

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 542.952.6+547.772.2

СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ АЗОЛОВ И ПОЛИМЕРОВ НА
 ИХ ОСНОВЕ

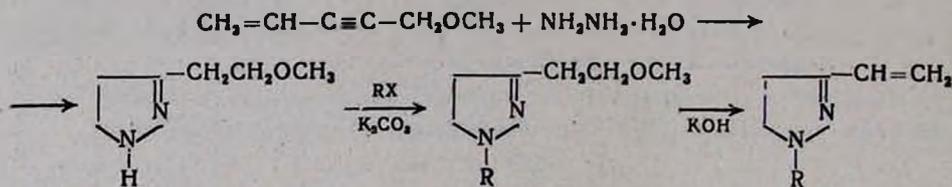
IX. СИНТЕЗ N-АЛКИЛ-3-ВИНИЛПИРАЗОЛИНОВ

Э. Г. ДАРБИНЯН, А. А. СААКЯН, М. А. ЭЛИАЗЯН и С. Г. МАЦОЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР

Поступило 22 VII 1969

С целью получения полимеров с азоловыми звеньями в цепи в настоящей работе изучена возможность синтеза N-алкил-3-винилпиразолинов на основе метилового эфира винилэтинилкарбинола по следующей схеме:

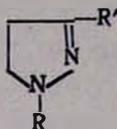


Оказалось, что исходный метиловый эфир, аналогично винилацетиленовым спиртам [1], гладко конденсируется с гидразингидратом, образуя 3-(β-метоксиэтил)пиразолин. Так, например, при нагревании смеси 10 г метилового эфира винилэтинилкарбинола и 11 г 60%-ного гидразингидрата с обратным холодильником при 115—130° в течение 15 часов получено 10 г (75%) 3-(β-метоксиэтил)пиразолина в виде бесцветной жидкости с т. кип. 60—61°/2 мм, n_D^{20} 1,4805, d_4^{20} 1,0275. Найдено %: N 21,59; MR_D 35,45. $C_6H_{13}N_2O$. Вычислено %: N 21,84; MR_D 35,78.

Алкилирование полученного метоксипиразолина проводили с помощью алкилгалогенидов в присутствии влажного поташа; отщепление метанола от полученных N-алкил-3-(β-метоксиэтил)пиразолинов осуществляли нагреванием при 120—170° в вакууме в присутствии порошкообразного едкого кали (5—10 вес. % от метоксипиразолина), как описано раньше [2].

Выходы, физико-химические свойства и данные анализа полученных пиразолиновых соединений приведены в таблице.

Таблица



R	R'	Выход, %	Т. кип., °С/мм	d_4^{20}	n_D^{20}	Молекулярная формула	MR _D *		Анализ N, %	
							найдено	вычислено	найдено	вычислено
CH ₃	CH=CH ₂	72,7	50/16	0,9443	1,5162	C ₆ H ₁₀ N ₂	35,22	33,71	25,30	25,54
C ₂ H ₅	CH=CH ₂	82,0	58—59/11	0,9127	1,5160	C ₇ H ₁₂ N ₂	41,09	38,36	22,65	22,54
n-C ₃ H ₇	CH=CH ₂	64,7	75—76/12	0,9079	1,5092	C ₈ H ₁₄ N ₂	45,36	43,00	20,46	20,26
n-C ₄ H ₉	CH=CH ₂	70,4	53—54/2	0,8965	1,5040	C ₉ H ₁₆ N ₂	50,24	47,65	18,43	18,39
CH ₃	(CH ₂) ₂ OCH ₃	35,2	50/2	0,9678	1,4661	C ₇ H ₁₄ N ₂ O	40,59	40,61	19,54	19,14
C ₂ H ₅	(CH ₂) ₂ OCH ₃	60,9	53—54/2	0,9503	1,4650	C ₈ H ₁₆ N ₂ O	45,42	45,26	18,12	17,92
n-C ₃ H ₇	(CH ₂) ₂ OCH ₃	73,5	65/3	0,9402	1,4652	C ₉ H ₁₈ N ₂ O	50,05	49,91	16,39	16,44
n-C ₄ H ₉	(CH ₂) ₂ OCH ₃	69,4	74/2	0,9317	1,4649	C ₁₀ H ₂₀ N ₂ O	54,64	54,56	15,23	15,19

* Рассчитаны по рефракциям связей Фогеля.

Синтезированные N-алкил-3-винилпирролины, строение которых полностью подтверждено методом ИК спектроскопии, способны полимеризоваться с помощью радикальных инициаторов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Э. Г. Дарбинян, А. А. Саакян, М. А. Элиасян, С. Г. Мацюян, Арм. хим. ж., 23, 180 (1970); С. Г. Мацюян, Э. Г. Дарбинян, А. А. Саакян, Авт. свид. СССР № 199899 (бюл. 9, 1967 г.).
2. Э. Г. Дарбинян, А. Х. Махмудян, С. Г. Мацюян, Арм. хим. ж., 22, 421, 508 (1969).