ՀԱՅԱՍՏԱՆԻ ՀԱՆՐԱՊԵՏՈՒԹՅԱՆ ԳԻՏՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ ԱԶԳԱՅԻՆ ԱԿԱԴԵՄԻԱ

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ АРМЕНИЯ

Հայաստանի քիմիական հանդես 58, №1-2, 2005 Химический журнал Армении

УДК 547.79

НОВЫЙ МЕТОД СИНТЕЗА N-ВИНИЛИМИДАЗОЛА

Несмотря на большое практическое значение N-винилимидазолов [1-6] единственным методом их получения является прямое винилирование имидазолов ацетиленом как под давлением [7-11], так и в газовой фазе [12].

Нами разработан метод получения N-винилимидазола алкилированием имидазола I дихлорэтаном с последущим дегидрохлорированием в условиях межфазного катализа (М Φ K) $^{\circ}$ без выделения промежуточного продукта II.

$$\begin{array}{c|c} & & & \\ &$$

Проведенные исследования показали, что в условиях избытка дихлорэтана и щелочи в качестве мажорного продукта в результате алкилирования-дегидрохлорирования образуется винилимидазол III с выходом $\sim 50\%$. Промежуточное образование 2-хлорэтилимидазола II зарегистровано методом ГЖХ; последний при перегонке подвергается кватернизации с образованием соединения IV.

Экспериментальная часть

Спектры ЯМР ¹Н сняты на приборе "Mercury-300 Varian" 300 $M\Gamma\mu$ (CD₃)SO, внутренний стандарт ГМДС. ИК спектры получены на спектрометре "Perkin Elmer 1600 FTIR" для мономеров в тонком слое полимерных образцов в виде прессованных таблеток с бромистым калием. ГЖХ анализ проведен на приборе "ЛЗХМ-8МД", колонка 1,5 M х 3 MM, заполненная инертоном AW-HMD (0,20-0,25 MM) пропитанным 10% карбовакса 20 М. Скорость газа-носителя (гелий) 50 MM MMH.

N-Винилимидазол. Смесь 6,8 r (0,1 mоля) имидазола, 156,8 r (1,6 mоля) дихлорэтана, 8,0 r (0,2 mоля) едкого натра, 6,0 r ТЭБАХ при 70-80°С перемешивали в течение часа. Затем в течение 2 u по каплям добавляли 40 r (1 mоля) едкого натра в 50 mл воды и продолжали перемешивание в течение 5 u. К смеси добавили 60 mл воды и экстрагировали хлороформом, хлороформный слой высушили хлоридом кальция и после удаления растворителя остаток разогнали в вакууме. Выход N-винилимидазола 4,7 r (50%), т. кип. 71(C/3 m0, m0, m0, m1, m20, m3, m3, m3, m3, m4, m6, m6, m7, m8, m9, m9

N-ՎԻՆԻԼԻՄԻԴԱԶՈԼԻ ՄԻՆԹԵԶԻ ՆՈՐ ՄԵԹՈԴ

Ս. Ֆ. ԽԱՉԱՏՐՑԱՆ, Հ. Ս. ԱԹԹԱՐՑԱՆ, Մ. Ս. ՄԱՑՈՑԱՆ և Գ. Վ. ՀԱՍՐԱԹՑԱՆ

Միջֆազ կատալիզի պայմաններում առաջարկված է առանց միջանկյալ նյութի առաջացման N-վինիլիմիդազոլի ստացման եղանակ՝ դիքլորէթանով իմիդազոլի ալկիլացման և հաջորդող դեհիդրոքլորացման միջոցով։ Դիքլորէթանի և հիմքի ավելցուկի պայմաններում ալկիլացման-դեհիդրոքլորացման արդյունքում ստացվում է վինիլիմիդազոլ, որի ելքը կազմում է ~50%: 2-Քլորէթիլիմիդազոլի միջանկյալ առաջացումը գրանցվել է ԳՀՔ-ի մեթոդով, այն թորման ժամանակ ենթարկվում է կվատերնիգացիայի։

NEW METHOD OF SYNTHESIS OF N-VINILIMIDAZOLE

S. F. KHACHATRYAN, O. C. ATTARYAN, M. S. MACOYAN, F. S. KINOYAN and G. V. ASRATYAN

Suggested is a method for obtaining N-vinilimidazole in conditions of interphase catalysis without intermediate material by alkylation of imidazol with diclorethane and proceeding by dihydroclorination. In excess conditions of diclorethane and alkali as a result of dehydrochlorination vinilimidazole is created, with 50% exit product. The intermediate initiation of 2-cloretylimidazol was recorded with GLS method, which during the evaporation is undergone the kvaternization.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Juergen D.H., Sigbary P., Volkmar W., Gerd R, Michael K, Andeas S., Заявка 3706515 ФРГ // РЖХим., 1988 (21C350).
- [2] Консулов В. // Химия и индустрия, 1987, т. 59, №9, с. 390.

- [3] Overberger C.G. Salomone J.c., Yaroslavsky S.J. //Amer.Chem Soc., 1967, v. 89, p. 6231.
- [4] Kunitake T., Okakatu Y. // Amer.Chem Soc., 1976, v. 98, p.7793.
- [5] Пат. 1208079, 2118960 (1998). РФ// РЖХим., 2000 (4С219).
- [6] Ласкорин Б.И., Жукова А.Г., Гришин О.Н., Скворцова Г.Г., Домнина Е.С., Островский С.А. // 1982, т. 55, ¹3, с. 535.
- [7] Пат ФРГ 1179210 (1986) // РЖХим., 1986 (23Н276П).
- [8] Яп. пат. 10822 (1962) // РЖХим., 1968 (6Н287П).
- [9] Пат. ФРГ 1179210 (1962)// РЖХим., 1963 (14Ж218).
- [10] Шостаковский М.Ф., Сквазцова Г.Г., Глазкова Н.П., Домнина Е.С. // ХГС, 1969, №6, с.1070.
- [11] Иванов В.А., Калмыков В.В., Лопух И.Б., Харетогов Г.В.// Изв. вузов, хим. технология. 1975, №5, с. 846.
- [12] Шельцин В.В., Флид Р.М., Ваисмен И.Л., Шапировсая Т.П. А.с. 268431 СССР // Б.И. 1970, №14.
- [13] Aldrich 2003-2004, c. 1915.

Институт органической химии
НАН Республики Армения, Ереван
Ереванския государственный
медицинский институт им. М. Герации
Армянский институт прикладной химии
"Ариак", Ереван

С. Ф. ХАЧАТРЯН НЯЧАТТА . О. О. М. И. С. МАЦОЯН Ф. С. КИНОЯН Г. В. АСРАТЯН

Поступило 25 I 2005