

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1-(β-АЦЕТОКСИЭТИЛ) ПИРАЗОЛОВ

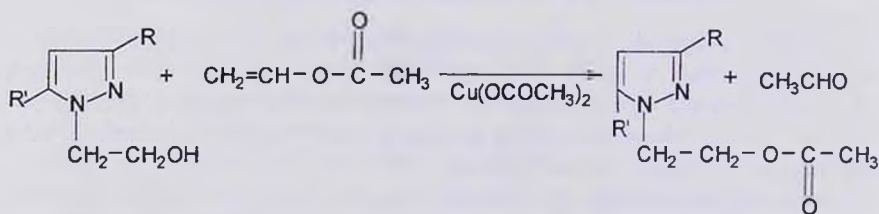
Օ. Տ. ԱՏԱՐՅԱՆ, Ա. Ժ. ԳՐԻԳՐՅԱՆ և Տ. Գ. ՄԱՇՅՈՅԱՆ

Институт органической химии НАН Республики Армения, Ереван

Поступило 14 XI 1997

Как известно [1,2], 1-(β-ацетоксиэтил) пиразолы являются ценными полупродуктами для получения N-винилпиразолов методом пиролиза. В патентной литературе описан способ получения 1-(β-ацетоксиэтил)-3,5-диметилпиразола обычным путем ацетилирования 1 — (β-оксиэтил)-3,5-диметилпиразола уксусным ангидридом в мольном соотношении 1:4, при температуре 110°C, с выходом целевого продукта 63% [1].

Нами разработан удобный способ получения 1-(β-ацетоксиэтил)пиразолов взаимодействием 1-(β-оксиэтил)пиразолов с винилацетатом в присутствии каталитического количества ацетата меди. Реакция протекает при более низкой температуре 70-75°C, выходы целевых продуктов составляют более 85%.



R=CH₃, R'=H; R'=CH₃, R=H; R=R'=CH₃

Экспериментальная часть

ИК спектры получены на спектрометре "UR-20" (тонкий слой), ГЖХ анализ проведен на приборе "ЛХМ-8МД" колонка 1,5 м × 3 мм, заполненная инертном AW-НМД (0,20-0,25 мм), пропитанным 10% карбоваксом 20М. Скорость газа-носителя (гелия) 50 мл/мин.

1-(β-Ацетоксиэтил)-3,5-диметилпиразол. Смесь 14,0 г (0,1 моля) 1-(β-оксиэтил)-3,5-диметилпиразола, 12,9 г (0,15 моля) винилацетата и 0,5 г ацетата меди нагревают при температуре 70°C в течение 3 ч. После охлаждения смесь декантируют и перегоняют в вакууме. Получают 15,6 г (86%) 1-(β-ацетоксиэтил)-3,5-диметилпиразола с т.кип. 90-91°/1 мм.рт.ст; n_D^{20} 1,4780, d_4^{20} 1,0800. Найдено, %: С 59,41; Н 7,75; N 15,30 $C_9H_{14}N_2O_2$. Вычислено, %: С 59,32; Н 7,73; N 15,37.

1-(β-Ацетоксиэтил)-3(5)-метилпиразол. Аналогичным образом из 12,4 г (0,1 моля) 1-(β-оксиэтил)-3(5)-метилпиразола [3], 8,6 г (0,1 моля) винилацетата и 1 г ацетата меди получают 14,4 г (86%) 1-(β-ацетоксиэтил)-3(5)-метилпиразола с т.кип. 71-74°C/1 мм рт ст, n_D^{20} 1,4780, d_4^{20} 1,0970. Соотношение изомеров по ГЖХ составляет 60:40. Найдено, %: С 57,14; Н 7,14; N 16,65; $C_8H_{12}N_2O_2$. Вычислено, %: С 57,14; Н 7,18; N 16,65. ИК спектр, cm^{-1} : 1530 (пиразольное кольцо), 1730 (C=O).

1-(β-ԱՅԵՏՕՔՍԻԷԹԻԼ) ՊԻՐԱԶՈԼՆԵՐԻ ՍՏԱՅՄԱՆ ԵՂԱՆԱԿ

Հ. Ս. ԱՇԽԱՐՅԱՆ, Ա. Զ. ԳՐԻԳՈՐՅԱՆ և Ս. Գ. ՄԱՅՈՅԱՆ

Մշակվել է 1 (β-ացետօքսիէթիլ) պիրազոլների ստացման հարմար եղանակ 1 (β-օքսիէթիլ) պիրազոլների և վինիլացետատի փոխազդեցությամբ կատալիտիկ քանակի պղնձի ացետատի ներկայությամբ: Ռեակցիան ընթանում է 70-75°C և նպատակային նյութերը ստացվում են 85% և ավելի ելքերով:

NEW SYNTHESIS OF 1-(β-ACETOXYETHYL)PYRAZOLES

H. S. ATTARYAN, A. D. GRIGORYAN and S. G. MATSOYAN

A new method of synthesis of 1-(β-acetoxyethyl)-pyrazoles by the reaction of 1-(β-oxyethyl)pyrazoles with vinyl acetate in the presence of catalytic amounts of copper acetate has been developed. The finished products yields were reached as high as 85% when the reaction was carried out at 70-75°C.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Пат. №3063978 (1962), СССР // РЖХ, 1964, №24, с.219.
- [2] Flowers R., Som. // J.Am.chem. Soc., 1948, v.70, p.3013.
- [3] Дарбинян Э.Г., Элиазян Г.А., Абрамян Т.Г., Муший Р.Я., Мацоян С.Г. // Арм.хим.ж., 1974, т.27, №9, с.790.