

Физико-химические свойства 2-(пиразолил-1)этилакриламидов

Соединение	Выход, %	Т. кип., °С/1 мм	n_D^{20}	d_4^{20}	ИК спектр, ν , см ⁻¹	%, N	
						найдено	вычислено
IVa	50	133—135	1,5235	1,1086	1510, 1550, 1620, 1680, 3300	25,00	25,42
IVб	59	Т. пл. 39—40° ^а			1540, 1620, 1650, 3340	23,00	23,43
IVв	54	150—152	1,5175	1,0896	1530, 1550, 1620, 1650, 3300	23,70	23,43
IVг	61	125—127	1,5195	1,0717	1530, 1620, 1640, 3300	22,01	21,73
IVд	54	Т. пл. 44—45° ^а			1530, 1550, 1620, 1650, 3300	21,60	21,73
IVe	61	Т. пл. 60—61° ^а			1520, 1550, 1620, 1650, 3340	20,50	20,26

^а Перекристаллизован из гексана.

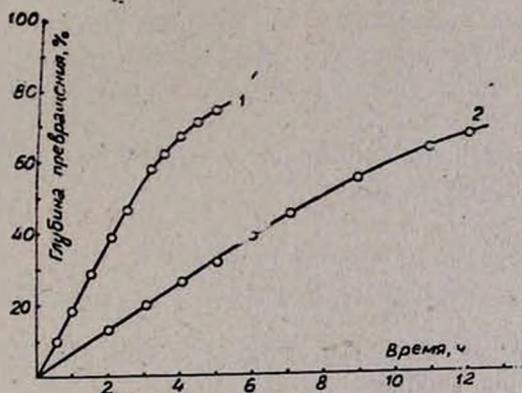


Рис. Кинетические кривые зависимости глубины превращения от продолжительности реакции полимеризации: 1 — IVв, 2 — IVг при 70° в ДМФА, концентрация мономеров 1 моль/л, ДАК 0,01 моль/л.

Таблица 2

Свойства поли- IVa-e, полученных в ДМФА, концентрация мономеров 1 моль/л, ДАК 0,01 моль/л; T=70°

Полимер	$[\eta]$ в ДМФА при 20°, дл/г	Т. разм., °С
IVa	0,33	105—118
IVб	0,18	125—150
IVв	0,11	110—120
IVг	0,08	165—180
IVд	0,42	180—203
IVe	0,22	210—237

Экспериментальная часть

ИК спектры сняты на спектрометре UR-20. ГЖХ анализ проведен на приборе ЛХМ-8МД, колонка $1,5 \times 3$ мм, заполненная инертном AW-HMDS, пропитанным 10% карбовакса 20М; скорость газа-носителя (гелий) — 50 мл/мин. N-(β -аминоэтил)пиразолы получены по [2].

Общее описание ацилирования N-(β -аминоэтил)пиразолов. К раствору 0,1 моля соответствующего пиразола и 0,15 моля ТЭА в 100 мл абс. эфира при перемешивании и охлаждении ледяной водой по каплям прибавляют 0,15 моля хлорангидридов акриловой или метакриловой кислот. так, чтобы температура смеси не превышала $5-10^\circ$. Затем смесь перемешивают при комнатной температуре 4 ч и фильтруют. Фильтрат промывают водой, сушат над сульфатом магния. После удаления эфира остаток разгоняют в вакууме в присутствии пирогаллала. Выходы и физико-химические свойства приведены в табл. 1.

Полимеризация. Полимеризацию проводят в толстостенном стеклянном цилиндрическом сосуде с герметичной резиновой пробкой. После дегазации реакционных смесей многократным замораживанием и размораживанием в вакууме 1 мм рт ст реакционный сосуд выдерживают в термостате при $70^\circ \pm 0,1^\circ$. Через определенные промежутки времени пробы смеси анализируют на содержание остаточных мономеров методом ГЖХ, согласно методике [3]. Концентрацию непрореагировавших мономеров определяют измерением площадей пиков на хроматограммах.

Полимеры выделяют из растворов в ДМФА 2-кратным осаждением в воде, сушат при $60^\circ/10$ мм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Э. Г. Дарбинян, А. С. Погосян, Г. А. Элиазян, Г. В. Асратян, Арм. хим. ж., 38, 230 (1983).
2. А. С. Погосян, О. С. Атнарян, Г. А. Элиазян, Г. В. Асратян, Э. Г. Дарбинян, Арм. хим. ж., 38, 516 (1985).
3. К. А. Макаров, П. Н. Воробьев, А. Ф. Николаев, Е. Сюда, ВМС, Б-10, 758 (1968).
4. И. В. Васильева, А. И. Большакова, В. К. Смирнова, В. С. Иванов, И. М. Баркалов, ВМС, 26, 2186 (1984).

Армянский химический журнал, т. 38, № 8, стр. 520—522 (1985 г.)

УДК 547.413.15:66

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЕДКОГО НАТРА НА ПРОЦЕСС ДЕГИДРОХЛОРИРОВАНИЯ 3,4-ДИХОР-1-БУТЕНА В ХЛОРОПРЕН

Г. Т. МАРТИРОСЯН, С. В. ЛЕВАНОВА, Г. С. ГРИГОРЯН,
А. Ц. МАЛХАСЯН, В. А. РЕВЯКИН и Э. М. АСАТРЯН

Научно-производственное объединение «Найрит», Ереван

Поступило 3 XII 1984

В действующем производстве хлоропрена из бутадиена для дегидрохлорирования 3,4-ДХБ-1 используют 20% водный раствор едкого натра.