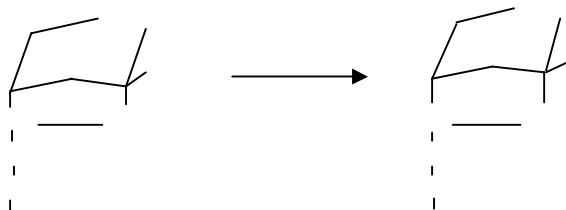
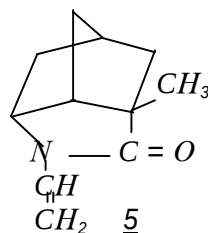
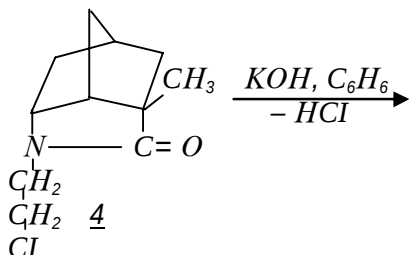

$$\begin{array}{l} N \\ CH_2 \end{array} \quad C = O$$
$$\begin{array}{cc} N & C = O \\ | & \\ CH_2 & \end{array}$$



β - xloretil - laktama (4) benzol mühitində KOH əsası ilə təsir etdikdə dehidroxlorlaşma

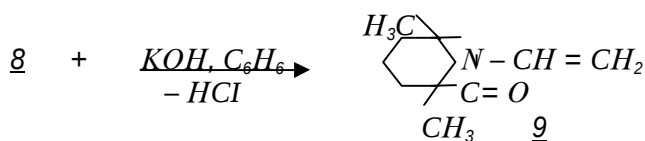
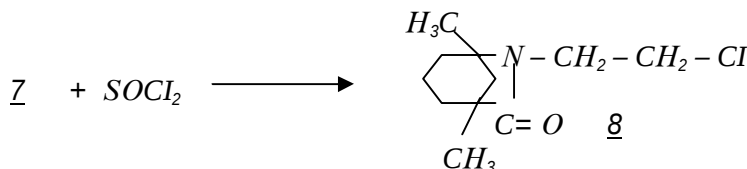
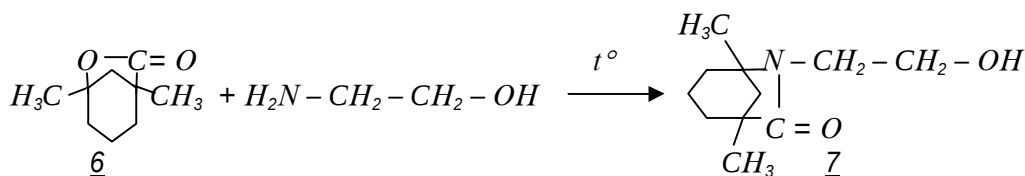
prosesi gedir və nəticədə N - vinil laktam birləşməsi (5) alınır.



Bu üsulla sintez edilmiş birləşmələrin (3-5) fiziki - kimyəvi xassələri və İQ spektrləri, alternativ üsulla - tritsiklik γ -laktan əsasında alınan birləşmələrlə [11] eynidir.

tsikloheksenkarbon turşularının müvafiq γ - (6) və δ -laktanın (7) etanolaminlə reaksiyası əsasında alkiləvəzli β - oksietil - laktam birləşmələri alınmışdır.

N - vinil laktam birləşmələri [11] üsulu ilə 3 - oksi -1,3 -dimetil- və 4 -oksi-1,4-dimetil-

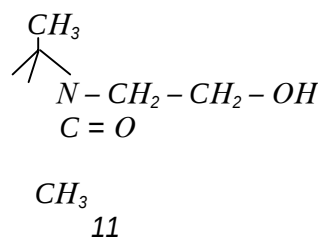
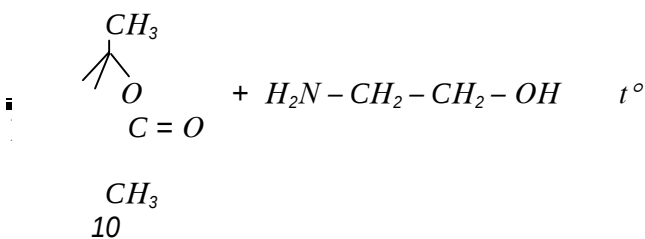


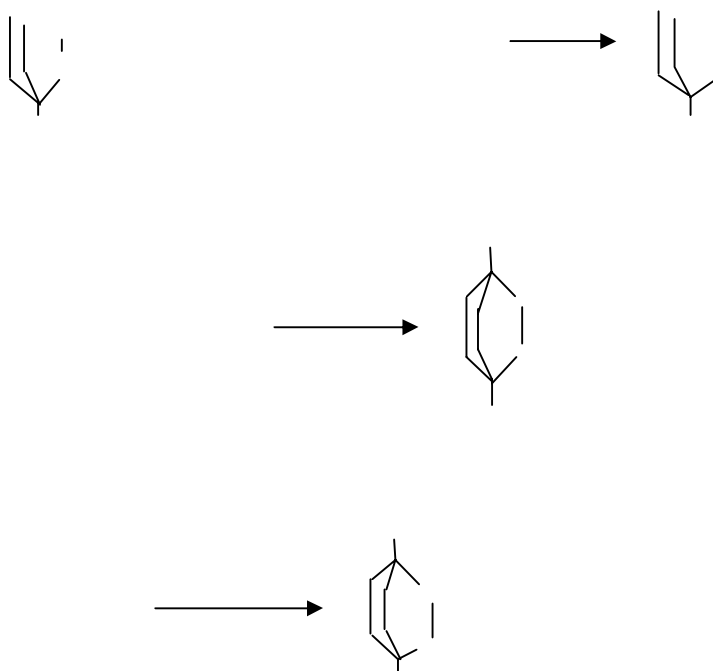
Reaksiya sxemindən göründüyü kimi, laktam birləşməsinə (7) tionilxloridlə təsir etdikdə, β -xloretilaktam (8) və benzol mühitində maddəyə (8) kalium əsası ilə təsir etdikdə N -vinil birləşməsi (9) alınır.

spektrlərində (ν , sm^{-1}) 1765, 1760, (γ -laktam həlqəsini), 750, 730 ($S - Cl$), 1650 ($C=C$) xarakterik udma zolaqları onların quruluşunu təsdiq edir.

Sintez edilmiş birləşmələrin quruluşu kimyəvi çevrilmələr və İQ spektroskopiyaya ilə təsdiq edilmişdir. Maddənin (7) İQ spektrində (ν , sm^{-1}) 1760 sm^{-1} udma zolağı γ -laktam həlqəsi üçün xarakterikdir. 3650 ($C - OH$). N -(β -xloretil) laktam (8) və N -vinil laktamın (9) İO

Analoji olaraq δ -laktanın (10) etanolaminlə qarşılıqlı təsirindən aşağıdakı reaksiya üzrə N - (β -oksietil) - (11), N - (β -xloretil) - (12) və N - vinil - δ - laktam (13) birləşmələri sintez edilmişdir.





Sintez edilmiş maddələrin (11 - 13) tərkibi və quruluşu, onların fiziki-kimyəvi sabitlərini təyin etməklə, kimyəvi çevrilmələrlə və İQ spektroskopiyaya ilə təsdiq edilmişdir.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

İQ spektr nazik təbəqədə yaxud vazelin yağında suspenziya halında SPEKORD M-80 spektrometrində çəkilmişdir.

(Ekzo-6-xlor-bitsiklo[2.2.1] -heptil) -2-ekzo-metil-2-endo-β-oksietil amid (2). 0.1 mol (20.7 q) Ekzo-6-xlor-bitsiklo[2.2.1] -heptan-ekzo-2-metil-endo-2-karbon turşusunun xloranhidridinin (1) 50 ml benzola məhlulunu qarışdırmaqla 10÷15°C temperaturda üzərinə 0.1 mol (6.1 q) etanolamin damla-damla əlavə edilir. Reaksiya kütləsinin temperaturu 35°C qədər artır. Reaksiya kütləsi 35-40°C temperaturda qarışdırmaqla 30 dəq. qızdırılır. Soyudulur və 3%-li Na_2CO_3 məhlulu, sonra su ilə yuyulur. Həllədiçi buxarlandırılır, alınan kristall maddə n.heksanla yuyulur. Benzol: n.heksan qarışığında yenidən kristallaşdırılır. 20.48 q (88.5%) amid (2) alınır. Ər.temp. 68-69°C. İQ spektr (ν , sm^{-1}): 3658 ($C - OH$), 3440 ($-CO - NH$), 760, 720 ($C - Cl$).

N-(β-oksietil) - γ -laktam (3). 11.58 q (0.05 mol) amid (2) HCl qazı tam ayrılana qədər Vürs kolbasında qızdırılır. Sonra qalıq vakuumda qovulur. 7.66 q (78.6 %) çıxımla n.j.st.,

n_D^{20} 1.5012. İQ spektrində (ν , sm^{-1}), 1755 γ-laktam və 3350 udma zolağı (ν_{OH}) üçün xarakterikdir. Bu üsulla alınan laktamın (3) fiziki sabitləri və İQ spektri ədəbiyyat [11] göstəriciləri ilə eynidir.

N - (β-oksietil) -γ-laktam (3) birləşməsindən alınan **N-(β-xloretil) -γ-laktam (4)** və axırının dehidroxlorlaşmasından alınan **N-vinil-γ-laktam (5)** birləşmələrinin fiziki-kimyəvi sabitləri və İQ spektrlərinin məlumatları ədəbiyyat [11] göstəriciləri ilə eyni olmuşdur.

N- (β-oksietil) - γ -laktam (7). 0.1 mol (15.40 q) γ -lakton (6) və 0.1 mol etanolamin qarışığı qarışdırmaqla əks soyuducusu olan kolbada 160-170°C temperaturda 4-5 saat qızdırılır. Sonra vakuumda qovulur. 14.8 q (75%) γ -laktam (7) alınır. $T_{qayn.}$ 182-185°S/10 mm.c.st., n_D^{20} 1.5045, d_4^{20} 1.029, MR_D 54.94, nəz. MR_D = 55.11.

N-(β-xloretil) - γ -laktam (8). 19.7 q **N-(β-oksietil) -γ-laktamın (7)** 40 ml susuz benzolda məhluluna qarışdırmaqla, 11.9 q tionilxlorid damla-damla əlavə edilir. Sonra reaksiya kütləsi 35-40°C temperaturda 45-50 dəq. müddətində qarışdırmaqla qızdırılır. SO_2 qazının ayrılması tam qurtardıqdan sonra soyudulur, 3%-li Na_2CO_3 məhlulu və su ilə neytral mühit olana qədər y. **KİMYA PROBLEMLƏRİ № 1 2007** ekstrakt üzvi hissə ilə qarışdırılır və $MgSO_4$ üzərində qurudulur. Həllədiçi qovulduqdan

sonra qalıq vakuumda qovulur. Alınır: 17.25 q (85.6%) çıxımla *N*-(β -xloretıl) - γ -laktam (8). $T_{\text{qayn.}}$ 176 -178°C/13 mm.c.st., n_D^{20} 1.5110, d_4^{20} 1.0379, MR_D 58.09, hesab. MR_D 58.354.

N-vinil- γ -laktam (9). 20.15 q *N*-(β -xloretıl) - γ -laktam (8) və 5.6 q kalium əsasının 70 ml benzolda qarışığı 2-3 saat müddətində qaynadılır. Su ilə bir neçə dəfə yuyulur. Su hissə efirlə ekstraksiya edilir. Ekstrakt üzvi hissə ilə qarışdırılır, $MgSO_4$ üzərində qurudulur. Həldici adi şəraitdə qovulduqdan sonra qalıq vakuumda qovulur. 16 q (89.5%) *N*-vinil- γ -laktam (9) alınır. $T_{\text{qayn.}}$ 154 -156 °C/10 mm.c.st., n_D^{20} 1.4770, d_4^{20} 0.9746, MR_D 51.85, hesab. MR_D 52.118.

N- (β - oksietıl) - δ -laktam (11). Yuxarıdakı üsulla 0.1 mol (15.4 q) δ -laktonun (10) 0.1 mol (6.10 q) etanolaminin qarşılıqlı təsirindən 16.07 q (81.6%) *N*- (β - oksietıl) - δ -laktam (11) alınır. $T_{\text{qayn.}}$ 194-196°C/ 8 mm.c.st., n_D^{20} 1.5060, d_4^{20} 1.0656, MR_D 54.92, hesab. MR_D 55.11. İQ spektrdə (ν , sm⁻¹): 1750 udma zolağı δ -laktam həlqəsi, 3320 (ν_{OH}) üçün xarakterikdir.

N- (β - xloretıl) - δ -laktam (12). 0.1 mol (19.7 q) δ -laktonun (11) 0.1 mol (11.9 q) tionil-xloridlə reaksiyasından 17.53 q (87.00%) *N*- (β -xloretıl) - δ -laktam alınır. $T_{\text{qayn.}}$ 184-186°C/ 13 mm.c.st., n_D^{20} 1.5135, d_4^{20} 1.0383, MR_D 58.359, hesab. MR_D 58.354. İQ spektrdə (ν , sm⁻¹): 1750 δ -laktam həlqəsi, 755, 720, 710 ($C - Cl$) üçün xarakterikdir.

N-vinil- δ -laktam (13). 20.15 q (0.1 mol) *N*- (β - xloretıl) - δ -laktonun (12) 70 ml benzolda 5.6 q (0.1 mol) kalium əsası ilə qarşılıqlı təsirindən alınan reaksiya kütləsini yuxarıdakı qayda ilə işlədikdən sonra alınır: 16.39 q (91.6%) *N*-vinil- δ -laktam (13). $T_{\text{qayn.}}$ 158 -160°C/ 10 mm.c.st.,

n_D^{20} 1.4780, d_4^{20} 0.9768, MR_D 51.856, hesab. MR_D 52.118. İQ spektrdə (ν , sm⁻¹): udma zolaqları 1750 δ -laktam həlqəsi, 1645 ($C=C$) üçün xarakterikdir və maddənin (13) quruluşunu təsdiq edir.

ƏDƏBİYYAT SİYAHISI

1. Reppe W. Ann. 601. 81. 134 (1956).
2. Reppe W. Polivinilpirrolidon, Weinheim, 1954.
3. Шостоковский М.Ф., Сидельковская Ф.П. // Изв. АН СССР. ОХН. 1958. С.11.
4. Ушаков С.Н., Давыденкова В.В., Лущик В.Б. // Изв. АН СССР. ОХН. 1961. С.901.
5. Шостоковский М.Ф., Сидельковская Ф.П., Зеленская М.Г. // Изв. АН СССР. ОХН. 1959. 516.
6. Puetzer B., Katz L., Horwitz L. // J.Am. Chem. Soc. 1952. 74. P. 4959.
7. Шостоковский М.Ф., Сидельковская Ф.П., Зеленская М.Г. // Изв. АН СССР. ОХН. 1958. С.1111.
8. Колесников Г.С. Синтез винильных производных ароматических и гетероциклических соединений. М.: Изд-во. АН СССР. 1960. С.219.
9. Шостоковский М.Ф., Сидельковская Ф.П., Рогова Э.В., Колодкин Ф.Л., Ибрагимов Ф. // Изв. АН СССР. ОХН. 1961. С. 1111.
10. Rüstəmov M.Ə., Vəliyev F.Q., Nəbiyeva R.F., Abbasov M.F. // Bakı Universitetinin xəbərləri. Təbiət elmləri seriyası. 2002. № 1. S. 12.
11. Eyvazova Ş.M., Nəbiyeva R.F., Rüstəmov M.Ə., Abbasov M.F. // Azerb. kimya jurnalı. 2005. № 2. S. 144.

СИНТЕЗ ПРОИЗВОДНЫХ N-ВИНИЛПИРРОЛИДОНА НА ОСНОВЕ ХЛОРАНГИДРИДА 6-ХЛОР-БИЦИКЛО[2.2.1]ГЕПТАН-ЭКЗО-2-МЕТИЛ-ЭНДО-2-КАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ И γ -, δ -ЛАКТОНОВ ДИМЕТИЛЗАМЕЩЕННЫХ ЦИКЛОГЕКСАНКАРБОНОВОЙ КИСЛОТЫ

М.А.Рустамов, Ш.М.Эйвазова, М.Ф.Аббасов, С.Г.Исмаилова

На основе реакции хлорангидрида 6-хлор-бицикло[2.2.1] гептан-экзо-2-метил-эндо-2-карбоновой кислоты, γ - и δ -лактонов диметилзамещенных циклогексанкарбоновой кислоты с этаноламинами синтезированы соответствующие β -окси- и β - хлорэтилзамещенные соединения лактама. В результате дегидрохлорирования последних получен ряд производных N - винилпирролидона.

SYNTHESIS OF N-VINYLPYRROLIDONE DERIVATIVES ON THE BASIS OF CHLOROANHYDRIDE OF 6-CHLORO-BICYCLO[2.2.2]HEPTANE-EXO-2-METHYL-ENDO-2-CARBOXYLIC ACID AND γ -, δ -LACTONES OF DIMETILSUBSTITUTED CYCLOHEXANE CARBOXYLIC ACID

M.A. Rustamov, Sh.M. Eyvazova, M.F. Abbasov, S.G. Ismaylova

Through reaction of chloroanhydride of 6-chloro-bicyclo[2.2.1]heptane-exo-2-methyl-endo-2-carboxylic acid, γ - and δ -lactones of dimethylsubstituted cyclohexane carboxylic acid with ethanol amines there have been synthesized related β -oxy- and β -chloroethylsubstituted compounds of lactam and as a result of their dehydrochlorination a number of N-vinylpyrrolidone derivatives has been obtained.