





Schema nr. 4

Particularitățile esențiale ale acestei invenții sunt următoarele: pentru realizarea rezultatului tehnic (adică obținerea N,N'-malonil-bis-acizilor aminobenzoici V) se utilizează compusul mult mai accesibil (reactiv) – eterul malonic se reacția de condensare se efectuează în mediul solventului inert la temperatura fierberii lui, mai mică de 170°C, iar calitate de așa solvent e bine de întrebuințat petrolul lampant, unde prin metoda distilării se înlătură fracțiunea ce fierbe la mai puțin de 170°C.

Problema spre rezolvarea căreia este îndreptată această invenție constă în simplificarea procesului chimic și tehnologic de obținere a produsului V sau a sintezei N,N'-malonil-bis-acizilor aminobenzoici.

Metoda propusă în corespundere cu invenția elimină neajunsurile indicate în prototip anume prin aceea că în locul 1,3-dioxalenei în condiții dificile în această invenție se utilizează eterul malonic (reactiv) – o substanță ieftină și ușor accesibilă. Totodată, condensarea are loc în mediul solvenților inerti la temperatură nu mai mică de 170°C. Pentru aceasta este mai bine de utilizat petrolul lampant, după ce a fost eliminată din el fracțiunea ce fierbe la temperatura mai mică de 170°C.

Utilizarea pentru sinteză a eterului malonic V simplifică procesul chimic și tehnologic, micșorează cantitatea etapelor chimice, iar în partea tehnologică a procesului exclude utilizarea utilajului nestandard (generatorului 1,3-dioxalină [6]).

*Exemplu I.* Obținerea eterului dimetilic al acidului N,N'-malonil-bi-para- aminobenzoic.

20 g (0,132 moli) de eter metilic al acidului para-aminobenzoic I, 10,5 ml. (1,1 g sau 0,069 moli) de eter malonic II și 50 ml. De petrol lampant din fracțiunea cu temperatura de fierbere egală cu 170...215°C au fost încălzite într-un refrigerent cu reflux. La temperatura de 170...175°C a masei de reacție se în timpul amestecării la balon a fost unit un răcitor direct, continuându-se încălzirea și amestecarea intensă a masei de reacție. După 0,5 ore prin răcitorul direct separarea amestecului azeotrop în limitele de la 65 la 115°C. Încălzirea a fost reglată în așa mod ca intensitatea de separare a azeotropului să nu fie mai mare de 5...10 picături pe minut. Peste 0,5 ore pe pereții balonului încep să se formeze cristale, care cresc repede, transformându-se în bulgăre de o mărime considerabilă. În masa de reacție ce s-a îngroșat la amestecare s-a adăugat încă 10 ml. De petrol lampant fierbinte. Încălzirea a fost oprită după ce prin răcitorul direct s-au separat 10...12 ml de azeotrop. Amestecul se lasă pentru răcire spontană. Sedimentul de cristal obținut s-a filtrat și a fost spălat de două ori pe filtru cu acetonă caldă și o dată cu eter de petrol sau cu hexan. Substanța cristalină obținută a fost uscată într-un dulap de uscat vacuum la temperatura 100±5°C până la dispariția mirosului de lampant. S-au obținut: 17,2 g de substanță cristalină albă cu nuanță de cremă, având temperatura de topire 255...256°C (metanol). Randament 73%.

S-a calculat: C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>, Mr = 370.35; C% - 61.62, H% - 4.9, N% - 7.56.

S-a descoperit în %: C% - 61.34, 61.19; H% - 5.0, 4.85; N% - 7.32; 7.09.

În spectrele infraroșii colectate din uleiul de vaselină au fost descoperite benzi de absorbție intense despicate în regiunea oscilațiilor de valență a carbonililor eterilor compuși și amidelor respectiv în regiunea 1730...1750 cm<sup>-1</sup> și 1620...1640 cm<sup>-1</sup>. Rezultatele analizei confirmă structura simetrică liniară a diamidei acidului malonic (eterului dimetilic al acidului N,N'-malonil-bi-para- aminobenzoic).

*Exemplu II.* Obținerea acidului N,N'-malonil-bi-para- aminobenzoic.

La 5 g (0,0135 moli) de eter dimetilic a acidului N,N'-malonil-bi-para- aminobenzoic III și 120 ml de alcool etilic de 50% s-au adăugat 8 ml de hidroxid de sodiu de 40%. Acest amestec este încălzit în refrigerent cu reflux în timpul mestecării. Peste 0,5 ore substanța III s-a dizolvat complet, după ce încălzirea s-a continuat încă timp de 1 oră. Masa de reacție a fost răcită până la 10...12°C și s-au adăugat în timpul mestecării picături de acid acetic dizolvat în proporție 1:2. Neutralizarea excesului de alcaile și sării disodice a acidului N,N'-malonil-bi-para- aminobenzoic VI a fost finisată realizarea în masa de reacție a pH<4.

Precipitatul microcristalin ce s-a depus a fost separat și spălat pe filtru de 2 ori cu apă și acetilenă. S-au obținut 3,56 g de substanță microcristalină albă a acidului N,N'-malonil-bi-para- aminobenzoic după uscare la t=100±50/176C. Tdif.=310...320°C. Randament – 77%.

a calculat:  $C_{17}H_{14}O_6N_2$ ,  $M_r = 342.3$ ; C% - 59.7, H% - 4.12, N% - 8.18.

S-a descoperit în %: C% - 59.91, 59.09; H% - 4.17, 4.51; N% - 7.86; 7.93.

În spectrele infraroșii spectrele colectate din uleiul de vaselină au fost remarcate benzi de absorbție intensive în regiunea oscilațiilor de valență a carbonilului grupei de amide – CONH-Ar  $1620 \dots 1640 \text{ cm}^{-1}$  și în regiunea  $1690 \dots 1700 \text{ cm}^{-1}$ , care probabil, sunt determinate de dimere a grupelor carboxilice libere a aminoacizilor aromatici. Rezultatele analitice obținute, dar și rezultatele titrării cu alcalii destul de convingător demonstrează compoziția și structura acidului N,N'-malonil-bi-para-aminobenzoic.