

ՊՈԼԻՔԼՈՐՈՊՐԵՆԻ ԹԵՐՄԻԿ ՕՔՍԻԴԱՑՄԱՆ ՈՒՍՈՒՄՆԱՍԻՐՈՒԹՅՈՒՆ
2-ԱԼԻԼ-2-ԿԱՐԲԵԹՈՔՍԻ-4-ԲՈՒՏԱՆՈԼԻԴԻ ՆԵՐԿԱՑՈՒԹՅԱՄԲ

Լ. Գ. ՄԵԼԻԿ-ՕԶԱՆՋԱՆՅԱՆ, Ռ. Ս. ՀԱՐՈՒԹՅՈՒՆՅԱՆ, Կ. Ա. ՆԵՐՍԵՍՅԱՆ,
Հ. Տ. ԿԱՐԱՊԵՏՅԱՆ, Ն. Մ. ԲԵՅԼԵՐՅԱՆ և Ա. Ա. ԱՎԵՏԻՍՅԱՆ

Ինֆրակարմիր սպեկտրոսկոպիայի և լիֆերենցիալ թերմիկ անալիզի մեթոդներով ուսումնասիրված է պոլիքլորոպրենի ջերմաօքսիդացումը 2-ալիլ-2-կարբեթոքսի-4-բուտանոլիդի ներկայությամբ:

Ցույց է տրված, որ վերջինս նկատելիորեն լավացնում է պոլիմերի ջերմակայունությունը:

THERMOOXIDATION OF POLYCHLOROPRENE IN THE PRESENCE
OF 2-ALLYL-2-CARBETHOXY-4-BUTANOLIDE

L. G. MELIK-ÖHANJANIAN, R. S. HAROUTYUNIAN, K. A. NERSESSIAN,
Z. T. KARAPETIAN, N. M. BEYLERIAN and A. A. AVETISSIAN

Thermooxidation of polychloroprene at 73 K in the presence of 2-allyl-2-carbethoxy-4-butenolide has been studied by spectral (IR) and differential thermal analysis.

It has been shown that the additive can be used as antioxidant for polychloroprene.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Կարպետյան Յ. Դ., Դանյան Մ. Դ. — Арм. хим. ж., 1982, т. 35, № 9, с. 552.
2. Меликян Г. С. — Исследования в области неспределённых гамма-лактонов. Автореферат дисс. на соис. уч. ст. канд. хим. наук, ЕГУ, 1972, с. 20.
3. Կարպետյան Յ. Դ., Դանյան Մ. Դ. — Изв. вузов. Сер. хим. и хим. технол., 1985, вып. 3, с. 93.
4. Мелик-Оганджанян Л. Г., Арутюнян Р. С., Хачатрян А. С., Бейлерян Н. М., Аветисян А. А. — Препринт, Ереван, 1989, с. 3.
5. Կարպետյան Յ. Դ., Դանյան Մ. Դ. — Арм. хим. ж., 1979, т. 32, с. 564.
6. Акопян Г. А., Пироева И. В., Кабала Ю. К. — Каучук и резина, 1977, № 6, с. 25.
7. Reich Leo, Levi David — Macromolecular reviews. 1967. 1. p. 174.

Армянский химический журнал, т. 44, № 6, стр. 383—386 (1991 г.)

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 547.722.783(088.8)

НОВЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ ПИРАЗОЛА

Յ. Գ. ՄԵՏՐՈՍՅԱՆ, Յ. Վ. ՄԱՐԿԻՐՍՅԱՆ, Դ. Բ. ԱՄԲԱՐՇՄՅԱՆ,
Կ. Ա. ԴԱԼՅԱՆ և Ա. Ա. ԱՎԵՏԻՍՅԱՆ

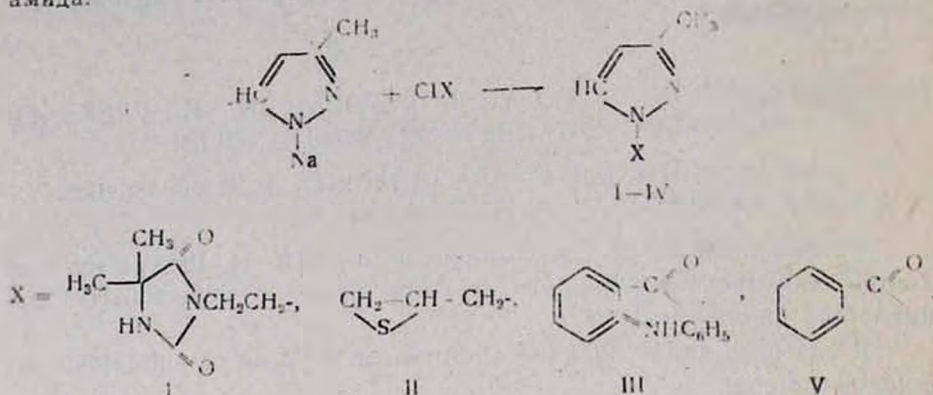
Ереванский государственный университет

Поступило 4 V 1990

Производные пиразола нашли широкое применение в медицине и технике [1]. Настоящая работа является продолжением исследова-

ний, опубликованных в работе [2]. Изучено взаимодействие натриевого производного 3(5)-метилпиразола с тизоэпихлоргидрином, 3-N-(2'-хлорэтил)-5,5-диметилгидантоином [3], бензоилхлоридом и хлорагидридом N-фенилантрапиновой кислоты [4] в эквимольных соотношениях. В чистом виде удалось выделить только продукты взаимодействия 3-изомера, чем объясняются невысокие выходы конечных продуктов.

Установлено, что выходы соединений I—IV увеличиваются, когда реакцию проводят в среде апротонного растворителя—диметилформамида.



Экспериментальная часть

ИК спектры сняты на спектрометрах «ИКС-14» и «ИКС-22» в тонком слое вазелинового масла, спектры ПМР—на спектрометре „Hitachi—Perkin—Elmer R-203“ с рабочей частотой 60 МГц, внутренний стандарт—ГМДС.

3-N-(2'-Оксиэтил)-5,5-диметилгидантоин и 3-N-(2'-хлорэтил)-5,5-диметилгидантоин были получены ранее [3].

5,5-Диметилгидантоино-3-N-этил-(3'-метил)пиразол (I). К 0,03 моля натриевого производного 3-метилпиразола, растворенного в 30 мл абс. диметилформамида, добавляют 0,03 моля 3-N-(2'-хлорэтил)-5,5-диметилгидантоина, растворенного в абс. диметилформамиде, и смесь нагревают 5 ч. После удаления осадка, растворителя и непрореагировавшего N-метилпиразола остаток растворяют в абс. ацетоне, фильтруют соединение I, несколько раз промывают ацетоном и сушат (табл.). ИК спектр, ν , см^{-1} : 3200 ($>\text{NH}$); 1730—1770 (C=O в гидант. кольце); 1540 (C=C в пиразоле). Спектр ПМР (ацетон- d_6), δ , м. д.: 0,98 с (6H, 2CH_3); 3,28 м (4H, $>\text{N}(\text{CR}_2)_2\text{N}<$); 7,7 д (H, $>\text{N}-\text{CH}$); 6,5 т (H, C=CH).

1-N-Тиоглицидил-3-метилпиразол (II). К 0,03 моля натриевого производного 3-метилпиразола, растворенного в 50 мл. абс. диметилформамида, добавляют 0,03 моля тизоэпихлоргидрина. Смесь нагревают 5 ч. на кипящей водяной бане. После удаления осадка и раст-

Таблица

Производные пиразола I—IV

Соединение	Выход, %	Т. пл., °C	Брутто-формула	Найдено, %				Вычислено, %				R _f
				C	H	N	S	C	H	N	S	
I	87	253—255	C ₁₁ H ₁₀ N ₄ O ₂	55,27	6,14	23,29	—	55,93	6,77	23,72	—	0,51 (гексан : CHCl ₃ : 1,4-диоксан — 5 : 2,5 : 7)
II	63	188—190	C ₇ H ₁₀ N ₂ S	53,50	6,14	17,85	20,13	54,54	6,49	18,18	20,77	0,48 (CCl ₄ : этанол — 1 : 2)
III	52	212—214	C ₁₀ H ₁₀ N ₃ O	71,96	5,92	15,10	—	72,18	6,01	15,78	—	0,49 (CCl ₄ : этанол — 2 : 3)
IV	63,5	145	C ₁₁ H ₁₀ N ₂ O	70,61	4,90	16,01	—	70,96	5,37	15,05	—	0,57 (этанол : гексан — 2 : 5)

ворителя к остатку добавляют ацетон, целевой продукт осаждают абс. гексаном, оседая в виде светло-красных кристаллов (табл.). ПМР спектр (ацетон- d_6), δ , м. д.: 0,92 с (3H, CH_3); 3,2 м (2H, $>N-CH_2$); 6,5 т (C=CH); 7,6 д (H, $>N-CH$).

1-0-(N-Фениламинобензоил)-3-метилпиразол (III). К 0,01 моля натриевого производного 3-метилпиразолена, растворенного в 25 мл абс. диметилформамида, добавляют 0,01 моля хлорагидрина N-фенилантраниловой кислоты, растворенного в 25 мл диметилформамида. Смесь нагревают 8—10 ч. После удаления осадка и растворителя к остатку добавляют абс. эфир; осаждается целевой продукт III кирпичного цвета (табл.). Спектр ПМР (ацетон- d_6), δ , м. д.: 1,3 т (3H, CH_3); 6,5 т (C=CH); 7,6 д (H, N—CH); 6,8—8,0 с.м. (4H, 5H, 2Ar); 9,4 с (H, $>NH$). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1540 (C=C в пиразол. кольце); 1600 (C=C в ароматич. кольце); 32,0 (HN $<$).

1-N-Бензоил-3-метилпиразол (IV). К 0,03 моля натриевого производного 3-метилпиразола, растворенного в 35 мл абс. диметилформамида, по каплям добавляют 0,035 моля хлористого бензоила. Смесь нагревают 5 ч. После удаления осадка и растворителя остаток несколько раз промывают абс. эфиром. При этом выпадает осадок целевого продукта IV светло-желтого цвета (табл.). Спектр ПМР (ацетон- d_6), δ , м. д.: 0,92 с (3H, CH_3); 6,5 т (C=CH); 7,4 м (Ar); 7,6 д (H, $>N-CH$).

ЛИТЕРАТУРА

1. Дарбиян Э. Г., Мацюян С. Г. — Арм. хим. ж., 1984, т. 38, № 3, с. 153.
2. Месропян Э. Г., Мартиросян Э. В., Амбарцумян Г. Б., Дарбиян Э. Г. — Арм. хим. ж., 1983, т. 36, № 6, с. 396.
3. Месропян Э. Г., Мартиросян Э. В., Амбарцумян Г. Б. — Арм. хим. ж., 1936, т. 39, № 10, с. 613.
4. Cattermann L., Wleland H. — Die Praxis des organischen Chem., 35 Aufl., 1953, S. 112.