

туры минерала. Аналогичный вывод о перестройке структуры клиноптилолита в процессе щелочной обработки был сделан в работе [7].

## ЛИТЕРАТУРА

1. Донней Г., Виар Ж., Сабатье Г. — Структурный механизм термических и концентрационных превращений в силикатах. — В сб.: Физика минералов. М., Мир, 1964.
2. Брек Д. — Цеолитовые молекулярные сита. М., Мир, 1976, с. 152, 168.
3. Жданов С. П., Бунтарь Н. Н. — ДАН СССР, 1962, т. 147, № 5, с. 1118.
4. Reeuwijk L. P. — Amer. Mineral., 1971, v. 56, № 5, p. 165
5. Peterson D. L., Helfferich F., Blizitz G. C. — J. Phys. Chem. Solids, 1965, v. 26, № 3, p. 835.
6. Жданов С. П., Бунтарь Н. Н., Егорова Е. Н. — ДАН СССР, 1964, т. 154, № 2, с. 419.
7. Крупеникова А. Ю., Мамулашвили М. В., Цицишвили Г. В. — Фазовые переходы при перекристаллизации клиноптилолита. Клиноптилолит. Труды симпозиума по вопросам исследования и применения клиноптилолита. Тбилиси, Мецнереба, 1977, с. 68.

Армянский химический журнал, т. 41, № 10, стр. 654—656 (1988 г.)

УДК 547.831.212.214.823.825

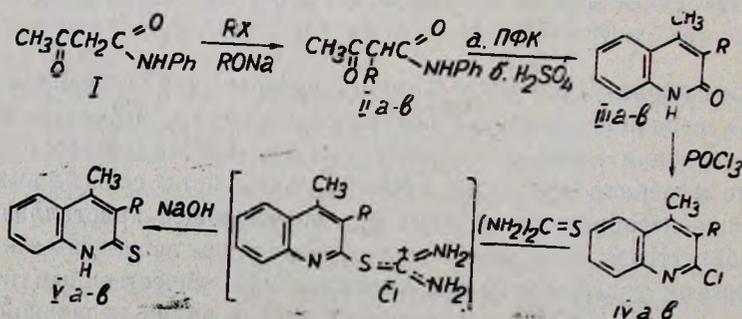
## 3-АЛКИЛ-4-МЕТИЛКАРБОСТИРИЛЫ И ИХ СЕРНЫЕ АНАЛОГИ

Л. В. ГЮЛЬБУДАГЯН и И. Л. АЛЕКСАНЯН

Ерванский государственный университет

Поступило 21 1 1987

Исследования в области производных карбостирила продолжают оставаться в центре внимания многих химиков-органиков. В последнее время запатентовано множество соединений этого класса, обладающих интересными биологическими свойствами [1]. В этой связи определенный интерес представляют тио-аналоги карбостирила—2-тиоксохинолины [2]. С целью получения новых потенциально биологически активных производных этого ряда нами разработан препаративный метод синтеза 3-замещенных 2-тиоксо-4-метилхинолинов на основе соответствующих 2-оксохинолинов, полученных циклизацией анилидов  $\alpha$ -алкилацетоуксусных кислот, по схеме:



## Экспериментальная часть

ИК спектры сняты на приборе UR-20 в вазелиновом масле, ПМР-спектр—на спектрометре «Varian T-60» в четыреххлористом углероде с внутренним стандартом ТМС. Чистота полученных соединений установлена методом ТСХ (на окиси алюминия II степени активности, проявитель—пары йода).

*Анилиды  $\alpha$ -алкилацетоуксусных кислот IIa-в.* К алкоголяту натрия [из 100 мл абс. спирта и 2,3 г (0,1 моля) металлического натрия] прибавляют 17,7 г (0,1 моля) анилида ацетоуксусной кислоты (I) [3]. Через 10 мин при перемешивании добавляют 0,1 моля соответствующего алкилбромиды и кипятят на водяной бане 3—4 ч до слабоосновной реакции. Спирт отгоняют, остаток обрабатывают водой (50 мл), отфильтровывают, осадок перекристаллизовывают из 50% спирта. Физико-химические данные совпадают с литературными [4].

*2-Оксо-3-алкил-4-метилхинолины IIIa-в.* а) Смесь 0,1 моля анилидов IIa-в и 50 г ПФК нагревают при 60° 10 ч. Реакционную смесь выливают на лед, полученный продукт отфильтровывают и перекристаллизовывают из спирта.

б) 0,1 моля IIa-в в 30 мл 96% серной кислоты нагревают на кипящей водяной бане около 1 ч. Реакционную смесь обрабатывают аналогично (а). Полученные IIIa-в не дают депрессии температуры плавления в смеси с полученным в (а). ИК спектр,  $\nu$ , см<sup>-1</sup>: 1640 (C=O амид.). Физико-химические данные совпадают с литературными [4].

*2-Хлор-3-алкил-4-метилхинолины IVa-в.* Смесь 0,1 моля соединений IIIa-в и 70 мл хлорокиси фосфора нагревают на кипящей водяной бане 3 ч. Затем отгоняют избыток хлорокиси фосфора в вакууме, к остатку прибавляют 200 г толченого льда и оставляют на ночь. После нейтрализации водного раствора полученный продукт отфильтровывают и перекристаллизовывают из 50% спирта. Физико-химические данные совпадают с литературными [4].

Таблица

2-Тиоксо-3-алкил-4-метилхинолины Va-в

Соединение	Выход, %	Т. пл., °C	R <sub>f</sub> <sup>*</sup>	Молекулярная формула	Найдено, %		Вычислено, %	
					N	S	N	S
Va	79	269	0,49	C <sub>12</sub> H <sub>13</sub> NS	6,97	15,59	6,89	15,76
Vб	81	254	0,51	C <sub>13</sub> H <sub>15</sub> NS	6,33	14,61	6,45	14,74
Vв	77	240	0,52	C <sub>14</sub> H <sub>17</sub> NS	6,12	13,99	6,06	13,85

\* В системе хлороформ:ацетон, 1:2.

*2-Тиоксо-3-алкил-4-метилхинолины Va-в.* Смесь 0,1 моля соединения IVa-в, 0,13 моля тиомочевины в 100 мл безводного ацетона нагревают на водяной бане 5 ч. Ацетон отгоняют, осадок растворяют в 50 мл 10% NaOH (нагревают 1 ч), нейтрализуют уксусной кислотой до pH 5. Выпавшие желтые кристаллы соединения Va-в отфильтровывают и пере-

кристаллизуют из спирта (табл.). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{см}^{-1}$ : 1290 ( $\text{C}=\text{S}$ -тиоамид). ПМР спектры  $\nu$ ,  $\delta$ , м. д.: 1,84 т. ( $3\text{H}, \text{CH}_3$ ); 2,66 с ( $3\text{H}, \text{CH}_3$ ); 3,21 кв ( $2\text{H}, \text{CH}_2$ ); 7,30—8,20 м ( $4\text{H}$ , аром.); 9,02 с ( $1\text{H}, \text{NH}$ ).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. 53—23307—53—23313 (1978); 53—41672 (1978). Яп./Накагава Рёдзин, Найта-Минору, Ока Кимиаки—РЖХ, 1979, 210155П—210162П.
2. Заявка 53—21177 (1978), Яп./Ниси Такао, Уэда Кэй, Накагава Рёюки—РЖХ, 1979, 50169П.
3. Фирц-Давид Г. Э., Бланже Э. — Основные процессы синтеза красителей. М., ИЛ, 1957, 130 с.
4. Searles A. L., Lindwall H. G. — J. Am. Chem. Soc., 1946, v. 68, № 6, p. 989.

Армянский химический журнал, т. 41, № 10, стр. 656—658 (1988 г.)

УДК 54.64 : 678/68

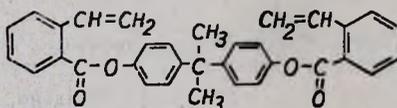
### ОТВЕРЖДЕНИЕ ЭПОКСИДИАНОВОЙ СМОЛЫ бис-ЭФИРОМ 2,2-ДИ(*п*-ОКСИФЕНИЛ)ПРОПАНА И *о*-ВИНИЛБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

Д. Н. ОГАНЕСЯН, А. Ж. ПОШОТЯН, Т. Г. КАРАПЕТЯН и Г. М. ПОГОСЯН

Институт органической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 3 IV 1986

Для отверждения эпоксидных смол широко используют амины, амиды, двухосновные кислоты и их ангидриды [1]. Описано также взаимодействие эпоксидных смол со сложными полиэфирами [2]. Нами изучено отверждение эпоксидиановой смолы (ЭД-20) бис-эфиром 2,2-ди(*п*-оксифенил)пропана и *о*-винилбензойной кислоты.



С этой целью снимались ИК спектры отмеченной композиции, помещенной между кристаллами КВг до и после нагревания при  $150^\circ$  до полного отверждения. За процессом отверждения следили по изменению полос поглощения эпоксидной, винильной и карбонильной групп [3].

В ходе отверждения в спектре вместо полосы при  $1730 \text{ см}^{-1}$  (валентные колебания  $\text{C}=\text{O}$  в группировке  $\text{Ag}-\text{CO}-\text{O}-\text{Ag}$ ) появляется полоса поглощения в области  $1740 \text{ см}^{-1}$  (валентные колебания  $\text{C}=\text{O}$  в группировке  $\text{Ag}-\text{CO}-\text{O}-\text{CH}_2$ ), при этом происходит одновременное уменьшение интенсивности  $920 \text{ см}^{-1}$ , относящейся к суммарным колебаниям эпоксидного цикла и винильной группы. Такое явление наблюдалось и в работе [2].

При глубоких степенях превращения (через 1,5 ч при  $150^\circ$ ) наблюдается уменьшение интенсивности полосы поглощения при  $920 \text{ см}^{-1}$  на