

Хемиски институт, Природноматематички факултет, Скопје

СИНТЕЗА НА 5-( $\gamma$ -ПИРИДИНОИЛ)-4R-1,2,4-ТРИАЗОЛОН-3  
 Јовевска Л., Присаѓанец-Алексиќ В., Николовска М.

### ИЗВАДОК

Јовевска Л., Присаѓанец-Алексиќ В., Николовска М. (1988):  
 Синтеза на 5-( $\gamma$ -пиридиноил)-4R-1,2,4-триазолон-3  
 Год. зб. Фарм. фак. Скопје

$\gamma$ -тиопиридиноил-R-анилините со хидразинхидрат во алкохолна средина даваат соодветни амидразони. Во спектарот на амидразоните се јавуваат валентни вибрации на подрачјето од 3220  $\text{cm}^{-1}$  и 3320  $\text{cm}^{-1}$ , кои припаѓаат на  $\text{NH}_2$  и NH групите.

Со кондензација на амидразоните со етилестер на хлормравска киселина се добиваат соодветни 5-( $\gamma$ -пиридиноил)-4R-1,2,4-триазолон-3, кој е идентифициран со микроанализа и IR спектар. Циклизираниот  $\text{C}=\text{O}$  група дава вибрација на подрачјето од 1769  $\text{cm}^{-1}$ .

### ABSTRACT

Jovevska L., Prisaganec-Aleksich V., Nikolovska M. (1988) A synthesis of 5- $\gamma$ -pyridinoyl/-4R-1,2,4-triazolon-3. God. zb. Farm. fak. Skopje Institut of Chemistry, Faculty of Science, Skopje

By treatment of  $\gamma$ -thiopyridinoyl-R-aniline with hydrazine hydrate in medium of Ethanol was obtained amidrazone.

In the infrared spectrum of amidrazone the characteristic bands were found at 3220  $\text{cm}^{-1}$  and 3320  $\text{cm}^{-1}$  which belong to the  $\text{NH}_2$  and NH stretching vibration.

The condensation of amidrazone with ethylester of chloroformique acide has given 5- $\gamma$ -pyridinoyl/-4R-1,2,4-triazolon-3.

The characteristic bands of triazolone were at 1760  $\text{cm}^{-1}$ .

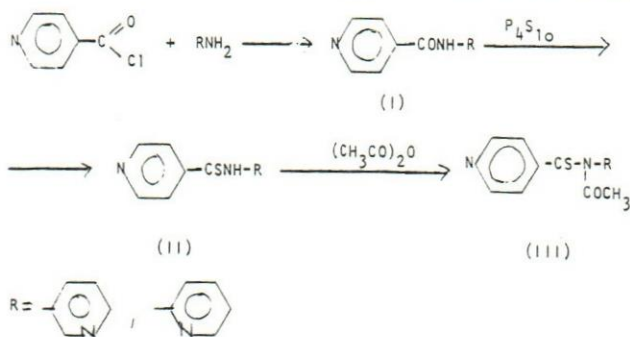
Во оваа работа се обидовме да ја испитаеме реакцијата на хидразинхидратот (1—6) со некои  $\gamma$ -тиопиридиноил-анилини (7).

$\gamma$ -тиопиридиноил-R-анилините со хидразин хидрат се преведени во соодветни амидразони (табела 1), кои лесно се растворуваат во киселини, а не се растворуваат во бази. Под дејство на етилестер на хлормравска киселина од амидразоните се добиваат соодветни 5,4-

дисупституирани- 1, 2, 4-триазлон-3 (табела 2), кои имаат високи точки на топење (над 260°C) и се растворливи во бази. Растворливоста во бази е во согласност со кето-енолната таутоме-рија.

Структурата на соединенијата е потврдена со микроанализа и инфрацрвени спектри. Во спектарот на амидразоните се јавуваат ленти на подрачјето од 3220 см<sup>-1</sup>, што припаѓа на валентната вибрација на NH<sub>2</sub> групата и на 3320 см<sup>-1</sup>, која припаѓа на валентната NH вибрација. Лентата, која се јавува во спектрите на триазолоните на подрачјето од околу 1760 см<sup>-1</sup>, зборува за присуството на циклична C = O група (8—12).

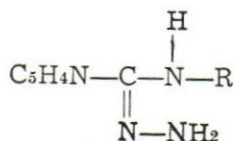
Текот на реакцијата може да се прикаже со следнава шема:



Експериментален дел  
(точките на топење (т. т.) не се корегирани)

### Синтеза на амидразони (табела 1)

ТАБЕЛА 1



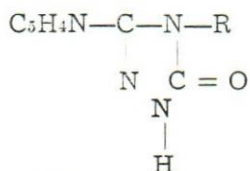
br.	R	t. t.	формула	анализа		
				C	H	N%
1.	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -CH <sub>3</sub>	172-173	C <sub>13</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub>	69,08	6,24	24,79
				69,15	6,19	24,71
2.	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -OCH <sub>3</sub>	169-170	C <sub>13</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O	64,52	5,83	23,15
				64,61	5,75	23,28
3.	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -Cl	202-203	C <sub>12</sub> H <sub>11</sub> N <sub>4</sub> Cl	58,59	4,51	22,78
				58,48	4,43	22,85
4.	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -Br	191-192	C <sub>12</sub> H <sub>11</sub> N <sub>4</sub> Br	49,53	3,81	19,26
				49,60	3,77	19,30

5. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -J	187-188	C <sub>12</sub> H <sub>11</sub> N <sub>4</sub> J	42,62 42,70	3,28 3,35	16,58 16,65
-------------------------------------	---------	--	----------------	--------------	----------------

Кон алкоколен раствор што содржи 0,001 мола од -тиопи-видиноил-R- анилин се додаваат 2г (0,04 мола) хидразинхидрат. Реакционата смеса се затоплува 4—5 минути, а сулфурводородот, кој се ослободува при оваа реакција, се следи со оловоацетатна хартија. Со стоење на ладно (мраз) од растворот се таложат светложолто обоени кристали од соодветни амидразони.

### Синтеза на триазолони (табела 2)

ТАБЕЛА 2



br.	R	t. t.	формула	анализа		
				C	H	N%
6. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -CH <sub>3</sub>	> 260		C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub> O	66,72	4,80	22,23
				66,80	4,88	22,14
7. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -OCH <sub>3</sub>	> 260		C <sub>14</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	62,74	4,51	20,01
				62,79	4,58	20,12
8. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -Cl	> 260		C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> N <sub>4</sub> OCl	57,35	3,45	20,68
				57,40	3,33	20,60
9. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -Br	> 260		C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> N <sub>4</sub> OBr	49,25	2,86	17,68
				49,17	2,79	17,54
10. C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -J	> 260		C <sub>13</sub> H <sub>9</sub> N <sub>4</sub> OJ	42,89	2,50	15,39
				42,95	2,58	15,48

Во 0,02 мола од амидразон суспендиран во 10 см<sup>3</sup> сув етер се додаваат 2 см<sup>3</sup> од етилестер на хлормравска киселина. Реакционата смеса се остава да стои 2 саати на собна температура а потоа се филтрира, за да се оддели неизреагираниот амидразон. Филтратот се алкализира со 10% натриумхидроксид и се затоплува на температура од околу 200° C. При тие услови амидразоните циклизираат во соодветни триазолни.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Sicheva T. P. and collaborateurs, Zh. Obsch. Kim. 32, 3669 (1962)  
CA 58, 12528 (1962)
2. A. Spasov and E. Golovinsky, Zh. Obsch. Khim. 32, 3394 (1962),  
CA 1124 (1963)
3. A. Spasov, E. Golovinsky and G. Russev, Ber. 96, 2996 (1963)
4. A. Spasov, E. Golovinsky and G. Dimitrov, Ber. 98, 932 (1965)

5. A. Spasov, E. Golovinsky and G. Russev, Ber. 99, 3728 (1966)
6. М. Јанчевска, Б. Богданов, Год. зб. на ПМФ, 26—25, 215 (1975/76)
7. В. Алексиќ, М. Николовска, Прилози на МАНУ, X2, 37 (1978)
8. Flett, Spectro. Acta 18, 1537 (1962)
9. Nyquist, Spectro. Acta 19, 509 (1963)
10. W. J. Van Der Burg, Rec. trav. Chim. 74, 257 (1955)
11. D. G. Neilson and collaborateurs, Chim. Reviews, 70, 1511 (1970)
12. K. A. Jensen and P. H. Nielson, Acta Chem. Scand. 20, 597 (1966)