

УДК 547.772.1+66.095.115

Е.В. Неупокоева

студент магистратуры

1 курс, Факультет химических технологий

Сибирский государственный университет науки и технологий имени

академика М.Ф. Решетнёва

Россия, г. Красноярск

В.В. Ефимов

Аспирант

4 курс, Факультет химических технологий

Сибирский государственный университет науки и технологий имени

академика М.Ф. Решетнёва

Россия, г. Красноярск

П.С. Бобров

студент магистратуры

2 курс, Факультет химических технологий

Сибирский государственный университет науки и технологий имени

академика М.Ф. Решетнёва

Россия, г. Красноярск

А.В. Андреева

студент магистратуры

1 курс, Факультет химических технологий

Сибирский государственный университет науки и технологий имени

академика М.Ф. Решетнёва

Россия, г. Красноярск

А.В. Любяшкин

*кандидат химических наук
доцент кафедры «Органическая химия и технология органических
веществ»
Сибирский государственный университет науки и технологий имени
академика М.Ф. Решетнёва
Россия, г. Красноярск*

**СИНТЕЗ И ПОДТВЕРЖДЕНИЕ СТРОЕНИЯ 1-ИЗОПРОПИЛ-5(3)-
МЕТОКСИМЕТИЛ-3(5)-(НАФТАЛИН-1-ИЛ)-4-НИТРОЗО-1Н-
ПИРАЗОЛА**

Аннотация :В данной научной работе описано получение N-изопропил-3-метоксиметил-5-(1-нафтил)-4-нитрозо-1H-пиразола путем циклоконденсации 4-метокси-1-(нафталин-1-ил)-1,2,3-бутантрион-2-оксима с изопропилгидразином. Строение полученного соединения доказано с помощью ЯМР¹H, ИК, УФ-спектроскопии.

Ключевые слова: Нитрозопиразол, изопропилгидразин, циклоконденсация , доказательство строения, тонкослойная хроматография

*E.V. Neupokoeva
Master student
1st year of study, Faculty of Chemical Technology
Reshetnev Siberian State University of Science and Technology
Russian Federation, Krasnoyarsk*

P.S. Bobrov

Master student
2nd year of study, Faculty of Chemical Technology
Reshetnev Siberian State University of Science and Technology
Russian Federation, Krasnoyarsk

A.V. Andreeva
Master student
1st year of study, Faculty of Chemical Technology
Reshetnev Siberian State University of Science and Technology
Russian Federation, Krasnoyarsk

V.V. Efimov
Graduate student
4th year, Faculty of Chemical Technology
Reshetnev Siberian State University of Science and Technology
Russian Federation, Krasnoyarsk

A.V. Lyubyashkin
Candidate of Chemical Sciences
Associate Professor, Department of Organic Chemistry and Technology of
Organic Substances
Reshetnev Siberian State University of Science and Technology
Russian Federation, Krasnoyarsk

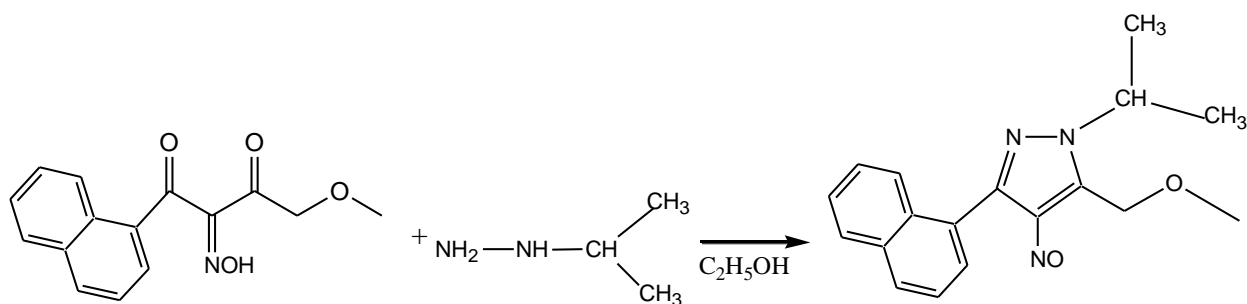
**SYNTHESIS AND CONFIRMATION OF STRUCTURE 1-IZOPROPIL-
5(3)-METHOXYMETHYL-3(5)-(NAFTHALIN-1-IL)-4-NITROSO-1H-
PYRASOL**

Annotation: This paper describes the preparation of N-isopropyl-3-methoxymethyl-5-(1-naphthyl)-4-nitroso-1H-pyrazole by cyclocondensation of 4-methoxy-1-(naphthalen-1-yl)-1,2,3-butantrion-2-oxime with isopropyl hydrazine. The structure of the obtained compound was proved by NMR ¹H, IR, and UV spectroscopy.

Keywords: Nitrozopyrazole, isopropyl hydrazine, cyclocondensation, structure proof, thin layer chromatography

Современное развитие синтетической химии пиразолов объясняется широким спектром новых видов биологической активности этих соединений [1,2]. Эти вещества проявляют антивирусные свойства, а также высокую противотуберкулезную активность [3]. За последнее время количество публикаций, касающихся различных аспектов химии и использования пиразолов, удвоилось и продолжает увеличиваться, так как данная тема становится всё более и более актуальной. На кафедре ОХТ синтезируются вещества содержащие в своём составе пиразольный цикл, способом циклоконденсации изонитрозодикетонов с различными замещенными гидразинами [4,5]. Стоит отметить, что пиразольный цикл используется для создания различных люминофоров и компонентов красителей, энергоёмких материалов [6].

Схема 1



Строение доказано с помощью ЯМР¹H-спектроскопии

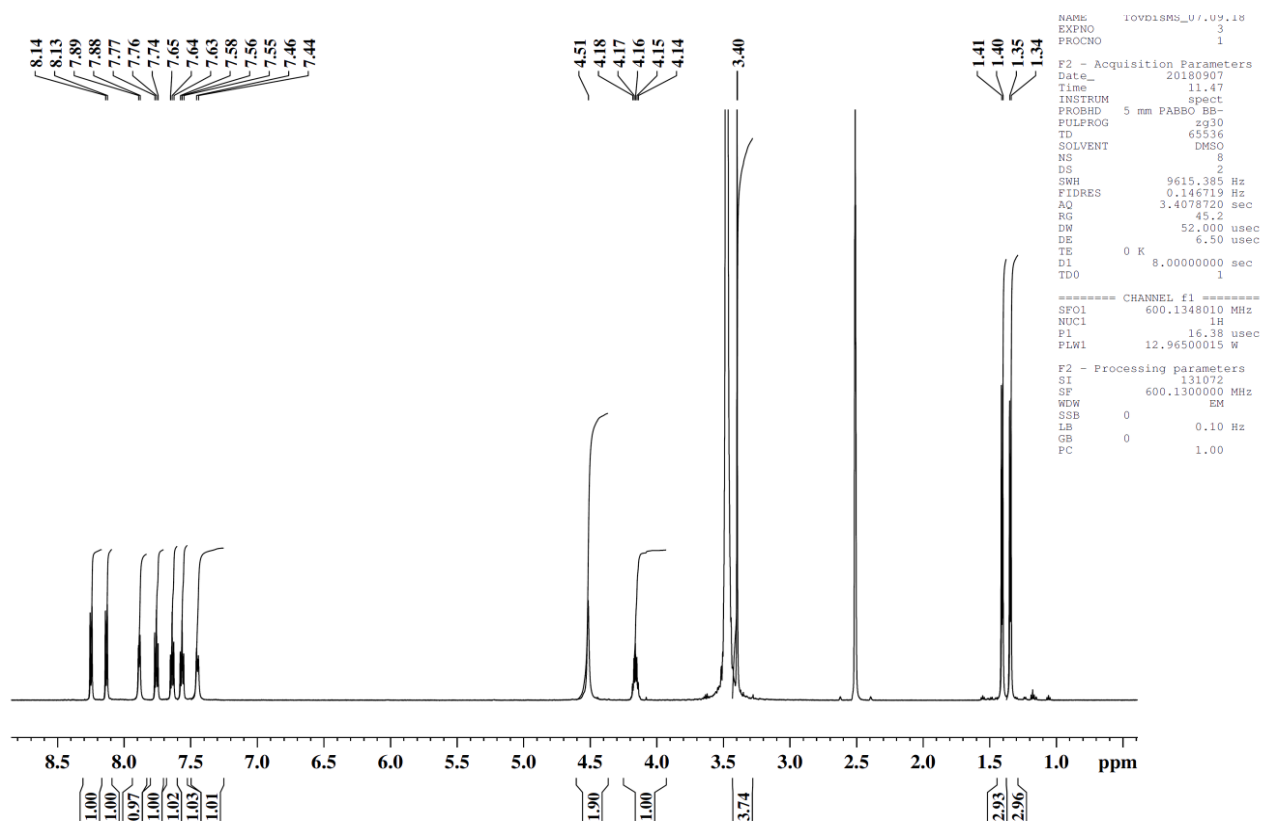


Рис. 1 – ЯМР¹H спектр 1-изопропил-3-метоксиметил-5-(1-нафтил)-4-нитрозо-1Н-пиразола.

На ЯМР¹H спектре 1-изопропил-3-метоксиметил-5-(1-нафтил)-4-нитрозо-1Н-пиразола (рис. 1) сигналы с хим.сдвигами $\delta = 1.34-1.35$ (дуплет) и $1.40-1.41$ (дуплет) соответствуют протонам метильных групп в составе изопропильного заместителя. Синглет в области 3.40 м.д. принадлежит метильной группе. Сигнал с химическим сдвигом от 4.14 до 4.18 м.д. (мультиплет) относится к протону метиновой группы при изопропильном заместителе. Сигнал в виде синглета в области 4.51 м.д. – сигнал атомов водородов метиленовой группы. Область от 7.44 м.д. до 8.14 м.д. содержит мультиплет характеризующий протоны 1-нафтильного заместителя.

Экспериментальная часть

1-изопропил-3-метоксиметил-5-(1-нафтил)-4-нитрозо-1H-пиразол

0,2 г (0,74 ммоль) 4-метокси-1-(нафталин-1-ил)-бутан-1,2,3-трион-2-оксима растворяли в 95 % этаноле (2 мл) при нагревании $t = 50$ °С. После растворения вводили 0,065 г (0,885 ммоль) изопропилгидразина. Синтез осуществлялся на холоду, спустя 2 часа перемешивания выпадал осадок голубого цвета. Контроль реакции осуществляли методом тонкослойной хроматографии. По завершению реакции, осадок отфильтровывали. После очистки на хроматографической колонке получили целевой продукт в виде кристаллов голубого цвета. Выход 0,176 г (77 %). ИК спектр, ν , см⁻¹: 798 (C₁₀H₇), 1113 (CH₂OCH₃), 1315 (CH(CH₃)₂). УФ-спектр: λ , нм (ϵ): 682 (58) [5].

Использованные источники:

1. Т. В. Шокол, В. А. Туров, В. В. Семенюченко, Н. В. Кривохижа, В. П. Хиля, ХГС,571 (2006). [Chem. Heterocycl. Compd., 42, 500 (2006).]
2. С. Л. Богза, В. И. Дуленко, С. Ю. Зинченко, К. И. Кобраков, И. В. Павлов, ХГС,1737 (2004). [Chem. Heterocycl. Compd., 40, 1506 (2004).]
3. Ю. М. Воловенко, Т. А. Воловненко, А. В. Стельмах, в кн. Тез. доп. XXI Україн. конф. з орган. хімії, Чернігів, 2007, с. 144.
4. Синтез N-алкилзамещенных нитрозопиразолов с 2-нафтильным заместителем. Химическая наука и образование Красноярья [Текст] / А.В. Любашкин, С.Л. Евтищенко, М.С. Товбис. Красноярск : КГПУ им. В. П. Астафьева, 2008. - С. 21-24.
5. Синтез 1-алкилзамещенных нитропиразолов с 1-нафтильным и метоксиметильным заместителями /В.В.Ефимов, Любашкин М.С. Товбис// Молодые ученые в решении актуальных проблем науки. Всероссийская научно-практическая конференция. Сборник статей студентов и молодых ученых. Красноярск, 2018.

6. Roy, S.; Roy, S.; Gribble, G. W. Top. Heterocycl. Chem. 2012