S 8,18 Cl 9,05.

Apskaičiuota, %: 58,15 2,71 3,77 8,62 9,53. $C_{18}H_{10}ClNO_4S$.

4 Pavyzdys. 5-Ftalimidonaftalen-1-sulfonilchloridas.

Gaunamas pagal 3 pavyzdį, vietoje anglies tetrachlorido naudojama 800 ml chloroformo (išeiga 96 %).

5 Pavyzdys. 5-Ftalimidonaftalen-1-pentametilensulfamidas.

11 ml (0,11 molio) piperidino ir 14 ml trietilamino ištirpinama 500 ml acetone, per 10 minučių sudedama 37,1 g (0,1 molio) 5-ftalimidonaftalen-1-sulfonilchlorido ir maišoma 4 valandas 20°C temperatūroje. Acetonas nugarinamas sumažintame slėgyje, nuosėdos užpilamos 1 l vandens, po 20 valandų produktas filtruojamas vandeniu, džiovinamas, kristalinamas iš metanolio, gaunama 38,5 g (išeiga 92 %) chromatografiškai ir analitiškai gryno produkto, lyd.t. 298-300°C, $R_f = 0,71$ (alufolas, dietilo eteris-benzenas 1:1).

Rasta, %: C 65,51 H 4,86 N 6,40 S 7,09.

Apskaičiuota, %: 65,70 4,79 6,66 7,62. $C_{23}H_{20}N_2SO_4$.

BMR - spektras δ , m.d. (DMSO): 1,45 (CH_2), 3,13 (CH_2).

6 Pavyzdys. 5-Ftalimidonaftalen-1-metilsulfamidas.

15 ml (0,11 molio) 25 % metilamino tirpalo vandenyje ir 14 ml (0,1 molio) trietilamino ištirpinama 500 ml acetono, per 10 minučių sudedama 37,1 g (0,1 molio) 5-ftalimidonaftalen-1-sulfonilchlorido, maišoma 4 valandas $20^\circ C$ temperatūroje. Toliau apdorojama pagal 5 pavyzdyje aprašytą metodiką. Gaunama 3,4 g (išeiga 93 %) chromatografiškai ir analitiškai gryno produkto, kurio lyd.t. $194-196^\circ C$, $R_f = 0,58$ (silufolas, dietilo eteris, benzenas 1:1).

Rasta, %: C 62,28 H 3,98 N 6,80 S 8,25.

Apskaičiuota, %: 62,29 3,85 7,64 8,75. $C_{19}H_{14}N_2SO_4$.

BMR - spektras (δ , m.d., DMSO): 2,46 (CH_3).

Likusių junginių, gautų pagal metodikas, aprašytas 5 ir 6 pavyzdžiuose, charakteristikos pateiktos 1 ir 2 lentelėse.

7 Pavyzdys. 5-Aminonaftalen-1-pentametilsulfamidas.

I 4,20 g (0,01 molio) 5-ftalimidonaftalen-1-pentametilsulfamido pripilama 50 ml metanolio, sulašinama 0,5 ml (0,01 molio) hidrazinhidrato ir virinama 4,5 valandos. Metanolis nugarinamas, liekana ekstrahuojama verdančiu chloroformu du kartus po 20 ml, ekstraktas nugarinamas, liekana kristalinama iš metanolio. Gaunama 2,85 g (išeiga 98 %) chromatografiškai ir analitiškai gryno produkto, kurio lyd.t. $155-159^\circ C$, $R_f = 0,63$ (alufolas, chloroformas, etilacetatas 1:1).

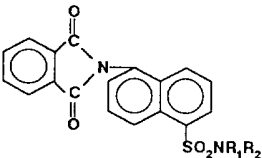
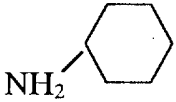
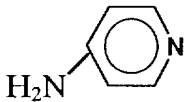
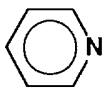
$\lambda_{maks} = 257 \text{ nm}$ ($\epsilon_{maks} = 23600 \text{ l/cm mol}$)

$\lambda_{maks} = 343 \text{ nm}$ ($\epsilon_{maks} = 4320 \text{ l/cm mol}$)

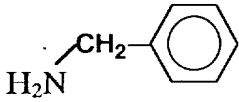
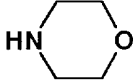
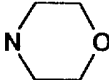
$\lambda_{maks} = 360 \text{ nm}$ ($\epsilon_{maks} = 4000 \text{ l/cm mol}$)

Likusių aminonaftalensulfamidų gavimo pavyzdžiai pateikti 3 lentelėje, o jų charakteristikos - 4 lentelėje.

1 lentelė.

Eil. Nr.	Išeginis aminas	Amino kiekis, g	Sulfo- chlori- do kiekis, g	Sulfamidas II 	Išega, g %
1	2	3	4	5	6
1.	H ₂ NC ₂ H ₅	24*	37	H C ₂ H ₅	37 96
2.	H ₂ NC ₄ H ₉	11	37	H C ₄ H ₉	33 81
3.	H ₂ NCH ₂ CH(CH ₃) ₂	11	37	H CH ₂ CH(CH ₃) ₂	38 93
4.	H ₂ NC(CH ₃) ₃	11	37	H C(CH ₃) ₃	35 85
5.	H ₂ NC ₅ H ₁₁	13	37	H C ₅ H ₁₁	39 92
6.	H ₂ NC ₈ H ₁₇	16	37	H C ₈ H ₁₇	46 98
7.		13	37	H 	41 94
8.		10**	37	H 	31 73

1 lentelės tesinys

1	2	3	4	5	6	
9.		12	37	H	42	94
10.		9	37		40	95
11.	$\text{HN}(\text{CH}_3)_2$	17***	37	CH_3 CH_3	35	92
12.	$\text{HN}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	11	37	C_2H_5 C_2H_5	38	92
13.	$\text{HN}(\text{C}_3\text{H}_7)_2$	15	37	C_3H_7 C_3H_7	42	96
14.	$\text{HN}(\text{C}_4\text{H}_9)_2$	19	37	C_4H_9 C_4H_9	45	96
15.	$\text{HN}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]_2$	19	37	$[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]_2$	46	99

* 5M vandens tirpalas

** gramais

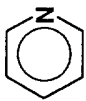
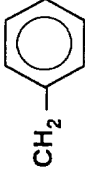
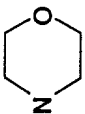
*** 33 % vandens tirpalas

2 lentelė

5-Ftalimidonaftalen-1-sulfamidų charakteristikos

Eil. Nr.	R ₁	R ₂	Lyd. t, °C	Išciga	Empirinė formulė	Elementinės analizės duomenys %				BMR spektras DMSOδ m.d.	
						Rasta C	H	N	S	R ₁	R ₂
1	2		3	4	5	6				7	8
1.	H	C ₂ H ₅	251-254	97*	C ₂₀ H ₁₆ N ₂ SO ₄	63,24 63,15	4,21 4,24	7,40 7,36	8,38 8,43	0,96(CH ₃)	2,86(CH ₂)
2.	H	C ₄ H ₉	231-234	81	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,96 64,69	5,00 4,94	6,80 6,85	7,83 7,85	0,71(CH ₃)	1,27(CH ₂) 2,85(CH ₂)
3.	H	i-C ₄ H ₉	287-280	93	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,96 64,69	4,96 4,94	6,85 6,86	7,69 7,85	0,76(CH ₃)	1,58(CH) 2,61(CH ₂)
4.	H	t-C ₄ H ₉	265-267	85	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	64,85 64,69	4,88 4,94	6,80 6,86	7,82 7,85	1,10(CH ₃)	
5.	H	C ₅ H ₁₁	155-157	92	C ₂₃ H ₂₂ N ₂ SO ₄	65,54 65,39	5,26 5,25	6,67 6,63	7,39 7,59	0,75(CH ₃)	1,15(CH ₂) 2,83(CH ₂)
6.	H	C ₈ H ₁₇	155-158	98	C ₂₆ H ₂₈ N ₂ SO ₄	67,42 67,22	6,14 6,07	6,11 6,03	6,89 6,90	0,78(CH ₃)	1,10(CH ₂) 2,79(CH ₂)

2 lentelė tęsinys

1	2	3	4	5	6		7	8
8.	H 	216-218	73	C ₂₃ H ₁₅ N ₃ SO ₄	$\frac{64,27}{64,33}$ $\frac{3,46}{3,52}$	$\frac{9,89}{9,78}$ $\frac{7,60}{7,47}$	6,93(C ₅ H ₄)	8,24(C ₅ H ₄)
9.	H 	239-240	94	C ₂₅ H ₁₈ N ₂ SO ₄	$\frac{67,82}{67,86}$ $\frac{4,19}{4,10}$	$\frac{6,14}{6,33}$ $\frac{6,99}{7,25}$	4,08(CH ₂)	7,16(C ₆ H ₅)
10.		211-215	95	C ₂₂ H ₁₈ N ₂ SO ₅	$\frac{62,78}{62,55}$ $\frac{4,38}{4,29}$	$\frac{6,87}{6,63}$ $\frac{7,11}{7,59}$	4,08(CH ₂)	3,62(CH ₂)
11.	CH ₃ CH ₃	214-217	92*	C ₂₀ H ₁₆ N ₂ SO ₄	$\frac{62,96}{63,15}$ $\frac{4,23}{4,24}$	$\frac{7,59}{7,36}$ $\frac{8,25}{8,43}$	2,77(CH ₃)	

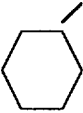
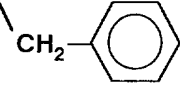
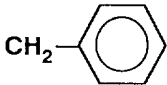
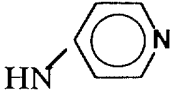
2 lentelės tęsinys

1	2	3	4	5	6		7	8			
12.	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	202-204	93	C ₂₂ H ₂₀ N ₂ SO ₄	<u>64,54</u> 64,69	<u>4,96</u> 4,94	<u>6,72</u> 6,86	<u>7,29</u> 7,85	1,01(CH ₃)	3,36(CH ₂)
13.	C ₃ H ₇	C ₃ H ₇	171-173	96	C ₂₄ H ₂₄ N ₂ SO ₄	66,49	5,61	6,54	7,07	0,73(CH ₂)	1,47(CH ₂) 3,21(CH ₂)
14.	C ₄ H ₉	C ₄ H ₉	168-171	96	C ₂₆ H ₂₈ N ₂ SO ₄	67,43	6,08	6,28	6,88	0,67(CH ₃)	1,18(CH ₂) 3,22(CH ₂)
15.	i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	184-186	99	C ₂₆ H ₂₈ N ₂ SO ₄	<u>67,46</u> 67,22	<u>6,04</u> 6,07	<u>6,25</u> 6,03	<u>6,84</u> 6,90	0,69(CH ₃)	1,84(CH) 3,07(CH ₂)

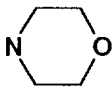
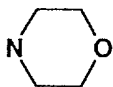
- gauta pagal 6 pavyzdžio metodiką, likusios medžiagos pagal 5 pavyzdžio metodiką

3lentelė

5-Aminonaftalen-1-sulfamidų gavimas

Eil Nr.	Išgaminis 5-ftalimidonaf- talen-1-sulfamidas II -NR ₁ R ₂	5-ftalimidonaf- talen-1-sulfa- mido kiekis, g	Hidrazinhid- rato kiekis, ml	5-Aminonaftalen- 1-sulfamidas R ₁ R ₂	Išgiga g %
1	2	3	4	5	6
1.	NHCH ₃	3,7	0,5	H CH ₃	2,0 84
2.	NHC ₂ H ₅	3,8	0,5	H C ₂ H ₅	1,9 77
3.	NHC ₃ H ₇	3,9	0,5	H C ₃ H ₇	2,4 93
4.	NHCH(CH ₃) ₂	3,9	0,5	H CH(CH ₃) ₂	2,4 91
5.	NHC ₄ H ₉	4,1	0,5	H C ₄ H ₉	2,0 73
6.	NHCH ₂ CH(CH ₃) ₂	4,1	0,5	H CH ₂ CH(CH ₃) ₂	2,4 85
7.	NHC(CH ₃) ₃	4,1	0,5	H C(CH ₃) ₃	2,6 92
8.	NHC ₅ H ₁₁	4,2	0,5	H C ₅ H ₁₁	2,2 75
9.	NHC ₈ H ₁₇	4,6	0,5	H C ₈ H ₁₇	2,3 69
10.	 NH	4,3		H 	2,8 93
11.	NHCH ₂ CH ₂ OH	4,0	0,5	H CH ₂ CH ₂ OH	2,1 77
12.	NHC ₂ H ₄ OCH ₃	4,1	0,5	H C ₂ H ₄ OCH ₃	2,5 91
13.	NHC ₂ H ₄ OC ₂ H ₅	4,3	0,5	H C ₂ H ₄ OC ₂ H ₅	2,7 93
14.	NH 	4,4	0,5	H 	2,5 80
15.		4,3	0,5	H 	2,0** 60

3 lentelės tęsinys

1	2	3	4	5	6
16.	$N(CH_3)_2$	3,8	0,5	$CH_3 \quad CH_3$	2,3 90
17.	$N(C_2H_5)_2$	4,1	0,5	$C_2H_5 \quad C_2H_5$	2,7 95
18.	$N(C_3H_7)_2$	4,4	0,5	$C_3H_7 \quad C_3H_7$	2,5 80
19.	$N(C_4H_9)_2$	4,6	0,5	$C_4H_9 \quad C_4H_9$	2,8* 75
20.	$N(CH_2CH_2OH)_2$	4,4	0,5	$(CH_2CH_2OH)_2$	2,8* 79
21.		4,2	0,5		2,8 97
22.	$N(CH_2)_6$	4,4	0,5	$N(CH_2)_6$	2,1 70

* išskirti hidrochloridai

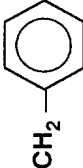
** išskirti solvatai su metanolio

4 lentelė

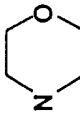
5-Aminonaftalen-1-sulfamidų charakteristikos

Eil. Nr.	R ₁	R ₂	Lyd.t. °C	Išiga, %	R*	Empirinė formulė	Elementinės analizės duomenys, % Rasta / Apskaičiuota	BMR spektras, R ₁ , R ₂ (δ, m.d., DMSO)
1	2		3	4	5	6	7	8
1.	H	CH ₃	204-208	84	0,28	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ SO ₂	55,86 5,18 11,60 13,42 55,91 5,12 11,85 13,57	2,38(CH ₃)
2.	H	C ₂ H ₅	130-133	77	0,45	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ SO ₂	57,70 5,63 11,30 12,88 57,58 5,64 11,19 12,81	0,83(CH ₃), 2,72(CH ₂)
3.	H	C ₃ H ₇	115-118	93	0,49	C ₁₃ H ₁₆ N ₂ SO ₂	59,57 6,26 10,73 12,03 59,07 6,10 10,60 12,13	0,64(CH ₃), 1,27(CH ₂), 2,71(CH ₂)
4.	H	i-C ₃ H ₇	178-182	91	0,47	C ₁₃ H ₁₆ N ₂ SO ₂	59,12 6,28 10,63 11,94 59,07 6,10 10,60 12,13	0,83(CH ₃), 3,22(CH)
5.	H	C ₄ H ₉	115-117	73	0,51	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₄	60,11 6,25 10,14 10,82 60,41 6,52 10,06 11,52	0,64(CH ₃), 1,20(CH ₂), 2,74(CH ₂)
6.	H	i-C ₄ H ₉	138-139	85	0,52	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	60,64 6,41 10,25 10,90 60,41 6,52 10,06 11,52	0,67(CH ₃), 1,48(CH), 2,46(CH ₂)
7.	H	t-C ₄ H ₉	213-214	92	0,43	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	60,47 6,50 10,29 11,51 60,41 6,52 10,06 11,52	1,00(CH ₃)
8.	H	C ₅ H ₁₁	97-98	75	0,53	C ₁₅ H ₂₀ N ₂ SO ₂	62,06 6,89 9,03 10,96 61,62 6,89 9,58 10,96	0,66(CH ₃), 1,07(CH ₂), 2,75(CH ₂)

4 lentelės tęsinys

1	2	3	4	5	6	7	8
9.	H C ₈ H ₁₇	88-90	69	0,54	C ₁₈ H ₂₆ N ₂ SO ₂	<u>65,04</u> <u>7,80</u> <u>8,09</u> <u>9,38</u> <u>64,64</u> <u>7,84</u> <u>8,37</u> <u>9,59</u>	0,78(CH ₃), 1,01(CH ₂), 2,71(CH ₂)
10.	H 	233-234	93	0,38	C ₁₆ H ₂₀ N ₂ SO ₂	<u>63,31</u> <u>6,61</u> <u>9,25</u> <u>10,02</u> <u>63,13</u> <u>6,62</u> <u>9,20</u> <u>10,53</u>	1,20(CH ₂), 2,89(CH)
11.	H C ₂ H ₄ OH	140-144	77	0,56**	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ SO ₃	<u>54,13</u> <u>5,27</u> <u>10,60</u> <u>11,99</u> <u>54,12</u> <u>5,30</u> <u>10,52</u> <u>12,04</u>	2,77(CH ₂), 3,25(CH ₂), 4,52(OH)
12.	H C ₂ H ₄ OCH ₃	111-115	91	0,35	C ₁₃ H ₁₆ N ₂ SO ₃	<u>55,91</u> <u>5,79</u> <u>10,00</u> <u>11,23</u> <u>55,70</u> <u>5,75</u> <u>9,99</u> <u>11,44</u>	2,90(CH ₂), 3,01(CH ₃), 3,22(CH ₂)
13.	H C ₂ H ₄ OC ₂ H ₅	79-82	93	0,42	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₃	<u>57,05</u> <u>6,17</u> <u>9,70</u> <u>10,59</u> <u>57,13</u> <u>6,16</u> <u>9,52</u> <u>10,89</u>	0,94(CH ₃), 2,97(CH ₂), 3,26(CH ₂)
14.	H 	180-184		0,52	C ₁₇ H ₁₆ N ₂ SO ₂	<u>65,38</u> <u>5,24</u> <u>8,78</u> <u>10,40</u> <u>65,36</u> <u>5,16</u> <u>8,97</u> <u>10,26</u>	3,95(CH ₂), 7,10(C ₆ H ₅)
15.	H*** 	140-144	60	0,05	C ₁₆ H ₁₇ N ₃ SO ₃	<u>58,09</u> <u>5,40</u> <u>13,06</u> <u>9,61</u> <u>57,99</u> <u>5,17</u> <u>12,68</u> <u>9,67</u>	1,84(CH ₃), 3,12(OH)
16.	CH ₃ CH ₃	127-128	90	0,56	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ SO ₂	<u>57,71</u> <u>5,66</u> <u>11,34</u> <u>12,38</u> <u>57,58</u> <u>5,64</u> <u>11,19</u> <u>12,81</u>	2,69(CH ₃)

4 lentelės tęsinys

1	2	3	4	5	6	7			8
17.	C ₂ H ₅ C ₂ H ₅	104-107	95	0,69	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ SO ₂	<u>60,24</u> <u>6,53</u>	<u>10,17</u> <u>11,49</u>		0,92(CH ₃), 3,24(CH ₂)
18.	C ₃ H ₇ C ₃ H ₇	143-144	80	0,64	C ₁₆ H ₂₂ N ₂ SO ₂	<u>62,75</u> <u>7,19</u> <u>62,72</u> <u>7,24</u>	<u>9,30</u> <u>10,37</u> <u>9,14</u> <u>10,46</u>		0,67(CH ₃), 1,38(CH ₂), 3,11(CH ₂)
19.	C ₄ H ₉ **** C ₄ H ₉	133-137	75	0,83	C ₁₈ H ₂₇ N ₂ SO ₂ Cl	<u>58,29</u> <u>7,26</u> <u>58,29</u> <u>7,34</u>	<u>7,65</u> <u>8,54</u> <u>7,56</u> <u>8,64</u>		0,68(CH ₃), 1,20(CH ₂), 3,20(CH ₂)
20.	C ₂ H ₄ OH*** C ₂ H ₄ OH	159-163	79	0,80	C ₁₄ H ₁₉ N ₂ SO ₂ Cl	<u>48,75</u> <u>5,64</u> <u>48,48</u> <u>5,62</u>	<u>8,27</u> <u>8,99</u> <u>8,08</u> <u>9,24</u>		3,13(OH), 3,45(CH ₂)
21.		181-182	97	0,56	C ₁₄ H ₁₆ N ₂ SO ₃	<u>57,72</u> <u>5,55</u> <u>57,52</u> <u>5,52</u>	<u>9,64</u> <u>10,68</u> <u>9,58</u> <u>10,97</u>		2,97(CH ₂), 3,48(CH ₂)
22.	N(CH ₂) ₆	106-110	70	0,76	C ₁₆ H ₂₀ N ₂ SO ₂	<u>63,22</u> <u>6,59</u> <u>63,13</u> <u>6,62</u>	<u>9,33</u> <u>10,33</u> <u>9,20</u> <u>10,53</u>		1,44(CH ₂), 3,23(CH ₂)

- chloroformas-etilacetatas 2:1

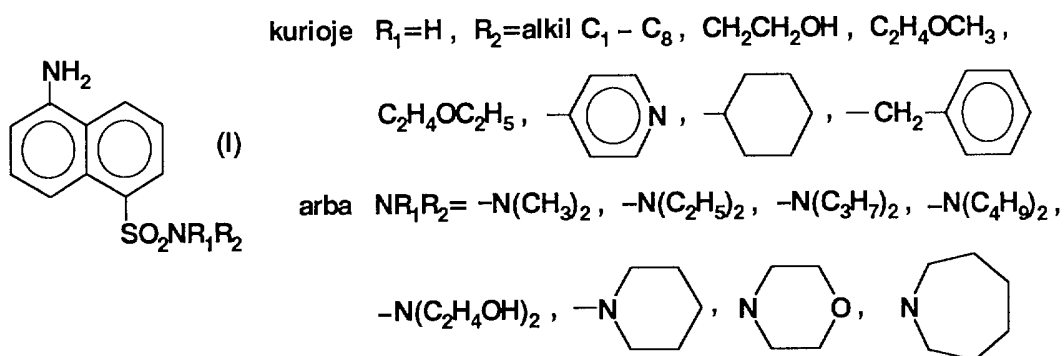
- ** etilacetatas-metanolis 9:1

- *** solvatas su metanolio

- **** hidrochloridai (Cl kiekis junginyje 19 - $\frac{9,42}{9,56}$, junginyje 20 - $\frac{9,95}{10,22}$.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

Pavaduotų 5-aminonaftalen-1-sulfamidų, kurių bendra formulė:



gavimo būdas, susidedantis iš N-pavaduotos 5-aminonaftalen-1-sulforūgšties druskos gavimo, jos veikimo fosforo pentachloridu susidarant atitinkamam sulfochloridui, amininimo atitinkamais aminais tirpiklyje ir pavaduojančios grupės pašalinimo, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad techninę 5-aminonaftalen-1-sulforūgštį acilina ftalio rūgšties anhidridu virinant piridine, susidarant piridinio druskai, sulfochloridą išskiria iš ledinio vandens, aminina acetone, dalyvaujant trietilaminui, gauna 5-ftalimidonaftalen-1-sulfamidą ir toliau, naudodami hidrazinhidratą metanolyje, pašalina pavaduojančią grupę.