

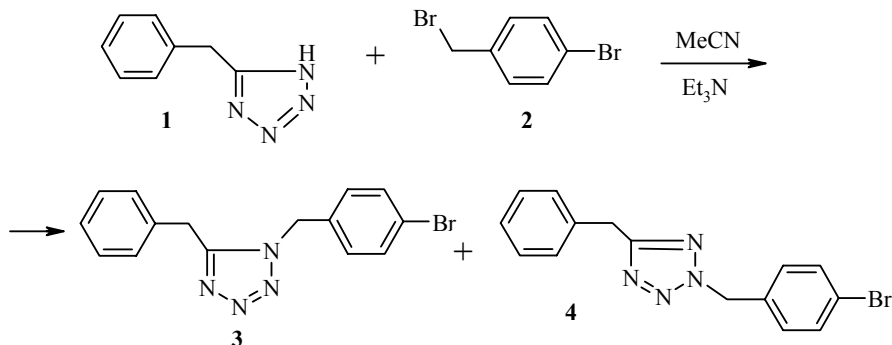
## ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

АЛКИЛИРОВАНИЕ 5-БЕНЗИЛТЕТРАЗОЛА  
В УСЛОВИЯХ МИКРОВОЛНОВОЙ АКТИВАЦИИ

**Ключевые слова:** 5-бензилтетразол, 4-бромбензилбромид, микроволновая активация.

Алкилирование 5-замещенных тетразолов – один из распространенных методов получения 1,5- и 2,5-дизамещенных тетразолов [1]. Особенность этой реакции заключается в том, что при алкилировании в большинстве случаев образуется смесь изомерных дизамещенных тетразолов, разделенных которых сопряжено с заметными экспериментальными трудностями.

Продолжая изучение методов получения функционально замещенных тетразолов, мы исследовали алкилирование 5-бензилтетразола **1** 4-бромбензилбромидом **2** в ацетонитриле и хлороформе в условиях термического нагрева и микроволновой активации, полагая, что применение метода микроволновой активации приведет к изменению региоселективности этой реакции [2].



Оказалось, однако, что независимо от природы растворителя и условий проведения реакции соотношение образовавшихся изомерных тетразолов **3** и **4** составляет 1:1. В то же время суммарный выход изомерных тетразолов и скорость реакции в условиях микроволновой активации существенно выше, чем при термическом нагреве.

Ниже приводятся время и температура реакции, а также суммарный выход изомерных тетразолов, образующихся при термическом нагреве и в условиях микроволновой активации в ацетонитриле – 3 ч, 75 °С, 50%; 1 ч, 75 °С, 74%, и в хлороформе – 3 ч, 60 °С, 59%; 1 ч, 60 °С, 96%.

Соотношение изомерных тетразолов **3** и **4** определяли методом спектроскопии ЯМР <sup>1</sup>H, анализируя аликвотные пробы, взятые из реакционного раствора по завершении алкилирования. Значения соотношения изомерных тетразолов

получали как среднее арифметическое из трех параллельных измерений. ИК спектры снимали на спектрометре Shimadzu FTIR-8400S в таблетках KBr. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  записывали на спектрометре Bruker WM-400 (400 МГц) в ацетоне- $d_6$ , стандарт – сигнал остаточных протонов дейтерорастворителя,  $\delta$  2.00 м. д. Элементный анализ выполняли на анализаторе LECO CHNS(O)-932. Реакции в условиях микроволновой активации проводили в реакторе Milestone P/N 44072. Чистоту и индивидуальность полученных соединений контролировали методом ТСХ на пластинах Silufol UV-254, элюент этилацетат–четырёххлористый углерод, 2:3.

**1-(4-Бромбензил)-5-бензилтетразол (3) и 2-(4-бромбензил)-5-бензилтетразол (4).** К раствору 0.5 г (3.1 ммоль) 5-бензилтетразола в 20 мл ацетонитрила прибавляют 0.78 г (3.1 ммоль) 4-бромбензилбромида и 0.49 г (4.1 ммоль) триэтиламина. Реакционную смесь перемешивают 1 ч при 75 °С в условиях микроволновой активации (90 Вт), охлаждают до 10–15 °С и добавляют 50 мл воды. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой и высушивают на воздухе. Суммарный выход изомерных тетразолов **3** и **4** 0.76 г (74%). Смесь изомеров разделяют дробной кристаллизацией из четыреххлористого углерода.

**1-(4-Бромбензил)-5-бензилтетразол (3).** Т. пл. 90 °С (из четыреххлористого углерода). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 807, 852, 1013, 1071, 1120, 1197, 1229, 1277, 1411, 1454, 1503, 1593, 2851, 2924, 3034, 3064, 3090. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 4.35 (2H, с, C–CH<sub>2</sub>), 5.60 (2H, с, N–CH<sub>2</sub>), 7.06 (2H, д,  $J = 8.8$ , ArH), 7.16–7.27 (5H, м, ArH), 7.45 (2H, д,  $J = 9.2$ , ArH). Найдено, %: С 54.72; Н 3.99; N 17.06.  $\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{BrN}_4$ . Вычислено, %: С 54.71; Н 3.95; N 17.02.

**2-(4-Бромбензил)-5-бензилтетразол (4).** Т. пл. 49 °С (из смеси вода–этанол, 1:3). ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 799, 825, 1014, 1069, 1137, 1197, 1260, 1345, 1427, 1457, 1488, 1593, 2925, 2958, 2998, 3033, 3086. Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д. ( $J$ , Гц): 4.19 (2H, с, C–CH<sub>2</sub>), 5.83 (2H, с, N–CH<sub>2</sub>), 7.21–7.28 (5H, м, ArH), 7.31 (2H, д,  $J = 7.6$ , ArH), 7.56 (2H, д,  $J = 9.2$ , ArH). Найдено, %: С 54.88; Н 3.99; N 17.00.  $\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{BrN}_4$ . Вычислено, %: С 54.71; Н 3.95; N 17.02.

При алкилировании в хлороформе перед выделением продуктов реакции растворитель удаляли в вакууме.

Алкилирование 5-бензилтетразола **1** в условиях термического нагрева проводили аналогично.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 08-03-00342а).*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Г. И. Колдобский, *ЖОрХ*, **42**, 487 (2006).
2. Д. В. Кузнецов, В. А. Раев, Г. Л. Куранов, О. В. Арапов, Р. Р. Костиков, *ЖОрХ*, **41**, 1757 (2005).

**Ю. А. Ефимова, Е. А. Машкова, Т. В. Артамонова,  
Г. И. Колдобский**

*Санкт-Петербургский государственный  
технологический институт  
(технический университет),  
Санкт-Петербург 190013, Россия  
e-mail: koldobsk@tu.spb.ru*