

(III)

przemiany tego związku dały spodziewany związek (III). (III) kondensowano z aminami (a,b,d) otrzymując odpowiednie pochodne (IIIa,b,d).

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

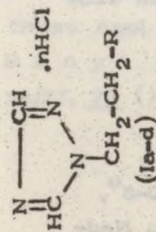
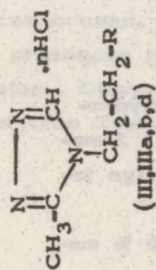
Otrzymywanie (Ia-c)

Przepis ogólny: 0,05M(I) oraz 0,15M(a-c) ogrzewano w ciągu 3 h do wrzenia. Oziębiono, rozpuszczono w 5 ml wody i wyekstrahowano chloroformem. Wyciąg chloroformowy osuszono bezw. węglanem potasu, po czym oddestylowano rozpuszczalnik. Pozostałość zadano niewielką ilością abs. etanolu wysyconego gazowym HCl. Pozostawiono kilka minut, wypadły osad dwuchlorowodoru zadano eterem i odsączono. Krystalizowano z abs. etanolu.

Otrzymywanie (Id)

1,68g(0,01M) (I), 0,68g(0,01M)(d) oraz 3,18g węgla sodu w 25 ml abs. etanolu ogrzewano do wrzenia w ciągu 20 h. Odsączono

Tabela



Lp.	Nr związku	R-	Wzór sumaryczny	Temp. top.	Wyd. w %	Analiza					
						Obliczono			Otrzymano		
						% C	% H	% N	% C	% H	% N
1	Ia		C ₉ H ₁₈ N ₄ Cl ₂ (253,181)	197-198°	79	42,69	7,16	22,13	42,46	7,10	22,24
2	Ib		C ₈ N ₁₆ N ₄ Cl ₂ O (255,154)	182-184°	95	37,65	6,32	21,96	37,40	6,44	22,16
3	Ic		C ₈ H ₁₆ N ₄ Cl ₂ (239,154)	153-155°	37	40,17	6,74	23,45	39,75	6,85	23,05
4	Id		C ₆ H ₈ N ₆ (164,172)	163-164°	71	43,88	4,91	51,19	43,95	4,75	51,40
5	III	Cl-	C ₅ H ₉ N ₃ Cl ₂ (182,06)	134-155°	77	32,97	4,98	23,03	32,84	4,92	22,76
6	IIIa		C ₉ H ₁₈ N ₄ Cl ₂ O (269,180)	213-215°	88	40,15	6,74	20,81	39,88	6,71	20,60
7	IIIb		C ₁₀ H ₂₀ N ₄ Cl ₂ (267,206)	217-218°	73	44,95	7,54	20,97	45,07	7,24	20,73
8	IIIc		C ₇ H ₁₂ N ₆ Cl ₂ (251,128)	121-122°	70	47,18	5,65	47,17	47,72	5,77	47,36

no osad, przemyto dwukrotnie 10 ml bezw. etanolu. Połączony przesącz oddestylowano do sucha. Pozostałość krystalizowano z abs. etanolu. Otrzymano 1,2g (71,4 %). Temperatura topnienia 163-164°.

Otrzymywanie chlorowodoru 3-metylo-4- β -
hydroksymetylo-1,2,4-triazolu (II)

1 g wodoru litowoglinowego zawieszono w 25 ml tetrahydrofuranu, do tego wkroplono podczas mieszania 1,68 g (0,01M) 3-metylo-4-metylenokarboetoksy-1,2,4-triazolu rozp. w 25 ml wrzącego tetrahydrofuranu. Całość ogrzewano do wrzenia 4 h, po czym oziębiono i wkroplono podczas dalszego chłodzenia 10 ml 50 % metanolu. Powstały osad odsączono. Ekstrahowano go dwukrotnie po 25 ml metanolu a następnie dwa razy po 10 ml wody. Połączone ekstrakty łącznie z tetrahydrofuranem oddestylowano w próżni do sucha. Pozostałość rozpuszczono w 20 ml abs. etanolu, a następnie roztwór etanolowy wysyceno gazowym chlorowodorem. Dodano eteru, wypadły osad odsączono. Oczyszczano przez rozp. w etanolu i strącanie eterem. Otrzymano 1,2g (70,5 %). Temperatura topnienia 123-125°.

Otrzymywanie chlorowodoru 3-metylo-4- β -
chloroetylo-1,2,4-triazolu (III)

0,8 g (0,05M) (II) w 10 ml chloroformu oziębiono do 0-5°, po czym dodano 1,1g chlorku tionylu. Całość ogrzewano 6 h. Nadmiar chlorku tionylu wraz z rozpuszczalnikiem oddestylowano. Pozostałość zadano eterem, wypadły osad odsączono. Krystalizowano z abs. etanolu i strącano eterem. Otrzymano 0,8g (77,7 %). Temperatura topnienia 134-135°.

Otrzymywanie (IIIa-b)

Przepis ogólny: 0,05M (III) oraz 0,15M) (a,b) ogrzewano do wrzenia 1 h. Oziębiono, osad rozp. w wodzie, a następnie ekstrahowano chloroformem. Ekstrakty chloroformowe osuszono bezw. węglanem potasu, po czym rozpuszczalnik oddestylowano. Pozostałość zadano niewielką ilością abs. etanolu wysyconego gaz. HCl. Krystalizowano z abs. etanolu.

Otrzymywanie (IIIc)

1,82g (0,1M) chlorowodoru 3-metylo-4- β -chloroetylo-1,2,4-triazolu oraz 0,69 g (0,1M) 1,2,4-triazolu, 3,18 g węgla sodu ogrzewano w 25 ml abs. etanolu do wrzenia w ciągu 12 h. Odśączone osad, przemyto go dwukrotnie bezwodnym etanolem. Połączone przesącze oddestylowano do sucha. Pozostałość krystalizowano z acetonu. Otrzymano 1,4 g (70,3 %). Temperatura topnienia 121-122°. Pikrynian Temperatura topnienia 152-153°.

PIŚMIENNICTWO

1. A i n s w o r t h C., J o n e s R. G.: J. Am. Chem. Soc. 77, 621 (1955).
2. G r u n d m a n n Ch., R ä t z R.: J. Org. Chem. 24, 1037 (1955).
3. L o n z a LTD.: 1,389,363 (Cl. C07d, C08f) Jan 22 (1955) Swiss Appl 17(1963) 13pp.
4. B a n y T., D o b o s z M.: Ann. UMCS Sec. AA 26/27, 23 (1971-1972).

SUMMARY

Synthesis of N_1 -(β -chloroethylo)-1,2,4-triazole and 3-methyl- N_4 -(β -chloroethylo)-1,2,4-triazole was carried out. The obtained compounds were condensed with amines: piperidine, morpholine, pyrrolidine and 1,2,4-triazole.

РЕЗЮМЕ

Проведено синтез N_1/β -хлороэтило/-1,2,4-триазола и 3-метило- N_4/β -хлороэтило/-1,2,4-триазола. Полученные соединения сконденсировано с аминами: пиперидином, морфолином, пирролидином и 1,2,4-триазолом.

