



(H)	
Li ³ ЛИТИЙ	Be ⁴ БЕРИЛЛИЙ
Na ¹¹ НАТРИЙ	Mg ¹² МАГНИЙ
K ¹⁹ КАЛИЙ	Ca ²⁰ КАЛЬЦИЙ
²⁹ Cu МЕДЬ	³⁰ Zn ЦИНК
Rb ³⁷ РУБИДИЙ	Sr ³⁸ СТРОНЦИЙ
⁴⁷ Ag СЕРЕБРО	⁴⁸ Cd КАДМИЙ
Cs ⁵⁵ ЦЕЗИЙ	Ba ⁵⁶ БАРИЙ
⁷⁹ Au ЗОЛОТО	⁸⁰ Hg РТУТЬ
Fr ⁸⁷ ФРАНЦИЙ	Ra ⁸⁸ РАДИЙ

ТОМ 53

ВЫП. 4

ISSN 0579-2991

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ

СЕРИЯ

ХИМИЯ И ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Иваново 2010

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ
ИЗДАНИЕ ИВАНОВСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

**ХИМИЯ
И
ХИМИЧЕСКАЯ
ТЕХНОЛОГИЯ**

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
Основан в январе 1958 года. Выходит 12 раз в год.

**Том 53
Вып. 4**

Иваново 2010

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Главный редактор О.И. Койфман (*д.х.н., профессор, член-корр. РАН*)

Зам. гл. редактора В.Н. Пророков (*к.х.н.*)

Зам. гл. редактора В.В. Рыбкин (*д.х.н., профессор*)

Зам. гл. редактора А.П. Самарский (*к.х.н.*)

Зав. редакцией А.С. Манукян (*к.т.н.*)

В.К. Абросимов (*д.х.н., проф.*), М.И. Базанов (*д.х.н., проф.*), Б.Д. Березин (*д.х.н., проф.*),
В.Н. Блиничев (*д.т.н., проф.*), С.П. Бобков (*д.т.н., проф.*), В.А. Бурмистров (*д.х.н., проф.*),
Г.В. Гиричев (*д.х.н., проф.*), О.А. Голубчиков (*д.х.н., проф.*), М.В. Ключев (*д.х.н., проф.*),
А.М. Колкер (*д.х.н., проф.*), А.Н. Лабукин (*д.т.н., проф.*), Т.Н. Ломова (*д.х.н., проф.*),
Л.Н. Мизеровский (*д.х.н., проф.*), В.Е. Мизонов (*д.т.н., проф.*), В.И. Светцов (*д.х.н., проф.*),
Ф.Ю. Телегин (*д.х.н., проф.*), М.В. Улитин (*д.х.н., проф.*), В.А. Шарнин (*д.х.н., проф.*)

РЕДАКЦИОННЫЙ СОВЕТ

проф. Дудырев А.С. (г. Санкт-Петербург)

проф. Дьяконов С.Г. (г. Казань)

акад. РАН Егоров М.П. (г. Москва)

акад. РАН Еременко И.Л. (г. Москва)

проф. Захаров А.Г. (г. Иваново)

акад. РАН Монаков Ю.Б. (г. Уфа)

член-корр. РАН Новаков И.А. (г. Волгоград)

акад. РАН Новоторцев В.М. (г. Москва)

член-корр. РАН Овчаренко В.И. (г. Новосибирск)

акад. РАН Саркисов П.Д. (г. Москва)

акад. РАН Синяшин О.Г. (г. Казань)

проф. Тимофеев В.С. (г. Москва)

член-корр. РААСН Федосов С.В. (г. Иваново)

Издание Ивановского государственного химико-технологического университета, 2010

Адрес редакции: 153000, г. Иваново, пр. Фридриха Энгельса, 7, тел. 8(4932)32-73-07, E-mail: ivkkt@isuct.ru,
<http://CTJ.isuct.ru>

Редакторы: М.В. Виноградова, Н.Ю. Спиридонова

Англ. перевод: В.В. Рыбкин

Компьютерная верстка: А.С. Манукян

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору за соблюдением законодательства
в сфере массовых коммуникаций и охране культурного наследия
Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-24169 от 20 апреля 2006 г.

Журнал включен в «Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, выпускаемых в Российской Федерации, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени доктора и кандидата наук»

Журнал издается при содействии Академии инженерных наук им. А.М. Прохорова

Подписано в печать 16.03.2010. Формат бумаги 60x84 ¹/₈.

Печать офсетная. Усл. печ. л. 12,6. Усл. кр.-отт. 18,34. Учетно-изд. л. 15,12. Тираж 450 экз. Заказ 414.

Отпечатано с диапозитивов в ОАО «Ивановская областная типография». 153008, г. Иваново, ул. Типографская, 6.

Подписка: ОАО Агентство «РОСПЕЧАТЬ» (подписной индекс 70381),
ООО «Научная электронная библиотека» (www.e-library.ru).

©Изв. вузов. Химия и химическая технология, 2010

УДК 547.564.2 + 544.4

А.В. Любашкин, В.Е. Задов, В.А. Соколенко¹, М.С. Товбис

СИНТЕЗ АЛКИЛЗАМЕЩЕННЫХ АМИНОПИРАЗОЛОВ С 2-НАФТИЛЬНЫМ ЗАМЕСТИТЕЛЕМ

(Сибирский государственный технологический университет,

¹Институт химии и химической технологии СО РАН)

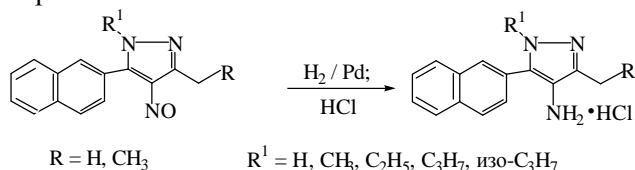
E-mail: tovbis@bk.ru

Проведена реакция каталитического гидрирования нафтилзамещенных нитрозо-пиразолов, синтезирован ряд новых 1,3-диалкил-4-амино-5-(2-нафтил)пиразолов, приведены данные УФ, ЯМР ¹H спектров, элементного анализа и другие характеристики полученных веществ.

Ключевые слова: гидрирование, нафтилзамещенные нитрозопиразолы, УФ, ЯМР, элементный анализ

Недавно нами был впервые получен нитрозопиразол с β-нафтильным заместителем в пиразольном кольце [1] и ряд N-алкилированных нафтилнитрозопиразолов [2]. Представляет значительный интерес получение соответствующих новых аминопиразолов, т.к. аминогруппа позволяет модифицировать соединения через диазотирование с последующим замещением на различные функциональные группы [3].

Поэтому целью настоящей работы стало исследование реакции каталитического гидрирования алкилированных нафтилнитрозопиразолов, установление порядка реакции по субстрату и получение новых 1,3-диалкил-5-(2-нафтил)-4-аминопиразолов:



ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Все алкилгидразины и большинство 1-алкил-3-метил-4-нитрозо-5-(2-нафтил)пиразолов, исходных для гидрирования (I-V), 1-(2-нафтил)-бутан-1,3-дион и 1-(2-нафтил)бутан-1,2,3-трион-2-оксим получали по методикам [2]. Остальные соединения получены впервые.

1-(2-Нафтил)пентан-1,3-дион. В 100 мл абсолютного эфира растворяли 19.2 г (0.112 моль) β-ацетонафтона и 41.6 г (0.409 моль). Добавляли 3.36 г металлического натрия и выдерживали при кипении 60 мин. Выпавшую соль отфильтровывали и промывали абсолютным эфиром, растворяли

в воде и подкисляли уксусной кислотой. Осадок белого цвета отфильтровывали и кристаллизовали из воды. Выход 1-(2-нафтил)пентан-1,3-диона 16 г (64%), $T_{\text{пл}}$ 72°C.

1-(2-Нафтил)пентан-1,2,3-трион-2-оксим.

К раствору 1 г (4.4 ммоль) 1-(2-нафтил)пентан-1,3-диона (I) в 10 мл ледяной уксусной кислоты при охлаждении и перемешивании добавляли 0.345 г (5 ммоль) сухого нитрита натрия, не допуская разогревания смеси выше 15°C. После добавления нитрита натрия реакционную массу перемешивали 3 ч при 25°C. Смесь загустевала и приобретала светло-кремовый цвет, после чего ее выливали в 100 мл ледяной воды. Выпавший осадок отфильтровывали, перекристаллизовывали из воды. Выход 1-(2-нафтил)пентан-1,2,3-трион-2-оксима 0.7 г (62%), $T_{\text{пл}}$ 121-122°C. Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-d₆), δ, м.д.: 1.2 т (CH₃), 3.1 к (CH₂), 7.6-8.4 м (нафтил).

3-Этил-4-нитрозо-5-(2-нафтил) пиразол.

К раствору 1 г (3.9 ммоль) 1-(2-нафтил)пентан-1,2,3-трион-2-оксима 15 мл ледяной уксусной кислоты добавляли 0.33 г (6,6 ммоль) гидразингидрата. Реакционную массу перемешивали 40 мин при 25°C. Выпадал осадок зеленого цвета. Выпавший осадок отфильтровывали, промывали водой, перекристаллизовывали из водного спирта. Выход 0.79 г (80%), зеленые иглы, т.пл. 146°C. Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-d₆), δ, м.д.: 1.1 т (CH₃), 3.0 к (CH₂), 2.5 с (NH), 7.6-8.2 м (нафтил).

1,3-Диэтил-4-нитрозо-5-(2-нафтил)пиразол. К раствору 0.6 г (2.6 ммоль) 1-(2-нафтил)пентан-1,2,3-трион-2-оксима в водно-щелочном растворе (0.8 г КОН в 40 мл воды) добавили 0.19 г