

# СИНТЕЗ 1-АЦЕТИЛ-5- ГИДРОКСИ-3-МЕТИЛ-2- ФЕНИЛПИРАЗОЛИДИНА. ПРОТИВОВОСПАЛИТЕЛЬНЫЕ ПРЕПАРАТЫ

---

Львова Ася

Научный руководитель Протопопова П.С.

Инженер-исследователь ИНЭОС РАН

СУНЦ МГУ им. М.В. Ломоносова 10«Н» класс

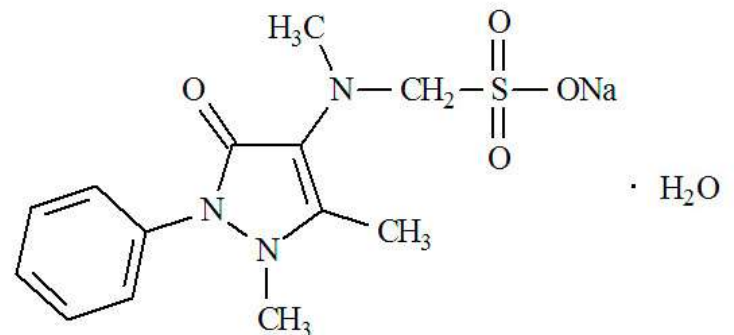
2016 год

# Введение

В настоящее время во всем мире уделяется большое внимание проблеме боли и обезболивания.

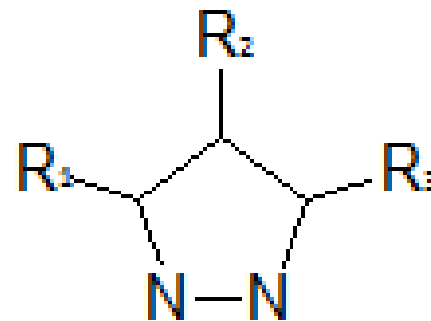
Однако известные нам НПВП, синтезируемые на основе пиразолона, обладают высокой токсичностью. К примеру, метамизол натрия (анальгин) вызывает такие нарушения как:

- Агранулоцитоз
- Апластическая анемия
- Нарушение функции почек



Циклические производные гидразина показали определенного рода активность. Но из-за серьезных побочных эффектов их использование имеет ограничения.

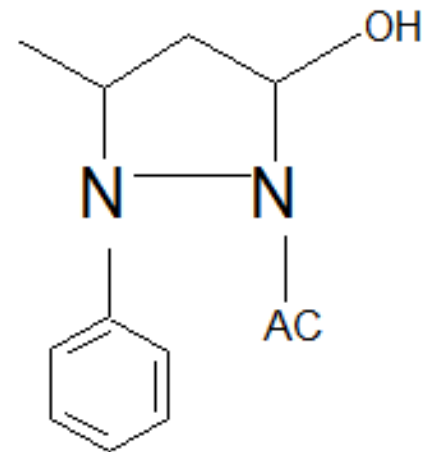
**Актуальным** является поиск соединений, обладающих схожей структурой, но не проявляющих побочных действий.



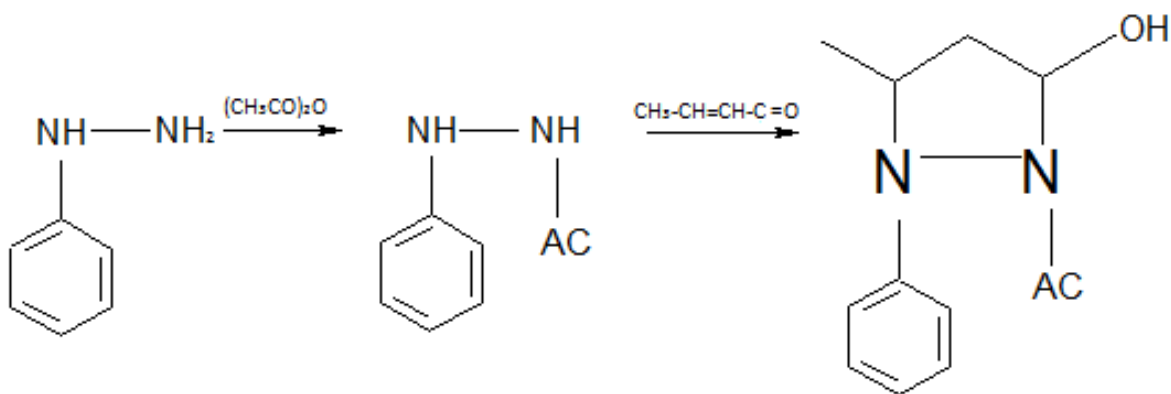
Исследования показали **перспективность** гидрированных производных пиразола, которые являются **нетоксичными аналогами современных противовоспалительных препаратов**.

Сотрудниками лаборатории БАОС найден способ получения подобных соединений и в настоящее время осуществлён синтез ряда производных

Целью моей работы является синтез **1-ацетил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина** — вещества, обладающего потенциальной биологической активностью.



- Первая стадия синтеза – N-ацилирование фенолгидразина уксусным ангидридом.
- Вторая стадия синтеза – присоединение кротонового альдегида к 1-ацетил-2-фенолгидразину



1 стадия

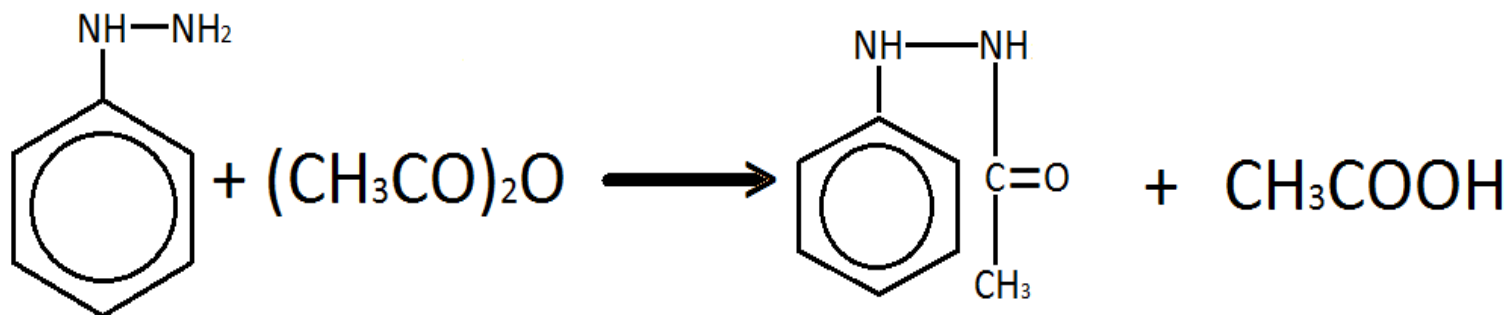
2 стадия

# Задачи

- Проанализировать структуру вещества, чтобы подобрать исходные компоненты для синтеза
- Проанализировать способы синтеза вещества и выбрать подходящий
- Выбрать оптимальную методику
- Осуществить синтез соединения по данной методике
- Идентифицировать полученное вещество, с помощью хроматографии, ИК и ЯМР спектроскопии

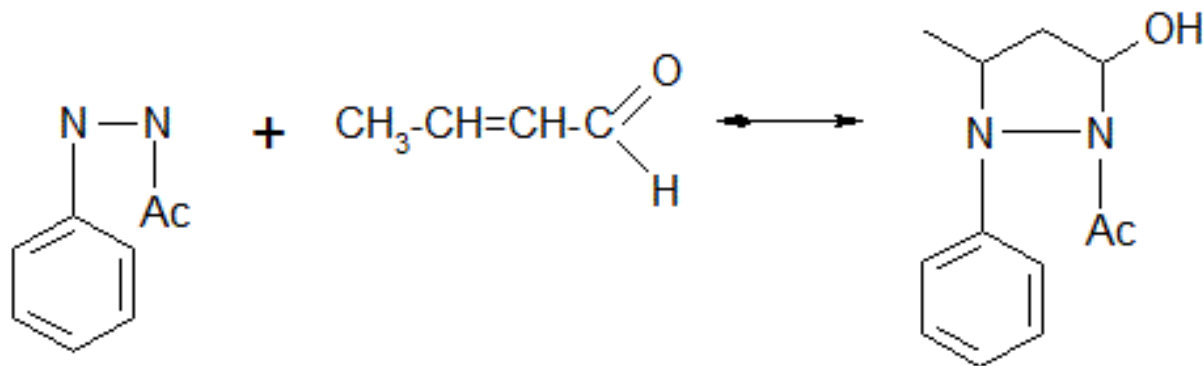
# Синтез 1-ацетил-2-фенилгидразина

К раствору 30 г ( 0,27 моль) фенилгидразина в 100 мл бензола медленно при охлаждении добавляют по каплям 60 мл ( 0,63 моль) уксусного ангидрида. Смесь кипятят 1 ч. Упаривают растворитель до половины объема. Выпавшие кристаллы промывают 3 раза петролейным эфиром и перекристаллизовывают из воды. Выход составил 22, 58 г ( 54,3 % ). Тпл. 129 – 130°С ( Лит. данные: Тпл. 129°С)



# Синтез 1-ацетил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина

Свежеполученный 1-Ацетил-2-фенилпиразолидин разделяют на пять порций массой 1 г каждая. Далее к каждой порции приливают избыток кротонового альдегида. Раствор 1-ацетил-2-фенилгидразина в кротоновом альдегиде нагревают несколько секунд до появления признаков растворения. После – раствор плотно закрывают крышкой, убирают в темное прохладное место на 3 дня. По истечении указанного времени порции объединяют в одну и смешивают с сухим эфиром, оставляя охлаждаться в морозильной камере до выпадения осадка. Выпавшие кристаллы промывают диэтиловым эфиром, отфильтровывают на стеклянном фильтре, сушат в эксикфикаторе. Масса 1-ацетил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина на выходе составила 1.6 г. Температура плавления 105 – 106°C (Лит. данные 106°C)

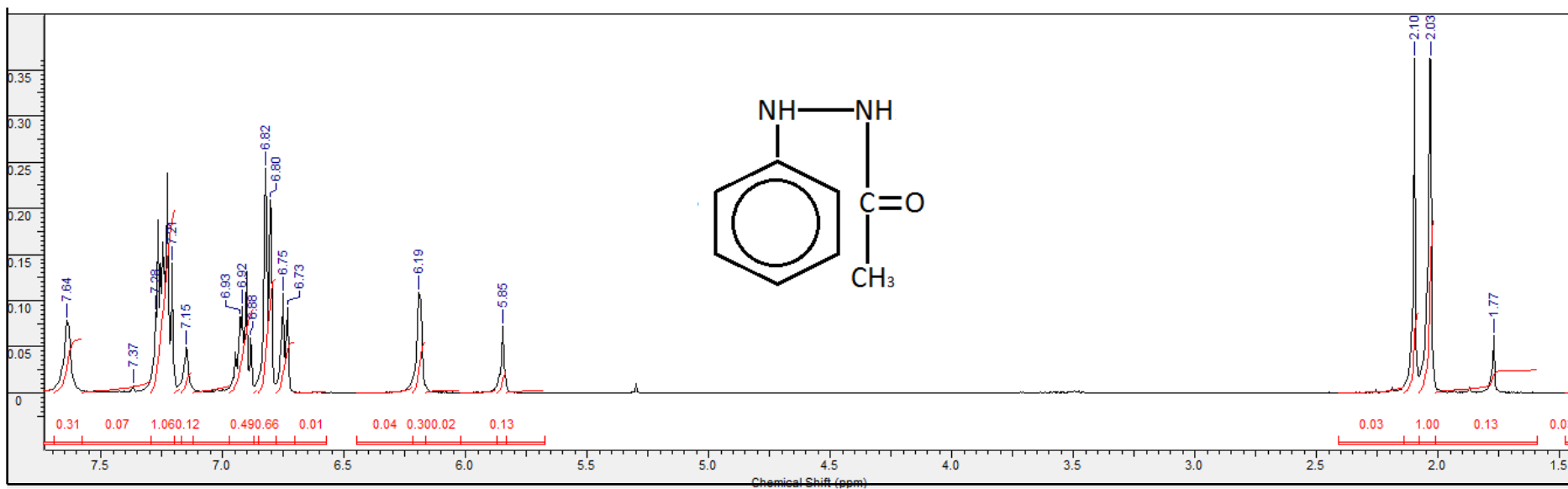




# Установление структуры соединений

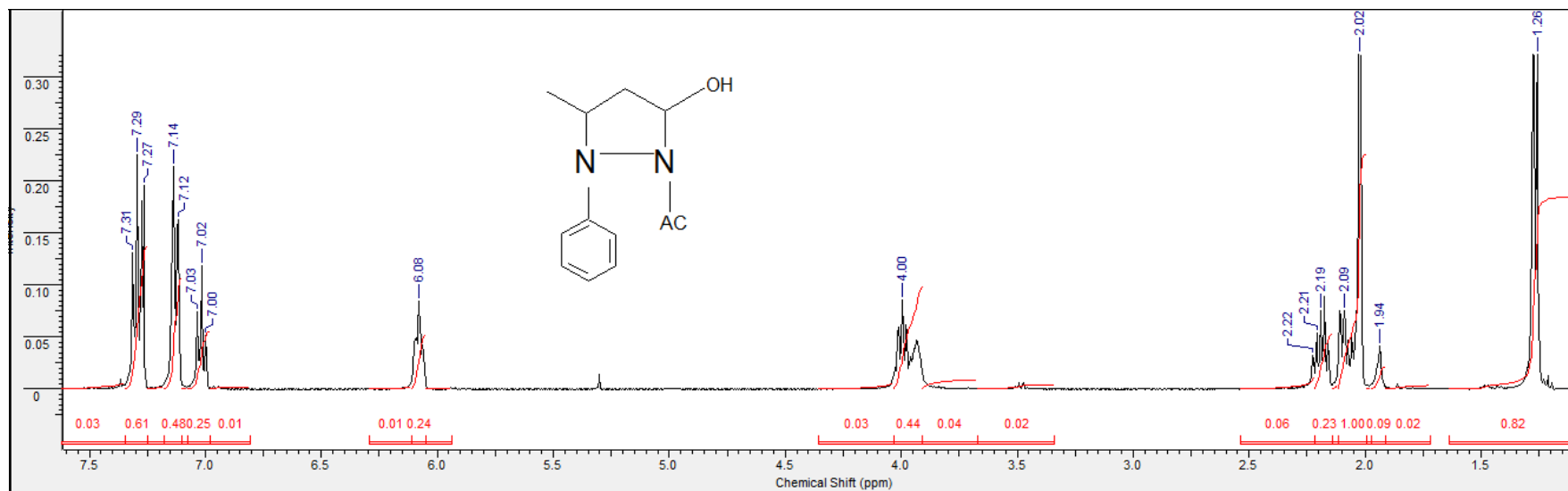
- Для определения структуры вещества и контроля за ходом реакций использовались методы тонкослойной хроматографии (далее ТСХ), инфрокрасной спектроскопии (ИК-спектроскопия) и спектроскопии ядерного магнитного резонанса (ЯМР-спектроскопия)

# Результаты исследования



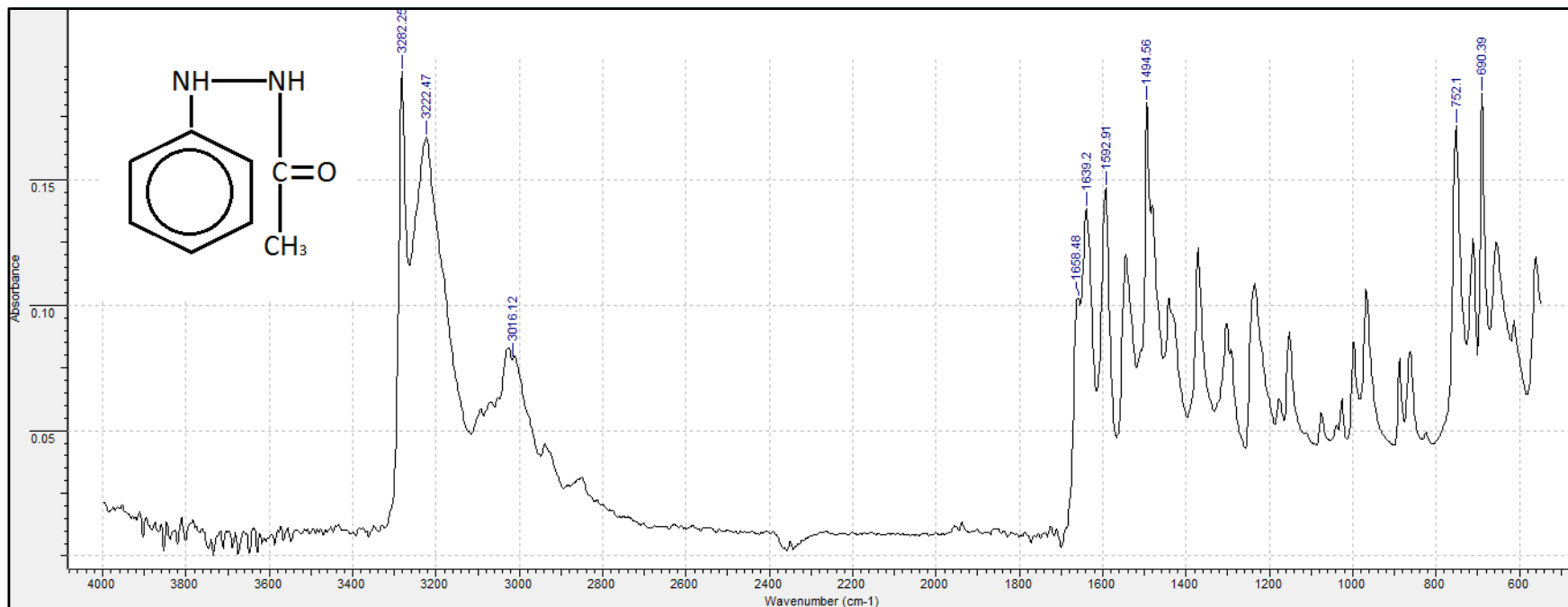
ЯМР-спектр 1-ацетил-2-фенилгидразина

# Результаты исследования



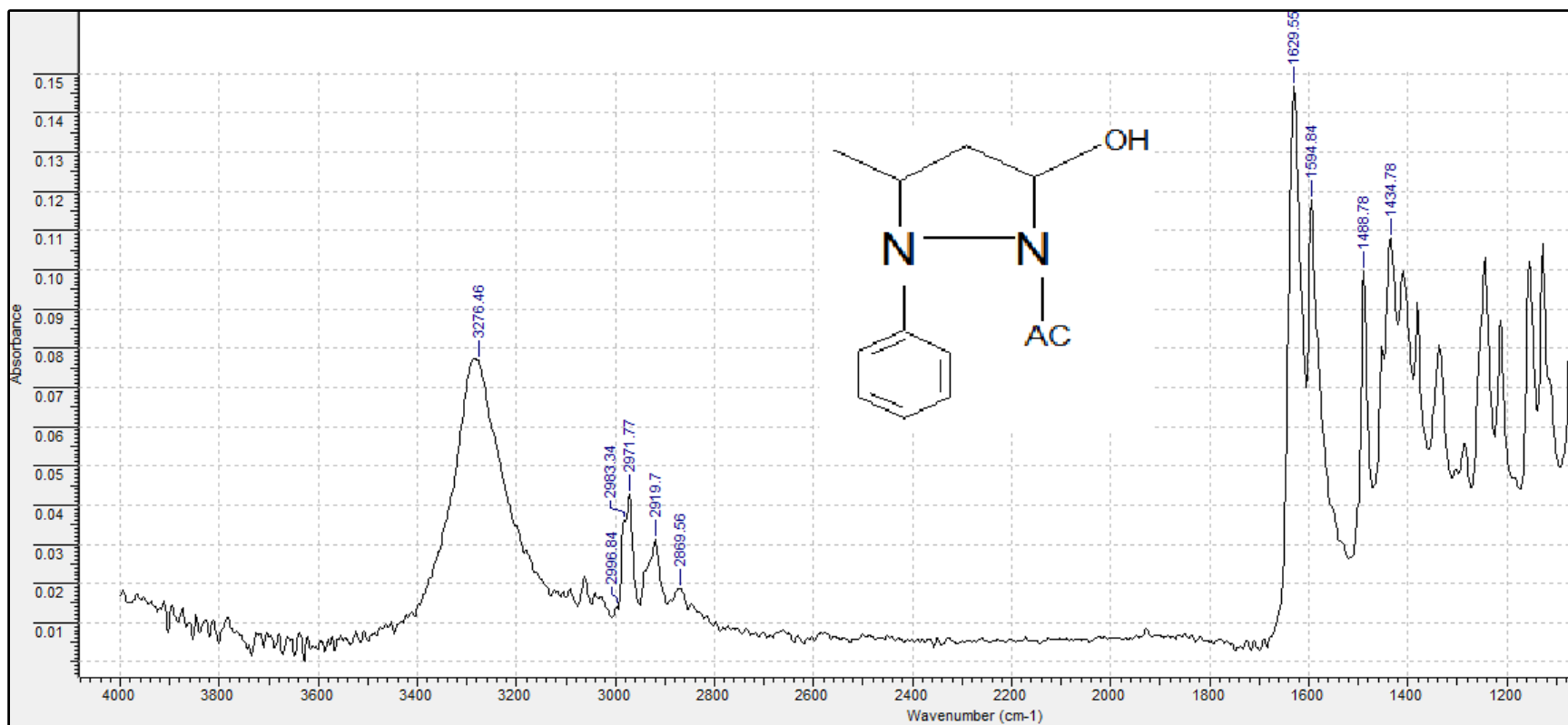
- ЯМР-спектр 1-цетил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина

# Результаты исследования



- ИК-спектр 1-ацетил-2-фенилгидразина

# Результаты исследования



- ИК-спектр 1-цетил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина

# Выводы

- Собрана литература и найдены оптимальные условия для синтеза 1-ацетил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина
- Собрана литература и найдены оптимальные условия для синтеза 1-ацетил-2-фенилгидразина
- Осуществлен двухстадийный синтез соединений по выбранным методикам
- Полученные вещества идентифицированы методами тонкослойной хроматографии, ИК и ЯМР-спектроскопии

# Контакты

- Мои контакты

Львова Ася

[asya.lvova@yandex.ru](mailto:asya.lvova@yandex.ru)

- Контакты научного руководителя

Протопопова Полина Сергеевна, ИНЭОС РАН  
лаборатория №128

[steklo1603@gmail.com](mailto:steklo1603@gmail.com)

Спасибо за  
внимание