

## ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

DOI: 10.26730/1999-4125-2018-3-62-69

УДК 543.544.3

### ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ N-ГИДРОКСИФТАЛИМИДА – КАТАЛИЗАТОРА ПРОЦЕССОВ ЖИДКОФАЗНОГО ОКИСЛЕНИЯ

### THE GAS-CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF N-HYDROXYPHthalIMIDE AS THE CATALYST OF THE PROCESSES OF LIQUID-PHASE OXIDATION

Боркина Галина Глебовна,  
к.х.н., доцент, e-mail: bgg.toos@kuzstu.ru  
Galina G. Borkina, C. Sc. in Chemistry, associate professor  
Воронина Светлана Геннадьевна,  
д.х.н., профессор, e-mail: vsctoos@mail.ru  
Svetlana G. Voronina, D. Sc. in Chemistry, Professor  
Дорошенко Максим Александрович,  
студент, e-mail: mr.maks.doroshenko.2016@mail.ru  
Maksim A. Doroshenko, student  
Прохоренко Вячеслав Сергеевич,  
студент, e-mail: s970722@gmail.com  
Vyacheslav S. Prokhorenko, student  
Худякова Елена Владиславовна,  
студент, e-mail: lena-hu@list.ru  
Elena V. Khudiakova, student  
Перкель Александр Львович,  
д.х.н., профессор, e-mail: perkel2@rambler.ru  
Alexandr L. Perkel', D. Sc. in Chemistry, Professor

Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева, 650000, Россия,  
г. Кемерово, ул. Весенняя, 28  
T. F. Gorbachev Kuzbass State Technical University, 28, Vesennyaya St., Kemerovo, 650000, Russian  
Federation

**Аннотация:** В процессах окисления органических соединений молекулярным кислородом до гидроксидов и других ценных кислородсодержащих соединений в качестве катализатора широко используют N-гидроксифталимид (N-ГФИ). Низкая растворимость N-ГФИ в неполярных органических субстратах даже при повышенных температурах и возможность деструктивного распада затрудняет работу с ним и приводит к необходимости аналитического контроля. Изучена возможность определения содержания N-ГФИ газохроматографическим методом. N-ГФИ непосредственно не определяют из-за высокой полярности молекулы. Рассмотрены возможности определения N-ГФИ в виде O-алкилэфиров и O-ацильных производных. O-алкилэфирные производные предполагалось получать по реакции Вильямсона, либо обработкой диазоалканами (диазометаном). Первый подход оказался неприменим при работе в полумикромасштабе. При обработке N-ГФИ диазометаном образующийся N-метоксифталимид реагирует с избытком диазометана, что приводит к снижению выхода N-МОФИ. Количественные результаты были получены при применении в качестве внутреннего стандарта фталимида (методика №1). O-ацильные производные получали ацетилированием N-ГФИ уксусным ангидридом в среде пиридина (методика №2). С помощью методики №1 изучено влияние температуры на растворимость N-ГФИ в n-ксилоле, n-декане,

циклогексаноне и смеси циклогексанона с N-ГФИ хлорбензолом.

**Ключевые слова:** N-гидроксифталимид, N-метоксифталимид, N-ацетоксифталимид, газохроматографическое определение, газожидкостная хроматография.

**Abstract:** *N-hydroxyphthalimide (N-GFI) is widely used as the catalyst of the oxidation processes of organic compounds by molecular oxygen to hydroperoxide compounds and other valuable oxychemicals. The low solubility of N-GFI in non-polar organic substrates even at high temperatures and a possibility of the destructive disintegration complicate working with it and require analytical monitoring. The possibility of the N-GFI content determination is studied by the gas-chromatographic method. N-GFI itself is not defined directly because of high polarity of a molecule. The possibilities of determination of N-GFI in the form of O-alkylic and O-acylic derivatives are considered. O-alkylic derivatives were supposed to be received on Vilyamson's reaction or processing by diazoalkanes (diazomethane). The first approach was inapplicable during the work in semi-micro-scale. When processing N-GFI by diazomethane, the formed N-methoxyphthalimide reacts with an excess of diazomethane. It leads to decreased yield of N-MOFI. Quantitative results were received at application of phthalimide as the internal standard (technique No. 1). O-acylic derivatives were received in acetylation of N-GFI by acetic anhydride in the pyridine medium (technique No. 2). The influence of temperature on the solubility of N-hydroxyphthalimide in p-xylene, n-decane, cyclohexanone and a mixture of cyclohexanone with chlorobenzene was studied by means of technique No. 1.*

**Key words:** *N-hydroxyphthalimide, N-methoxyphthalimide, N-acetoxypthalimide, gas chromatographic determination, gas liquid chromatography.*

N-гидроксифталимид (N-ГФИ) — один из наиболее перспективных катализаторов аэробного окисления разнообразных органических соединений в гидропероксиды и другие ценные кислородсодержащие соединения, в том числе, и в промышленных масштабах [1–3]. N-ГФИ обладает рядом свойств, затрудняющих работу с ним. Он плохо растворим в неполярных субстратах (алифатические и алкилароматические углеводороды), растворим в полярных растворителях (ацетонитрил, уксусная кислота [4, 5]. Известны бесцветная и окрашенная формы N-ГФИ, образующиеся в зависимости от условий синтеза и кристаллизации [6]. В условиях процессов аэробного окисления N-ГФИ способен к деградации, причём на скорость последней влияет pH среды [7]. Все эти обстоятельства приводят к необходимости контролировать не только качество исходного катализатора, но и его содержание в реакционной среде в процессе окисления.

Несмотря на значительное число работ, посвящённых синтезу, изучению свойств и применению этого соединения, сведений о методах аналитического определения N-ГФИ сравнительно мало. При изучении растворимости N-ГФИ в ароматических растворителях и уксусной кислоте использовали методы ВЭЖХ [4, 5]. Имеются сведения об определении методом ГЖХ производных N-ГФИ — N-этоксифталимида [6] и N-(2,3,4,5,6-пентафторбензилфталимида) [8]. Вероятно, N-ГФИ можно определять и методами органического функционального анализа [9], основываясь, например, на кислотных свойствах его НО-группы. Однако, присутствие в составе продуктов окисления органических веществ соединений, способных взаимодействовать со щелочами [10, 11], исключает возможность такого подхода.

Целью настоящей работы является разработка газохроматографических методик определения N-ГФИ в органических субстратах.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

N-ГФИ фирмы Aldrich (97%) использовали без дополнительной очистки.

N-метоксифталимид (N-МОФИ) получали обработкой N-ГФИ йодистым метилом в присутствии  $\text{NaHCO}_3$  в диметилформамиде [12]. После удаления диметилформамида в вакууме водоструйного насоса осадок N-МОФИ дважды перекристаллизовывали из этанола. Т. пл.  $135^\circ\text{C}$ . Известные значения т. пл.  $142\text{--}143^\circ\text{C}$  [12] и  $133\text{--}135^\circ\text{C}$  [13]. N-ацетоксифталимид получали ацелированием N-ГФИ смесью уксусный ангидрид : пиридин в соотношении 1 : 1 при  $100^\circ\text{C}$  в течение 120 мин [14]. В чистом виде его не выделяли. N-метилфталимид (N-МФИ) получали обработкой раствора фталимида в ацетонитриле газообразным диазометаном. После удаления растворителя в вакууме водоструйного насоса осадок трижды перекристаллизовывали из этанола. Т. пл.  $134^\circ\text{C}$ . Известное значение т. пл.  $134^\circ\text{C}$  [15].

Фталимид ч. дважды перекристаллизовывали из воды. Т. пл.  $238^\circ\text{C}$ . Известное значение т. пл.  $238^\circ\text{C}$  [15]. Метилтетрадеканоат ч. обрабатывали диазометаном и подвергали ректификации в вакууме. Используемый препарат содержал по данным ГЖХ не менее 99% основного вещества.

Раствор диазометана в эфире получали путем барботирования газообразного диазометана через охлажденный до  $5^\circ\text{C}$  диэтиловый эфир (Осторожно! Использовать защитный экран, очки). Диазометан получали по методике [16]. Его концентрацию в диэтиловом эфире определяли согласно

[17]. Используемый раствор содержал 0.5–0.6 моль/л диазометана.

Трикозан ч., ацетонитрил ч., диметилформамид ч., п-ксилол ч., хлорбензол ч., циклогексанон ч., н-декан ч. использовали без дополнительной очистки.

При изучении влияния времени обработки N-ГФИ и фталимида диазометаном на выход O- и N-алкильных производных смесь известных количеств этих веществ и внутреннего стандарта (метилтетрадеканата) (по ~0.05 г) растворяли в ацетонитриле (15 мл) и к этому раствору добавляли 15 мл насыщенного раствора диазометана в диэтиловом эфире. В отбираемые пробы с целью разложения непрореагировавшего диазометана по каплям добавляли 10% раствор уксусной кислоты в ацетонитриле до обесцвечивания содержимого. Затем пробы концентрировали в вакууме водоструйного насоса и хроматографировали.

Изучение влияния температуры на растворимость N-ГФИ в органических растворителях. В колбу на 25 мл помещали 10 мл растворителя и избыточное количество N-ГФИ. Колбу герметически закрывали и помещали в термостат, в котором поддерживалась заданная температура с точностью  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ . Содержимое колбы периодически встряхивали и через 4–8 часов (как рекомендуется в работе [5]) определяли количество растворенного N-ГФИ.

*Методика №1 определения содержания N-ГФИ в органических субстратах.* Аликвотную часть пробы, содержащую  $3 \div 6 \cdot 10^{-2}$  ммоль N-ГФИ, помещали в пробирку и удаляли основную часть растворителя в вакууме водоструйного насоса. Затем добавляли раствор внутреннего стандарта (фталимид) в ацетонитриле ( $3 \div 6 \cdot 10^{-2}$  ммоль фталимида) и после растворения осадка N-ГФИ при встряхивании приливали 2 мл эфирного раствора диазометана. После выдержки реакционной смеси при  $20^\circ\text{C}$  в течение 70 мин избыток диазометана нейтрализовали 10% раствором уксусной кислоты в ацетонитриле. Пробу концентрировали в вакууме водоструйного насоса и остаток подвергали ГЖХ определению. Концентрацию N-ГФИ ( $C_{\text{ГФИ}}$ ) рассчитывали по формуле:

$$\tilde{N}_{\tilde{A}\tilde{O}\tilde{E}} = \hat{E}_{\tilde{n}\tilde{o}} \tilde{N}_{\tilde{n}\tilde{o}} \frac{F_{\tilde{A}\tilde{O}\tilde{E}}}{F_{\tilde{n}\tilde{o}}}, \text{ моль/л,}$$

где  $C_{\text{ст}}$  – концентрация стандарта, моль/л;  $F_{\text{ГФИ}}$  и  $F_{\text{ст}}$  – площади хроматографических пиков N-ГФИ и стандарта, соответственно;  $K_{\text{ст}}$  – коэффициент стандартизации. Последний определяли в специальных опытах при хроматографировании известных количеств определяемого компонента и стандарта. Для детектора ионизации пламени и применения в качестве стандарта метилтетрадеканата  $K_{\text{ст}}$  равны  $1.83 \pm 0.08$  ( $n = 8$ ,  $P = 0.95$ ) для N-МОФИ и  $1.59 \pm 0.08$  ( $n = 8$ ,  $P = 0.95$ ) для N-МФИ, соответственно. При определении N-МОФИ с использованием в качестве внутреннего стандарта N-

МФИ  $K_{\text{ст}} = 1.15 \pm 0.09$  ( $n = 8$ ,  $P = 0.95$ ).

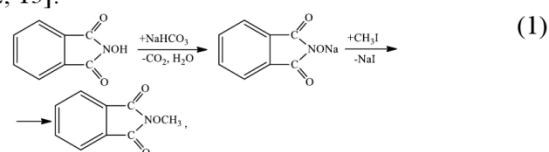
ГЖХ определение N-метоксифталимида проводили с применением колонки (2000  $\times$  3 мм), содержащей 5% силикона OV-17 на хроматоне N-AW-супер при  $185^\circ\text{C}$ ; внутренний стандарт – метилтетрадеканат или фталимид.

*Методика № 2 определения содержания N-ГФИ в органических субстратах.* Аликвотную часть пробы, содержащую  $1 \div 5 \cdot 10^{-2}$  ммоль N-ГФИ, помещали в пробирку, добавляли раствор внутреннего стандарта (трикозан) в хлорбензоле и удаляли основную часть растворителей в вакууме водоструйного насоса. Затем добавляли 1 мл смеси уксусный ангидрид : пиридин (1 : 1) и нагревали при  $100^\circ\text{C}$  в течение 120 мин. Для определения N-ацетоксифталимида использовали колонку (400  $\times$  3 мм), содержащую 5% силикона ХЕ-60 на хроматоне N-AW-супер, температура  $160^\circ\text{C}$ .

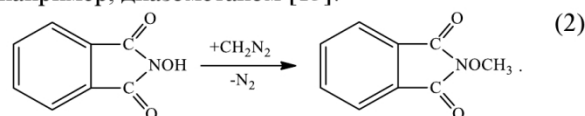
## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Рассмотрение упомянутых выше литературных данных показало, что N-ГФИ методом ГЖХ непосредственно не определяют. Это обстоятельство, очевидно, связано с высокой полярностью N-ГФИ, затрудняющей его очистку хроматографическими методами [18]. Действительно при использовании для ГЖХ определения N-ГФИ неподвижных фаз OV-17, OV-210, ХЕ-60 это вещество не давало хроматографических пиков даже в случае коротких (500 – 1000 мм) насадочных колонок.

Следовательно, для ГЖХ определения N-ГФИ более перспективны отмеченные выше O-алкильные и, возможно, O-ацильные производные N-ГФИ. И те, и другие известны в химии этого соединения [13, 18]. O-алкилалкильные производные обычно получают либо реакцией Вильямсона [6, 12, 13]:



либо обработкой N-ГФИ диазоалканами, например, диазометаном [13]:



Оба подхода в цитируемых выше работах применялись для препаративного получения N-метоксифталимида [13]. Поэтому сведения о достигнутых выходах продукта в реакциях (1) и (2) включают и операции выделения и очистки синтезированных препаратов.

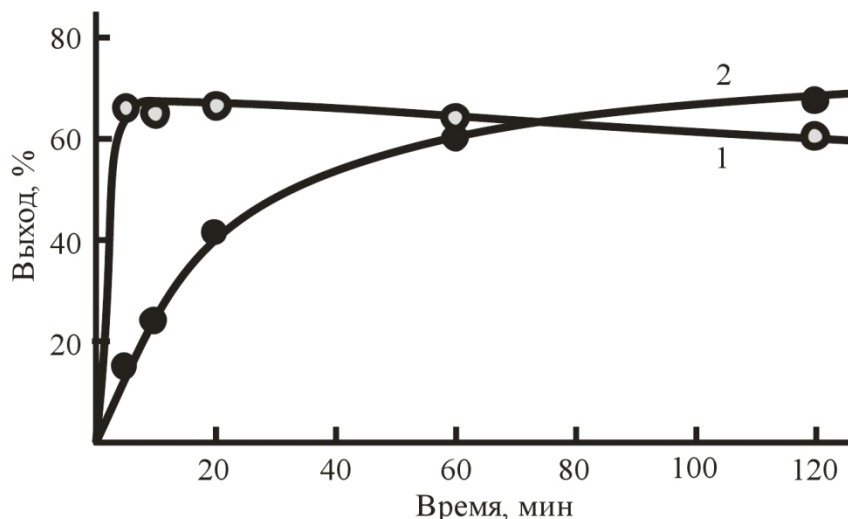


Рис. Зависимость выхода N-метоксифталимида (1) и N-метилфталимида (2) от времени обработки N-ГФИ и фталимида диазометаном.

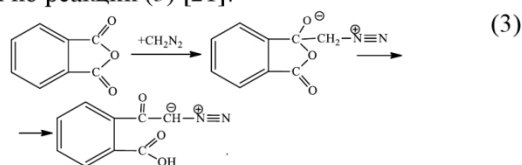
Fig. Dependence of the yield of N-methoxyphthalimide (1) and N-methylphthalimide (2) on the time of processing N-GPI and phthalimide by diazomethane.

Попытки использовать реакцию (1) для получения N-МОФИ в полумикромасштабе не привели к воспроизводимым результатам. При этом в качестве катализаторов N-алкилирования йодистым метилом испытывались триэтиламин [19], пиридин [6], карбонат калия [20], а в качестве растворителя диметилформамид [12], диметилсульфоксид [20] и ацетонитрил [6].

Диазометан взаимодействует с карбоновыми кислотами практически мгновенно. Поскольку сведения о скорости взаимодействия этого реагента с N-ГФИ отсутствуют, то нужно было оценить время, необходимое для превращения последнего в N-МОФИ по реакции (2), а также убедиться в отсутствии побочных реакций.

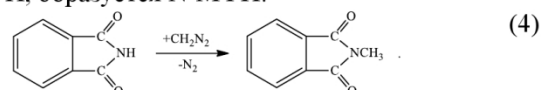
Изучено влияние времени обработки раствора N-ГФИ в ацетонитриле эфирным раствором диазометана при 25°C на результаты ГЖХ определения N-МОФИ (рис. 1, кривая 1). Видно, что кинетическая кривая накопления N-метоксифталимида имеет максимум, характерный для промежуточных продуктов. В области максимума, который достигается через 10 – 20 мин, выход N-МОФИ составляет около 67% на исходный N-ГФИ. Характер кинетической зависимости кривой 1 (рис. 1) свидетельствует о протекании наряду с реакцией (2) и ряда побочных реакций.

Известно, что кабонильные группы фталевого ангидрида (синтетического предшественника N-ГФИ) способны взаимодействовать с диазометаном по реакции (3) [21]:



Если предположить, что в реакцию типа (3) может вступать не только N-ГФИ, но и N-МОФИ, то наблюдаемая кинетическая картина изучаемой реакции становится понятной. Действительно, установлено, что обработка 0.029 М раствора N-МОФИ в ацетонитриле газообразным диазометаном в течение 3 и 10 мин приводит к уменьшению концентрации N-МОФИ до  $0.026 \pm 0.001$  М и  $0.013 \pm 0.001$  М соответственно. Замена ацетонитрила на другие растворители (метилацетат, пиридин, диметилформамид), а также использование каталитических добавок метанола приводили только к снижению выхода N-МОФИ по сравнению с обработкой N-ГФИ диазометаном в ацетонитриле.

Влияние побочных реакций типа (3) на результаты определения N-ГФИ можно существенно снизить, если использовать в качестве внутреннего стандарта вещество, которое по свойствам близко к N-ГФИ. В качестве такого вещества был испытан фталимид. При обработке фталимида эфирным раствором диазометана в тех же условиях, что и N-ГФИ, образуется N-МФИ:



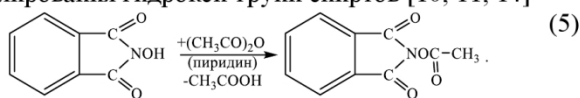
Зависимость выхода последнего от времени обработки представлена на рис. 1, кривая 2. Из рис. 1 видно, что фталимид взаимодействует с диазометаном с меньшей скоростью, чем N-ГФИ и, что образующийся N-МФИ с диазометаном с заметной скоростью не взаимодействует. После выдержки реакционной смеси в течение 20 часов выход N-МФИ оказался близким к количественному. Из рис. 1 также видно, что через 70 мин после начала реакции выхода N-МОФИ и N-МФИ близки. Это обстоятельство было использовано для количественного



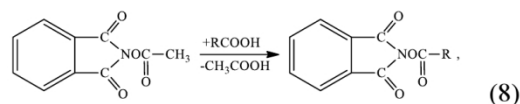
определения N-ГФИ (табл. 1).

Результаты определения N-ГФИ в его ацетонитрильных растворах известной концентрации (табл. 1) свидетельствуют о правильности методики № 1.

Упомянутый выше альтернативный путь перевода N-ГФИ в O-ацетильное производное может быть реализован в условиях известных для ацетилирования гидроксигрупп спиртов [10, 11, 14]



Однако, образующийся при этом N-



Реакции типа (6) – (9) могут происходить как при подготовке проб, так и в процессе хроматографирования [10, 11], и вносить погрешности в определение N-ГФИ. Но, как видно из уравнений реакций (5) – (8) такие погрешности в значительной мере могут быть снижены при использовании избытка уксусного ангидрида.

Результаты определения известных количеств N-ГФИ с применением методики № 2, представленные в табл. 2, свидетельствуют о правильности

Таблица 2. Результаты определения N-гидроксифталимида в его ацетонитрильных растворах известной концентрации по методике №2 ( $n=6$ ,  $P=0.95$ )

Table 2. The results of determining N-hydroxyphthalimide in its acetonitrile solutions of known concentrations by technique No.2 ( $n=6$ ,  $P=0.95$ )

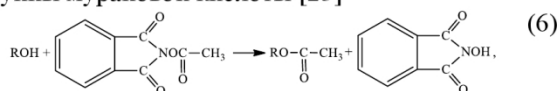
Введено, $\text{с} \times 10^2$ , М	Найдено ( $\bar{x} \pm \Delta x$ ) $\times 10^2$ , М	$s_r$
0.641 $\pm$ 0.008	0.63 $\pm$ 0.03	0.04
1.09 $\pm$ 0.01	1.07 $\pm$ 0.03	0.03
2.11 $\pm$ 0.02	2.13 $\pm$ 0.07	0.03
4.89 $\pm$ 0.07	4.9 $\pm$ 0.2	0.03

Таблица 1. Результаты определения N-гидроксифталимида в его ацетонитрильных растворах известной концентрации по методике №1 ( $n=6$ ,  $P=0.95$ )

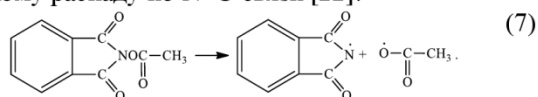
Table 1. The results of determining N-hydroxyphthalimide in its acetonitrile solutions of known concentrations by technique No.1 ( $n=6$ ,  $P=0.95$ )

Введено, $\text{с} \times 10^2$ , М	Найдено ( $\bar{x} \pm \Delta x$ ) $\times 10^2$ , М	$s_r$
0.071 $\pm$ 0.001	0.069 $\pm$ 0.004	0.05
0.470 $\pm$ 0.007	0.48 $\pm$ 0.02	0.04
0.95 $\pm$ 0.01	0.97 $\pm$ 0.03	0.03
1.82 $\pm$ 0.02	1.83 $\pm$ 0.06	0.03
5.24 $\pm$ 0.08	5.28 $\pm$ 0.17	0.03

ацетоксифталиимид [22] представляет собой не сложный эфир (как в случае ацетилирования спиртов), а смешанный ангидрид [23]. Сведений о химических свойствах N-ацетоксифталимида сравнительно мало. Известно, что он может быть использован для селективного ацетилирования гидроксигруппы мурановой кислоты [23]



а при 180 – 190°C подвергается гомолитическому распаду по N–O связи [22]:



Кроме того, ангидриды карбоновых кислот, в том числе и смешанные, [24] уже при 20°C вступают в реакции с карбоновыми кислотами, гидропероксидами (реакция типа (6) и водой [10, 11, 24]:

метода.

N-ацетоксифталиимид более полярное соединение, чем N-МОФИ. Его симметричные хроматографические пики были получены при использовании коротких (400 мм) насадочных колонок с неподвижной фазой ХЕ-60. Однако, после анализа нескольких десятков проб качество разделения ухудшается и требуется замена насадки с неподвижной фазой. По-видимому, это явление связано с взаимодействием ацетилирующей смеси с компонентами неподвижной фазы. В тоже время, разложение избытка уксусного ангидрида в реакционной смеси обработкой спиртом или водой в данном случае неприемлемо из-за реакций (6) и (9). Если предположить, что существуют неподвижные фазы, пригодные для определения N-ацетоксифталимида и одновременно устойчивые к химическому взаимо-

Таблица 3. Влияние температуры на растворимость N-гидроксифталимида в некоторых органических растворителях ( $n=6$ ,  $P=0.95$ )

Table 3. The influence of temperature on the solubility of N-hydroxyphthalimide in some organic solvents ( $n=6$ ,  $P=0.95$ )

Растворитель	t, °C	Содержание N-гидроксифталимида	
		$\omega \pm \Delta$ , % масс.	$S_f$
Декан	150	$0.021 \pm 0.001$	0.04
	120	$0.014 \pm 0.001$	0.05
	100	$0.013 \pm 0.001$	0.05
n-Ксилол	130	$0.46 \pm 0.02$	0.04
	110	$0.31 \pm 0.01$	0.03
	100	$0.24 \pm 0.01$	0.04
	60	$0.061 \pm 0.003$	0.04
	25	$0.030 \pm 0.002$	0.05
Циклогексанон	120	$8.7 \pm 0.3$	0.03
	100	$8.4 \pm 0.3$	0.03
	25	$3.1 \pm 0.1$	0.03
4.0 М раствор циклогексанона в хлорбензоле	120	$3.8 \pm 0.1$	0.03
	100	$3.2 \pm 0.1$	0.03
	25	$1.01 \pm 0.04$	0.04

действию с ацетилирующим реагентом, то методика № 2 вероятно может быть использована для количественного определения Н-ГФИ в органических субстратах.

С помощью методики № 1, основанной на переводе Н-ГФИ в N-метоксипроизводное, были получены количественные данные по влиянию температуры на растворимость Н-ГФИ в п-ксилоле, н-де-

кане, циклогексаноне и в 4 М растворе циклогексанона в хлорбензоле (табл. 3).

Данные табл. 3 подтверждают правильность методики № 1 и, как надеются авторы, окажутся полезными исследователям, работающим в области катализа Н-ГФИ процессов жидкофазного окисления органических соединений молекулярным кислородом.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Recupero, F. Free Radical Functionalization of Organic Compounds Catalyzed by N-Hydroxyphthalimide / F. Recupero, C. Punta // Chemical Reviews, 2007. – № 107. – P. 3800–3842.
2. Селективное аэробное окисление циклогексил- и втор-алкиларенов до гидропероксидов в присутствии N-гидроксифталимида / Е.А. Курганова, В.Н. Сапунов, Г.Н. Кошель, А.С. Фролов // Изв. АН, сер. хим., 2016. – № 2. – С. 2115–2128.
3. Melone, L. Metal-free aerobic oxidations mediated by N-hydroxyphthalimide. A concise review / L. Melone, C. Punta // Beilstein J. Org. Chem., – 2013. – № 9. – P. 1296–1310.
4. Orlinska, B. Aerobic oxidation of isopropylaromatic hydrocarbons to hydroperoxides catalyzed by N-hydroxyphthalimide / B. Orlinska, J. Zawadiak // Reac. Kinet. Mech. Cat., 2013. – V. 110. – № 1. – P. 15–30.
5. Solubility of N-Hydroxyphthalimide in Binary Acetic Acid + Water Solvent Mixtures at (293.2 to 363.2) K / Y. Cheng, Q. Wang, L. Wang, X. Li // J. Chem. Eng. Data., 2007. – V. 52. – P. 1025–1027.
6. Reichelt, H. Elusive Forms and Structures of N-Hydroxyphthalimide: The Colorless and Yellow Crystal Forms of N-Hydroxyphthalimide / H. Reichelt, C.A. Faunce, H.H. Paradies // J. Phys. Chem. A., 2007. – V. 111. – P. 2587–2601.
7. Дослідження стабільності N-гідроксифталіміду в умовах реакції окиснення / Й. Опейда, Ю. Літвінов, О. Плехов, О. Куш, М. Компанець // Вісник Львів. Ун-ту. Серія хім., 2010. – Вип. 51. – С. 407–414.
8. Studies on steroids: CIII. A new type of derivative for electron capture-gas chromatography of ketosteroids / T. Nambara, K. Kigasawa, T. Iwata, M. Ibuki // J. of Chromatography., 1975. – V. 114. – № 1. – P. 81–86.
9. Сиггия, С. Количественный органический анализ по функциональным группам / С. Сиггия, Дж.Г. Ханна. – М.: Химия, 1983. – 671 с.

- 10.Перкель, А.Л. Устранение искажающего влияния пероксидных соединений при определении кислородсодержащих продуктов окисления органических веществ / А.Л. Перкель, С.Г. Воронина // Журн. аналит. химии, 1998. – Т. 53. – № 4. – С. 343–363.
- 11.Перкель, А.Л. Особенности определения продуктов окисления органических веществ молекулярным кислородом и пероксидными соединениями. I. Каналы образования продуктов в процессе анализа / А.Л. Перкель, С.Г. Воронина // Вестник Кузбасского государственного технического университета, 2014. – № 6. – С. 73–79.
12. Khan, M.N. Kinetics and mechanism of the cleavage of N-methoxyphthalimide (nmpt) in the presence of buffers of tris (hydroxymethyl)aminomethane (tris) and 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane (dabco) / M.N. Khan, A. Ariffin // React.Kinet.Catal.Lett., 2003. – V. 78. – № 1. – P. 193–200.
- 13.Carpino, L.A. Oxidative Reactions of Hydrazines. II. Isophthalimides. New Protective Groups on Nitrogen // J. Amer. Chem. Soc., 1957. – V. 79. – № 1. – P. 98–101.
- 14.Перкель, А.Л. Устранение искажающего влияния пероксидных соединений при газохроматографическом определении гидроксил- и карбоксилсодержащих и сложноэфирных продуктов окисления органических веществ / А.Л. Перкель, Б.Г. Фрейдин, С.Г. Воронина // Журн. аналит. химии, 1993. – Т. 48. – № 10. – С. 1697–1705.
15. Свойства органических соединений. Справочник / под ред. Потехина А.А. – Л.: Химия, 1984. – 520 с.
- 16.Crotte, C. Generating of diazomethane destined to chromatography in gaseous phase of biological products / C. Crotte, A. Mule, N.E. Planche // Bulletin de la Societe de chimie biologique, 1970. – V. 52. – № 1. – P. 108–109.
- 17.Физер, Л. Реагенты для органического синтеза / Л. Физер, М. Физер. – М.: Мир, 1970. – С. 242.
18. Roderick, W.R. Colorless and Yellow Forms of N-Hydroxyphthalimide / W.R. Roderick, W.G. Brown // J. Amer. Chem. Soc., 1957. – V. 79. – № 19. – P. 5196–5198.
- 19.Studies on  $\beta$ -Lactam Antibiotics. VIII. Effect on Antibacterial Activity of the Oxime O-Substituents with Various Functional Groups in the 7 $\beta$ -[(Z)-2-(2-amino-4-thiazolyl)-2-oximinoacetamido]cephalosporins / H. Takasugi, H. Kochi, T. Masugi, H. Nakano, T. Takay // J. Antibiotics., 1983. – V. 36. – № 7. – P. 846–854.
- 20.Fujii, T. Preparation and Nuclear Magnetic Resonance Spectra of Alkoxyamines / T. Fujii, C.C. Wu, S. Yamada // Chem. Pharm. Bull., 1967. – V. 15. – № 3. – P. 345–349.
- 21.Bhatr, A. Reaction of Diazomethane with Some Anhydrides of o-Dicarboxylic Acids // J. Org. Chem., 1962. – V. 27. – № 4. – P. 1183–1186.
- 22.N-Acetoxy-phthalimide (NAPI) as a new H-abstracting agent at high temperature: application to the melt functionalization of polyethylene / D. Bélékian, P. Cassagnau, J.-J. Flat, S. Quinebeche, L. Autissier, D. Bertin, D. Siri, D. Gigmes, Y. Guillaneuf, P. Chaumont, E. Bevou // Polym. Chem., 2013. – № 4. – P. 2676–2679.
- 23.Carroll, P.M. Acetyl Derivatives of Muramic Acid // Nature, 1963. – V. 197. – P. 694–695.
- 24.Котельникова, Т.С. Газохроматографическое определение ангидридов карбоновых кислот в продуктах окисления спиртов и других органических веществ / Т.С. Котельникова, С.Г. Воронина, А.Л. Перкель // Журн. аналит. химии, 2006. – Т. 61. – № 12. – С. 1297–1300.

## REFERENCES

1. Recupero, F. Free Radical Functionalization of Organic Compounds Catalyzed by N-Hydroxyphthalimide / F. Recupero, C. Punta // Chemical Reviews, 2007. – № 107. – P. 3800–3842.
2. Selective aerobic oxidation of cyclohexyl and secalkylarenes to hydroperoxides in the presence of N-hydroxyphthalimide/ E.A. Kurganova, V.N. Sapunov, G.N. Koshel, A.S. Frolov // Russian Chemical Bulletin, Int. Ed., 2016. – V. 65. – № 9. – P. 2115–2128.
3. Melone, L. Metal-free aerobic oxidations mediated by N-hydroxyphthalimide. A concise review / L. Melone, C. Punta // Beilstein J. Org. Chem., 2013. – № 9. – P. 1296–1310.
4. Orlinska, B. Aerobic oxidation of isopropylaromatic hydrocarbons to hydroperoxides catalyzed by N-hydroxyphthalimide / B. Orlinska, J. Zawadiak // Reac. Kinet. Mech. Cat., 2013. – V. 110. – № 1. – P. 15–30.
5. Solubility of N-Hydroxyphthalimide in Binary Acetic Acid + Water Solvent Mixtures at (293.2 to 363.2) K / Y. Cheng, Q. Wang, L. Wang, X. Li // J. Chem. Eng. Data., 2007. – V. 52. – P. 1025–1027.
6. Reichelt, H. Elusive Forms and Structures of N-Hydroxyphthalimide: The Colorless and Yellow Crystal Forms of N-Hydroxyphthalimide / H. Reichelt, C.A. Faunce, H.H. Paradies // J. Phys. Chem. A., 2007. – V. 111. – P. 2587–2601.
7. Doslidzhennya stabil'nosti N-gidroksiftalimidu v umovakh reaktsii okisnennya [The study of the n-hydroxyphthalimide stability upon the aerobic oxidation] / Y. Opeyda, Yu. Litvinov, O. Plekhov, O. Kushch, M. Kompanets // Visnik L'viv. Un-tu. Seriya khim. [Visnyk Lviv univ. Ser. Chem.], 2010. – V. 51. – P. 407–414.

8. Studies on steroids: CIII. A new type of derivative for electron capture-gaschromatography of ketosteroids / T. Nambara, K. Kigasawa, T. Iwata, M. Ibuki // *J. of Chromatography*, 1975. – V. 114. – № 1. – P. 81–86.
9. Siggia, S. Quantative Organic Analysis via Functional Groups / S. Siggia, J.G. Hanna. – New York-Chichester-Brisbane-Toronto: John Wiley and Sons, 1979. – 672 p.
10. Perkel, A.L. Elimination of interferences of peroxide compounds in the determination of oxygen-containing products of oxidation of organic substances / A.L. Perkel, S.G. Voronina // *J. Analyt. Chem.*, 1998. – V. 53. – № 4. – P. 299–317.
11. Perkel, A.L. Osobennosti opredeleniya produktov okisleniya organicheskikh veshchestv molekulyarnym kislorodom i peroksidnymi soedineniyami. I. Kanaly obrazovaniya produktov v protsesse analiza [Features of determination of the oxidation products of organic substances by molecular oxygen and peroxide compounds. I. Channels of formation of products in analysis process] / A.L. Perkel, S.G. Voronina // *Vestnik Kuzbasskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta* [Bulletin of Kuzbass state technical University], 2014. – № 6. – P. 73–79.
12. Khan, M.N. Kinetics and mechanism of the cleavage of N-methoxyphthalimide (nmpt) in the presence of buffers of tris (hydroxymethyl)aminomethane (tris) and 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octane (dabco) / M.N. Khan, A. Ariffin // *React.Kinet.Catal.Lett.*, 2003. – V. 78. – № 1. – P. 193–200.
13. Carpino, L.A. Oxidative Reactions of Hydrazines. II. Isophthalimides. New Protective Groups on Nitrogen // *J. Amer. Chem. Soc.*, 1957. – V. 79. – № 1. – P. 98–101.
14. Perkel, A.L. Elimination of the Distorting Influence of Peroxy Compounds in the Gas-Chromatographic Determination of Hydroxyl-containing, Carboxyl-containing, and Esteric Oxidation Products of Organic Compounds / A.L. Perkel, B.G. Freidin, S.G. Voronina // *J. Analyt. Chem. USSR*, 1993. – V.48. – № 10. – P. 1211–1217.
15. Svoystva organicheskikh soedineniy. Spravochnik [Properties of organic compounds. Handbook] / pod. red. Potekhina A.A. – L.: Khimiya, 1984. – 520 p.
16. Crotte, C. Generating of diazomethane destined to chromatography in gaseous phase of biological products / C. Crotte, A. Mule, N.E. Planche // *Bulletin de la Societe de chimie biologique*, 1970. – V. 52. – № 1. – P. 108–109.
17. Fieser, L.F. Reagents for Organic Synthesis / L.F. Fieser, M. Fieser. – New York: Wiley, 1967. V. 1. – P. 191.
18. Roderick, W.R. Colorless and Yellow Forms of N-Hydroxyphthalimide / W.R. Roderick, W.G. Brown // *J. Amer. Chem. Soc.*, 1957. – V. 79. – № 19. – P. 5196–5198.
19. Studies on  $\beta$ -Lactam Antibiotics. VIII. Effect on Antibacterial Activity of the Oxime O-Substituents with Various Functional Groups in the 7 $\beta$ -[(Z)-2-(2-amino-4-thiazolyl)-2-oxyiminoacetamido]cephalosporins / H. Takasugi, H. Kochi, T. Masugi, H. Nakano, T. Takay // *J. Antibiotics.*, 1983. – V. 36. – № 7. – P. 846–854.
20. Fujii, T. Preparation and Nuclear Magnetic Resonance Spectra of Alkoxyamines / T. Fujii, C.C. Wu, S. Yamada // *Chem. Pharm. Bull.*, 1967. – V. 15. – № 3. – P. 345–349.
21. Bhatr, A. Reaction of Diazomethane with Some Anhydrides of o-Dicarboxylic Acids // *J. Org. Chem.*, 1962. – V. 27. – № 4. – P. 1183–1186.
22. N-Acetoxy-phthalimide (NAPI) as a new H-abstracting agent at high temperature: application to the melt functionalization of polyethylene / D. Bélékian, P. Cassagnau, J.-J. Flat, S. Quinebeche, L. Autissier, D. Bertin, D. Siri, D. Gimes, Y. Guillaneuf, P. Chaumont, E. Beyou // *Polym. Chem.*, 2013. – № 4. – P. 2676–2679.
23. Carroll, P.M. Acetyl Derivatives of Muramic Acid // *Nature*, 1963. – V. 197. – P. 694–695.
24. Kotel'nikova, T.S. Gas-chromatographic determination of carboxylic acid anhydrides in oxidation products of alcohols and other organic compounds / T.S. Kotel'nikova, S.G. Voronina, A.L. Perkel' // *J. Analyt. Chem.*, 2006. – V. 61. – P. 338–342.

Поступило в редакцию 07.05.2018

Received 07.05.2018