

4. Н. М. Мироновская, А. Ф. Васильев, Л. Н. Марголин, Е. Б. Назарова, Л. Н. Разникова, А. Л. Чимишкин, ЖОрХ, 19, 2034 (1983).
 5. Словарь орг. соед., ИЛ, М., 1979, т. 3, стр. 322.

Армянский химический журнал, т. 38, № 8, стр. 516—517 (1985 г.)

УДК 547.775.07 : 524.951

СИНТЕЗ 1-(β-АМИНОЭТИЛ)АЗОЛОВ В УСЛОВИЯХ МЕЖФАЗНОГО КАТАЛИЗА

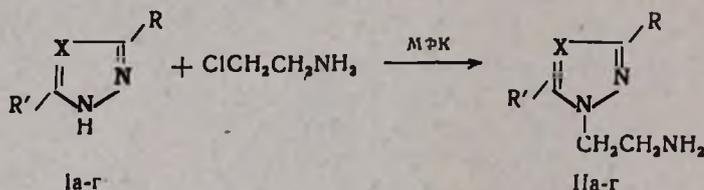
А. С. ПОГОСЯН, О. С. АТТАРЯН, Г. А. ЭЛИАЗЯН,
Г. В. АСРАТЯН и Э. Г. ДАРБИНЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 26 IV 1985

1-(β-Аминоэтил)пиразолы нашли применение в синтезе сульфамидных препаратов [1]. Известный способ получения этих соединений, основанный на алкилировании пиразолов гидрохлоридом β-хлорэтиламина связан с применением высоких температуры (110°) и длительностью проведения процесса (20—25 ч) [1].

Нами разработан метод алкилирования пиразола (Ia), 3(5)-метилпиразола (Iб), 3,5-диметилпиразола (Iв) и 1,2,4-триазола (Iг) β-хлорэтиламино в условиях межфазного катализа.



- а. R=R'=H, X=CH; б. R=H, R'=CH₃, X=CH и R=CH₃, R'=H;
 в. R=R'=CH₃, X=CH; г. R=R'=H, X=N.

Алкилирование осуществляется в системе жидкость—твердая фаза с применением в качестве органических растворителей бензола и диоксана, а в качестве катализатора—ТЭБАХ или катамина АБ. Метод прост в исполнении и дает высокие выходы целевых продуктов. Длительность реакции во всех случаях не превышает 2 ч. Строение полученных соединений подтверждено сравнением с известными образцами, данными элементного анализа, ИК спектроскопии, а индивидуальность—методом ГЖХ. Выходы и физико-химические свойства IIa-г приведены в таблице.

Экспериментальная часть

ИК спектры сняты на спектрометре UR-20 в тонком слое. ГЖХ анализ проведен на приборе ЛХМ-8МД, колонка 1,5×3 мм, заполненная инертном (0,20—0,25 мн), пропитанным 10% карбовакса 20 М. Скорость газа-носителя (гелий) 50 мл/мин.

Общее описание алкилирования Ia-в β-хлорэтиламинол. К смеси 0,05 моля соответствующего пиразола, 0,15 моля NaOH, 0,005 моля катамина AB (безводный) или ТЭБАХ в 40 мл бензола при перемешивании и нагревании (75—80°) в течение 30 мин прибавляют раствор 0,06 моля β-хлорэтиламина в 40 мл бензола. Перемешивание при кипении бензола продолжают еще 1,5 ч. После охлаждения смесь фильтруют, из фильтрата в вакууме удаляют бензол, остаток—(1-(β-аминоэтил)-пиразолы перегоняют в вакууме (табл.).

Таблица

Физико-химические свойства 1-(β-аминоэтил)азолов

Соединение	Выход, %	Т кип., °C/1 мм	n _D ²⁰	d ₄ ²⁰	ИК спектр, ν, см ⁻¹	Найдено, %			Вычислено, %		
						C	H	N	C	H	N
Ia	84	49—50	1,5100	1,0637	1520, 1590, 3120, 3300, 3370	54,30	7,99	37,40	54,02	8,16	37,78
Iб*	86	61—62	1,5065	1,0319	1540, 1590, 3120, 3300, 3370	57,40	8,95	33,60	57,50	8,70	33,50
Iв	89	75—76	1,5030	1,0096	1550, 1570, 3120, 3300, 3370	60,60	9,30	30,10	60,40	9,40	30,17
Iг	68	97—99	1,5035	1,1105	1520, 1590, 3130, 3300, 3370	43,18	7,00	49,50	43,17	7,10	49,95

* Соотношение смеси изомеров 1-(β-аминоэтил)-3-метил-:1-(β-аминоэтил)-5-метилпиразолов 70:30 (по ГЖХ).

Алкилирование 1,2,4-триазола (Iг) β-хлорэтиламинол. К смеси 3,45 г (0,05 моля) 1,2,4-триазола, 4,0 г (0,1 моля) NaOH, 0,6 г (0,0025 моля) ТЭБАХ в 40 мл диоксана при перемешивании и нагревании (75—80°) в течение 30 мин прибавляют 3,85 г (0,05 моля) β-хлорэтиламина в 40 мл бензола. Перемешивание продолжают при 75—80° еще 1,5 ч. После охлаждения смесь фильтруют, из фильтрата в вакууме удаляют бензол, остаток—1-(β-аминоэтил)-1,2,4-триазол перегоняют в вакууме (табл.).

ЛИТЕРАТУРА

1. Z. Brzozowski, P. Pac-Pomarnacka, B. Dekarz, S. Angielski, C. Woycikowski Acta pol. Pharm., 33, 461 (1976).