

Л. А. Свиридова, Г. А. Голубева, И. В. Длинных,
И. Ф. Лещева, Л. Д. Ашкинадзе, В. В. Нестеров,
М. Ю. Антипин

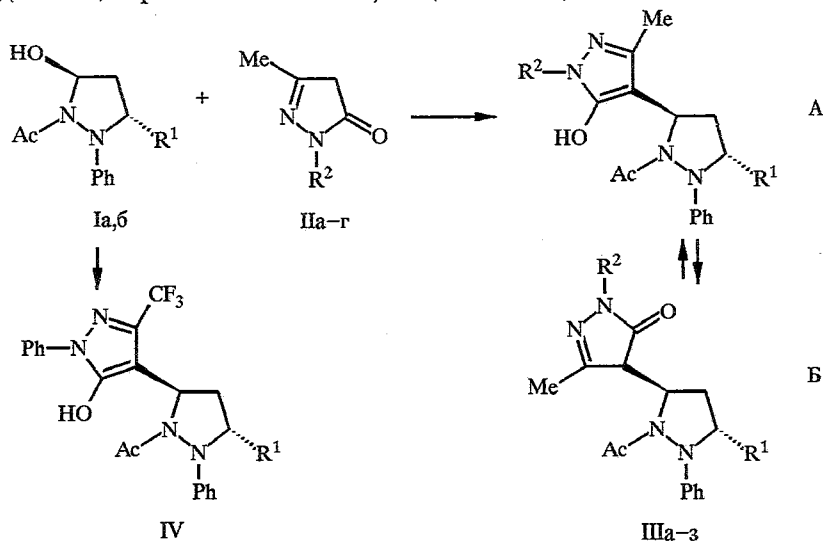
РЕАКЦИИ ГИДРОКСИАЗОЛИДИНОВ С π -ДОНОРНЫМИ
ГЕТЕРОЦИКЛАМИ

2*. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ 1-АЦЕТИЛ-5-ГИДРОКСИПИРАЗОЛИДИНОВ
С ПИРАЗОЛОНАМИ-5 НА ПОВЕРХНОСТИ АДсорбЕНТОВ

Реакция 1-ацетил-2-фенил-5-гидроксипиразолидинов с пиразолонами-5 приводит к соответствующим 4-(пиразолидинил-5) пиразолонам, существующим преимущественно в форме оксипиразолов. Процесс протекает на поверхности адсорбентов в неполярном растворителе. Изучены строение и стереохимия полученных бистероциклов.

Непосредственное взаимодействие гидроксипиразолидинов с π -донорными гетероциклическими системами может служить удобным методом синтеза бистероциклов, являющихся комбинацией насыщенного и ароматического гетероциклических ядер. Однако до последнего времени это удавалось лишь в реакциях с индолами [2].

Недавно мы показали [1] принципиальную возможность прямой атаки 5-гидроксипиразолидинов пиразолонами на поверхности адсорбента. В настоящей работе предпринято систематическое исследование этого процесса. Мы обнаружили, что в реакции с 5-гидроксипиразолидинами I могут участвовать любые как 1-незамещенные, так и 1-замещенные 3-метилпиразолон-5 II, а в качестве практически единственных продуктов превращения во всех случаях были выделены соответствующие 4-(пиразолидинил-5) пиразолон-5 IIIа-з, IV (табл. 1—3).



I а R¹ = H, б R¹ = Me; II а R² = H, б R² = Ph, в R² = CH₂Ph, г R² = CH₂CH₂CN; III а R¹ = R² = H, б R¹ = Me, R² = H, в R¹ = H, R² = Ph, г R¹ = Me, R² = Ph, д R¹ = H, R² = CH₂Ph, е R¹ = Me, R² = CH₂Ph, ж R¹ = H, R² = CH₂CH₂CN, з R¹ = Me, R² = CH₂CH₂CN

* Сообщение 1 см. [1].

Характеристики полученных соединений III, IV

Соединение	Время реакции, ч	Адсорбент*	Брутто-формула	Найдено, % Вычислено, %			T _{пл.} , °C	R _f	ИК спектр, см ⁻¹	Масс-спектр, M ⁺	M ⁺ выч.	Выход, %
				C	H	N						
IIIa	3	Полиамид	C ₁₅ H ₁₈ N ₄ O ₂	<u>63,00</u> 62,94	<u>6,34</u> 6,29	<u>19,49</u> 19,58	165...167	0,13	1605, 1635, 1720, 2400...3200, 3460	286	286	57
IIIб	11	Полиамид	C ₁₆ H ₂₀ N ₄ O ₂	<u>64,57</u> 64,00	<u>7,20</u> 6,67	<u>18,14</u> 18,60	143...145	0,15	1640, 1735, 2400...3400	300	300	65
IIIв	2	Al ₂ O ₃	C ₂₁ H ₂₂ N ₄ O ₂	<u>69,75</u> 69,60	<u>6,03</u> 6,08	<u>15,48</u> 15,50	133...135	0,75	1610, 1640, 2500... 2900			70
IIIг	7	Al ₂ O ₃	C ₂₂ H ₂₄ N ₄ O ₂	<u>70,16</u> 70,21	<u>6,45</u> 6,38	<u>14,88</u> 14,89	135...137	0,85	1620, 1640 2500...3000	376	376	62
IIIд	5	Флоризил	C ₂₂ H ₂₄ N ₄ O ₂	<u>70,35</u> 70,21	<u>6,68</u> 6,38	<u>14,89</u> 14,89	138...139	0,45	1600, 1635, 2300...3200			55
IIIе	11	Флоризил	C ₂₃ H ₂₆ N ₄ O ₂	<u>70,40</u> 70,80	<u>6,83</u> 6,70		136...138	0,60	1605, 1640, 2600...3000			60
IIIж	10	АЭ-, ДЭАЭ-целлюлозы	C ₁₈ H ₂₁ N ₅ O ₂				*2	0,22	1605, 1625, 1705, 2260, 2500...3200	339	339	48
IIIз	15	АЭ-, ДЭАЭ-целлюлозы	C ₁₉ H ₂₃ N ₅ O ₂				180 разл.	0,27	1605, 1625, 1680, 2265, 2500...3100	353	353	25
IV	10	Al ₂ O ₃	C ₂₂ H ₂₁ N ₄ O ₂ F ₃	<u>61,24</u> 61,40	<u>4,79</u> 4,88	<u>13,02</u> 13,07	165...167	0,80	1605, 1635 2200...3100	430	430	60

* Используемые адсорбенты в большинстве случаев могут варьироваться; здесь приведены лишь те, на которых достигнут максимальный выход.
 *2 Масло.

Наиболее эффективным в данном превращении оказался метод проведения процесса на поверхности адсорбента. Этот метод, получивший широкое распространение в органической химии и химии азолидинов, до сих пор использовался как «сухая» реакция [1, 3] на поверхности твердого носителя без растворителя. Мы установили, что оптимальными для исследуемого процесса являются условия его проведения на поверхности адсорбента в присутствии неполярного растворителя, плохо растворяющего исходный пиразолон-5 II, для повышения скорости обмена в поверхностном слое. Данный метод, в отличие от описанного нами в кратком сообщении [1] способа синтеза соединений IIIб,г, позволил в три раза сократить требуемое количество адсорбента, уменьшить время реакции от 2 сут до нескольких часов, а также повысить выход соединений III, IV. Других продуктов замещения мы не обнаружили, однако в реакционной смеси присутствовали следы распада исходных 5-гидроксипиразолидинов I.

По спектральным данным, соединения III и IV в растворе имеют преимущественно оксипиразольное строение (форма А). Хотя сигналы формы Б в спектрах ЯМР ^1H и ^{13}C в CDCl_3 не наблюдаются, наличие полосы поглощения циклической амидной группы пиразолонового фрагмента в ИК спектрах производных IIIа,б,ж,з указывает на присутствие в растворе хлористого метилена этого таутомера в очень малых количествах. В растворах синтезированных нами соединений III, IV методом ИК спектроскопии обнаружена водородная связь между протоном гидроксильной группы формы А и карбонильным атомом кислорода 1-ацетильного заместителя пиразолидинового цикла. На примере производного IIIг установлен ее внутримолекулярный характер.

По данным спектроскопии ПМР с применением ядерного эффекта Оверхаузера, соединение IIIг имеет *транс*-расположение заместителей

Таблица 2

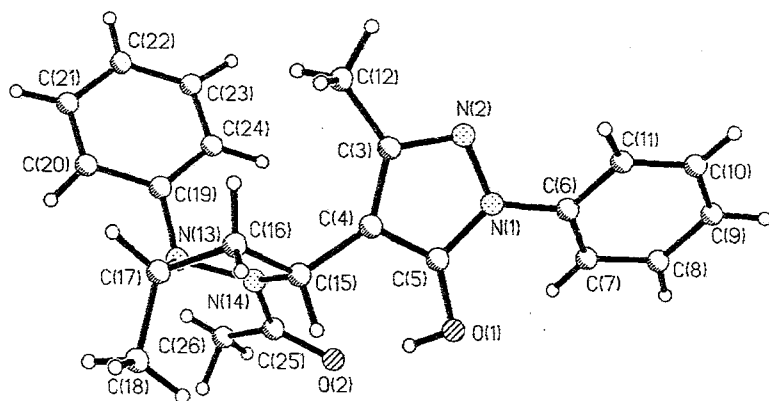
Химические сдвиги протонов соединений III, IV (δ , м. д.)

Со- еди- не- ние	3'-H, м	4'-H, 4'-H', м	5'-H, м	3'-CH ₃ , д	CH ₃ CO, с	3-CH ₃ , с	R ²	ОН
IIIа	3,41 4,00	2,29 2,61	5,17	—	2,09	1,93	9,50	9,50
IIIб	4,25	2,00 2,75	5,21	1,27	2,07	1,80	11,20	11,20
IIIв	3,36 3,96	2,28 2,68	5,14	—	2,13	1,81	6,9...7,9 (C ₆ H ₅)	11,34
IIIг	4,25	1,99 2,85	5,21	1,28	2,11	1,83	6,8...7,5 (C ₆ H ₅)	11,40
IIIд	3,37 3,95	2,25 2,65	5,14	—	2,12	1,74	5,05, д, 5,17, д (CH ₂) 6,9...7,4 (C ₆ H ₅)	10,81
IIIе	4,12	1,98 2,80	5,15	1,28	2,10	1,77	5,06, д, 5,17, д (CH ₂) 6,8...7,5 (C ₆ H ₅)	10,87
IIIж	3,34 3,93	2,24 2,62	5,08	—	2,11	1,73	2,81 (CH ₂ CN) 4,18 (NCH ₂)	11,10
IIIз	4,19	2,01 2,77	5,18	1,29	2,10	1,76	2,86 (CH ₂ CN) 4,24 (NCH ₂)	11,05
IV	4,34	2,15 2,84	5,28	1,30	2,15	—	6,8...7,9 (C ₆ H ₅)	12,31

Химические сдвиги ^{13}C для соединений III, IV (δ , м. д.)

Атомы углерода	IIIa	IIIб	IIIв	IIIг	IIIд	IIIе	IIIж	IIIз	IV
$\text{C}_{(3)}$	138,49	139,00	145,40	145,20	144,00	143,84	145,00	144,71	137,58*
$\text{C}_{(4)}$	98,87	98,37	97,20	96,71	95,57	95,09	95,88	95,31	97,56
$\text{C}_{(5)}$	161,00	160,87	152,97	152,77	152,79	152,60	152,98	152,74	154,04
3- CH_3	12,29	12,49	15,71	15,55	15,70	15,59	15,51	15,32	121,28* ²
$\text{C}_{(3')}$	55,04	62,37	55,35	62,50	55,45	62,74	55,32	62,87	62,16
$\text{C}_{(4')}$	28,66	33,91	27,87	33,06	27,93	33,20	27,93	32,96	34,70
$\text{C}_{(5')}$	52,32	51,37	53,22	52,07	53,39	52,24	53,08	51,90	52,39
3'- CH_3	—	19,15	—	18,75	—	18,89	—	18,72	19,54
$\text{C}_\text{CH}_3\text{CO}$	21,27	21,11	21,13	21,03	21,25	21,19	21,11	20,98	21,62
$\text{CH}_3\text{C}_\text{O}$	175,23	176,02	175,82	176,39	175,70	176,31	175,75	176,23	178,33
Ph C_o	116,03	115,74	116,14	115,90	116,24	116,04	116,11	115,84	115,48
C_m	129,39	129,23	128,84	129,25	129,48	128,44	129,20	129,43	129,12
C_p	122,42	122,34	122,86	122,65	122,82	122,64	122,84	122,56	122,40
C_i	149,61	149,47	149,14	149,43	149,29	149,32	149,10	149,10	148,76
R^2			121,28	121,06	50,27	50,08	18,12	17,89	119,95
			125,72	125,48	127,49	127,29	41,77	41,49	122,53
			129,51	129,25	127,75	127,54	117,34	117,04	129,51
			138,79	138,59	128,65	129,25			138,00
					137,51	137,31			

* $J_{\text{CF}} = 37$ Гц.*² CF_3 ; $J_{\text{CF}} = 270$ Гц.



Общий вид молекулы IIIг

в пиразолидиновом цикле (табл. 4) аналогично описанным ранее производным пиразолидинов, строение которых изучалось этим же методом [4]. Кроме того, наблюдалось взаимодействие протона 5-Н пиразолидинового заместителя и группы ОН пиразолонового фрагмента, что говорит об их пространственной близости.

Т а б л и ц а 4

Величины ЯЭО (η , %) для соединения IIIг

Насыщенные протоны	Наблюдаемые протоны				
	5'-Н	3'-Н	4'-Н ^a	4'-Н ^a	ОН
5'-Н	—	—	—	7,60	9,7
3'-Н	—	—	5,40	—	—
4'-Н	—	9,5	—	20,5	—
4'-Н'	8,8	1,0	22,0	—	—

^a 4'-Н — слабополюный протон, 4'-Н' — сильнополюный протон.

Рентгеноструктурным исследованием установлена структура соединения IIIг в кристаллическом состоянии. На рисунке показан общий вид молекулы; длины связей, валентные и основные торсионные углы приведены в табл. 5—7 соответственно.

В исследованной молекуле двугранный угол между плоским пиразольным гетероциклом и фенильным заместителем (C(6)...C(11)) равен 30,4°. Значение торсионного угла C(5)—C(4)—C(15)—N(14) — 87,8° указывает на скрученность молекулы вокруг связи C(4)—C(15). Пиразолидиновый гетероцикл находится в конформации конверта, отклонение атома C(17) от плоскости N(13)—N(14)—C(15)—C(16) (плоскость выполняется с точностью до $\pm 0,003$ Å) составляет 0,580 Å, а двугранный угол между рассматриваемой плоскостью и плоскостью, проведенной через атомы C(16)—C(17)—N(13), равен 38,8°. Двугранный угол между плоской частью пиразолидинового гетероцикла и фенильным кольцом C(19)...C(24) составляет 107,5°.

Длины связей в молекуле Шг

Связь	$l, \text{Å}$	Связь	$l, \text{Å}$
O(1)—C(5)	1,333(2)	C(6)—C(11)	1,380(3)
O(2)—C(25)	1,233(3)	C(7)—C(8)	1,392(4)
N(1)—C(5)	1,361(3)	C(8)—C(9)	1,378(4)
N(1)—N(2)	1,374(2)	C(9)—C(10)	1,366(5)
N(1)—C(6)	1,423(3)	C(10)—C(11)	1,376(4)
N(2)—C(3)	1,338(3)	C(15)—C(16)	1,532(3)
N(13)—N(14)	1,424(2)	C(16)—C(17)	1,521(4)
N(13)—C(19)	1,425(3)	C(17)—C(18)	1,518(5)
N(13)—C(17)	1,482(3)	C(19)—C(20)	1,382(3)
N(14)—C(25)	1,342(3)	C(19)—C(24)	1,385(3)
N(14)—C(15)	1,499(3)	C(20)—C(21)	1,364(5)
C(3)—C(4)	1,419(3)	C(21)—C(22)	1,378(5)
C(3)—C(12)	1,488(3)	C(22)—C(23)	1,364(5)
C(4)—C(5)	1,380(3)	C(23)—C(24)	1,372(4)
C(4)—C(15)	1,504(3)	C(25)—C(26)	1,496(4)
C(6)—C(7)	1,378(3)		

Таблица 6

Валентные углы в молекуле Шг

Угол	$\omega, \text{град.}$	Угол	$\omega, \text{град.}$
C(5)—N(1)—N(2)	110,6(2)	C(9)—C(8)—C(7)	119,9(3)
C(5)—N(1)—C(6)	129,7(2)	C(10)—C(9)—C(8)	119,8(3)
N(2)—N(1)—C(6)	119,6(2)	C(9)—C(10)—C(11)	120,8(3)
C(3)—N(2)—N(1)	105,4(2)	C(10)—C(11)—C(6)	119,8(3)
N(14)—N(13)—C(19)	114,5(2)	N(14)—C(15)—C(4)	114,4(2)
N(14)—N(13)—C(17)	103,4(2)	N(14)—C(15)—C(16)	101,4(2)
C(19)—N(13)—C(17)	117,3(2)	C(4)—C(15)—C(16)	117,3(2)
C(25)—N(14)—N(13)	119,4(2)	C(17)—C(16)—C(15)	104,4(2)
C(25)—N(14)—C(15)	122,4(2)	N(13)—C(17)—C(18)	109,5(3)
N(13)—N(14)—C(15)	112,3(2)	N(13)—C(17)—C(16)	103,0(2)
N(2)—C(3)—C(4)	111,4(2)	C(18)—C(17)—C(16)	114,2(3)
N(2)—C(3)—C(12)	117,1(2)	C(20)—C(19)—C(24)	118,4(3)
C(4)—C(3)—C(12)	131,5(2)	C(20)—C(19)—N(13)	117,6(2)
C(5)—C(4)—C(3)	104,2(2)	C(24)—C(19)—N(13)	123,8(2)
C(5)—C(4)—C(15)	121,7(2)	C(21)—C(20)—C(19)	120,4(3)
C(3)—C(4)—C(15)	133,9(2)	C(20)—C(21)—C(22)	120,9(3)
O(1)—C(5)—N(1)	121,0(2)	C(23)—C(22)—C(21)	119,2(3)
O(1)—C(5)—C(4)	130,7(2)	C(22)—C(23)—C(24)	120,5(3)
N(1)—C(5)—C(4)	108,3(2)	C(23)—C(24)—C(19)	120,7(3)
C(7)—C(6)—C(11)	120,0(2)	O(2)—C(25)—N(14)	121,4(2)
C(7)—C(6)—N(1)	121,3(2)	O(2)—C(25)—C(26)	119,9(3)
C(11)—C(6)—N(1)	118,7(2)	N(14)—C(25)—C(26)	118,6(2)
C(6)—C(7)—C(8)	119,7(3)		

Основные торсионные углы в молекуле IIIг

Угол	τ , град.	Угол	τ , град.
C(5)—C(4)—C(15)—N(14)	-87,8	N(13)—C(17)—C(16)—C(15)	-37,8
N(13)—N(14)—C(15)—C(4)	-126,6	N(14)—C(15)—C(16)—C(17)	22,7
C(17)—N(13)—N(14)—C(15)	-24,2	N(13)—N(14)—C(15)—C(16)	0,6
C(19)—N(13)—N(14)—C(15)	104,6	O(2)—C(25)—N(14)—C(15)	-13,9
N(14)—N(13)—C(17)—C(16)	37,6	C(26)—C(25)—N(14)—C(15)	170,2
C(20)—C(19)—N(13)—N(14)	175,5	C(19)—N(13)—N(14)—C(25)	-101,7

Наблюдаемая конформация и взаимная ориентация заместителей пиразолидинового цикла, по-видимому, характерна для подавляющего большинства известных функциональных производных пиразолидинов [5—7].

В кристаллах соединения IIIг между атомом водорода гидроксильной группы и кислородом карбонильной группы ацетильного заместителя также наблюдается довольно прочная внутримолекулярная водородная связь O(1)—H(1)...O(2) с параметрами: O(1)...O(2) 2,585(3), O(1)—H(1) 0,90(3), H(1)...O(2) 1,69(3) Å, угол O(1)—H(1)...O(2) 169(2)°.

Остальные геометрические параметры (длины связей и валентные углы) в исследованной молекуле имеют стандартные значения [8] и сопоставимы с установленными в родственных соединениях [5—7]. В кристалле сокращенных межмолекулярных невалентных контактов не обнаружено.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры измерены на приборе UR-20 в растворах CCl₄ и CH₂Cl₂, спектры ПМР и ЯМР ¹³C — на приборе Varian VXR-400 в растворе хлороформа при 28 °C с TMS в качестве внутреннего стандарта. Для экспериментов по ЯЭО использовалась программа NOEDIF [9]. Масс-спектры сняты на приборе KRATOS MS-890 с прямым вводом образца в ионный источник при температурах, близких к температурам плавления, энергия ионизации 70 эВ.

Использовали адсорбенты: окись алюминия нейтральную по Брокману; флоризил 60/100, Merk; полиамид, Woelm; целлюлозу ДЭАЭ, Reanal (анионит, содержащий диэтиламиноэтильные группы, емкость 0,6...0,8 мэкв/г) и аминоэтилцеллюлозу, Reanal (АЭ, емкость 0,3...0,5 мэкв/г). Контроль за ходом реакции и чистотой полученных соединений осуществляли методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254 в системе бензол—этилацетат, 1:1, проявлением парами иода и спиртовым раствором FeCl₃. Очистку полученных соединений проводили методом высокоэффективной флеш-хроматографии на силикагеле марки L 40/100, а также методом хроматографии на сухой колонке на силикагеле L 5/40.

Рентгеноструктурные исследования. Кристаллы соединения IIIг моноклинные, при -25 °C: $a = 11,138(3)$, $b = 13,218(4)$, $c = 14,369(5)$ Å, $\beta = 107,82(2)^\circ$, $V = 2014(1)$ Å³, $d_{\text{выч}} = 1,242$ г/см³, $Z = 4$, пространственная группа P2₁/n. Параметры ячейки и интенсивности 3564 независимых отражений измерены на четырехкружном автоматическом дифрактометре Siemens P3/PC (λMoKα, графитовый монохроматор, $\theta/2\theta$ -сканирование до $\theta_{\text{max}} = 26^\circ$). Структура расшифрована прямым методом, выявившим все неводородные атомы, и уточнена полноматричным МНК в анизотропном приближении для неводородных атомов. Все атомы водорода объективно выявлены разностными Фурье-синтезами и уточнены изотропно. Окончательные значения факторов расходимости $R = 0,047$ по 2080 отражениям с $I > 2\sigma(I)$, $R_w = 0,121$ по 3503 отражениям. Все расчеты проведены по программе SHELXTL PLUS (версия PC). Координаты и изотропные эквивалентные (для H изотропные) тепловые параметры неводородных атомов даны в табл. 8.

3-Метил-4-(1-ацетил-2-фенилпиразолидинил-5)пиразолоны-5 (IIIа—з). Раствор 4,5 ммоль 3-метилпиразолона-5 II в минимальном количестве абсолютного метанола добавляют к 5 г твердого адсорбента. Смесь встряхивают 10 мин, растворитель удаляют в вакууме. К носителю

Координаты ($\times 10^4$) и изотропные эквивалентные тепловые параметры неводородных атомов (Н-изотропные) в молекуле IIIg

Атом	x	y	z	$U_{(eq)}$
1	2	3	4	5
O(1)	733(2)	6754(1)	7055(1)	62(1)
O(2)	1435(2)	6316(1)	5547(1)	67(1)
N(1)	-173(2)	5566(1)	7850(1)	52(1)
N(2)	20(2)	4593(1)	8201(1)	60(1)
N(13)	3261(2)	4096(1)	5942(1)	59(1)
N(14)	2432(2)	4855(1)	6091(1)	52(1)
C(3)	1031(2)	4261(2)	7973(2)	56(1)
C(4)	1519(2)	5020(2)	7490(2)	51(1)
C(5)	721(2)	5833(2)	7428(2)	49(1)
C(6)	-1176(2)	6148(2)	7994(2)	53(1)
C(7)	-1774(2)	6885(2)	7338(2)	63(1)
C(8)	-2768(3)	7426(2)	7494(3)	76(1)
C(9)	-3158(3)	7212(3)	8295(3)	88(1)
C(10)	-2549(3)	6485(3)	8944(3)	88(1)
C(11)	-1560(3)	5951(2)	8803(2)	73(1)
C(12)	1437(4)	3200(2)	8243(3)	78(1)
C(15)	2668(2)	5091(2)	7153(2)	55(1)
C(16)	3768(3)	4378(3)	7633(2)	72(1)
C(17)	4365(2)	4164(2)	6833(2)	72(1)
C(18)	5249(4)	4988(4)	6701(4)	112(1)
C(19)	2695(2)	3126(2)	5693(2)	57(1)
C(20)	3420(3)	2370(2)	5470(2)	87(1)
C(21)	2910(4)	1442(3)	5172(3)	115(1)
C(22)	1663(4)	1243(3)	5074(3)	114(1)
C(23)	935(4)	1989(2)	5280(2)	91(1)
C(24)	1437(3)	2925(2)	5579(2)	68(1)
C(25)	1938(2)	5534(2)	5383(2)	56(1)
C(26)	1928(4)	5292(3)	4363(2)	85(1)
H(1)	1064(32)	6644(26)	6563(27)	132(13)
H(7)	-1528(21)	7045(17)	6767(18)	69(7)
H(8)	-3104(26)	7933(22)	7021(22)	97(10)
H(9)	-3881(29)	7646(24)	8405(22)	117(10)
H(10)	-2836(28)	6356(24)	9472(24)	110(11)
H(11)	-1083(23)	5453(18)	9234(19)	72(8)
H(121)	2231(29)	3168(21)	8707(23)	96(10)
H(122)	781(33)	2813(26)	8489(25)	129(12)
H(123)	1480(24)	2779(21)	7703(21)	86(9)
H(15)	2940(17)	5807(15)	7226(14)	47(5)
H(161)	3444(23)	3704(21)	7809(18)	78(8)
H(162)	4339(24)	4712(19)	8150(19)	78(8)
H(17)	4811(22)	3460(19)	6972(17)	72(7)

1	2	3	4	5
H(181)	6024(39)	4936(27)	7270(28)	132(13)
H(182)	4853(38)	5663(32)	6642(29)	151(17)
H(183)	5541(38)	4691(30)	6211(30)	148(16)
H(20)	4223(25)	2571(19)	5466(18)	71(8)
H(21)	3417(32)	949(28)	4990(26)	137(13)
H(22)	1283(28)	566(25)	4887(22)	110(10)
H(23)	-21(33)	1930(24)	5165(24)	125(12)
H(24)	955(19)	3474(17)	5745(15)	57(6)
H(261)	1277(49)	5672(38)	3864(39)	200(20)
H(262)	2581(44)	5763(36)	4213(33)	175(18)
H(263)	2242(31)	4773(27)	4292(23)	104(12)

с нанесенным на него реагентом добавляют раствор 4,55 ммоль 5-гидроксипиразолидина I в 30 мл бензола (при $R^2 = H$, с 1 мл метанола). Реакционную смесь перемешивают при слабом нагревании (60 °C). По окончании реакции растворитель отфильтровывают, продукты реакции экстрагируют с твердой фазы хлороформом или этанолом. Объединенные вытяжки упаривают в вакууме, сухой остаток хроматографируют на сухой колонке с силикагелем в системе бензол—этилацетат.

1-Фенил-3-трифторметил-4-(1-ацетил-2-фенил-3-метилпиразолидинил-5)пиразолон-5 (IV). Получают аналогично соединениям Ша—з из 1-фенил-3-трифторметилпиразолона-5 и 3-метил-5-гидроксипиразолидина (Пб).

Авторы выражают благодарность РФФИ (гранты 96-03-32507, 96-15-97367 и 97-03-33783) за финансовую поддержку данной работы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Свиридова Л. А., Голубева Г. А., Длинных И. В. // ХГС. — 1996. — № 11/12. — С. 1657.
2. Свиридова Л. А., Афанасьева С. В., Голубева Г. А., Терентьев П. Б., Бундель Ю. Г. // ХГС. — 1990. — № 9. — С. 1204.
3. Motorina I. A., Sviridova L. A., Golubeva G. A., Bundel Yu. G. // Tetrah. Lett. — 1989. — Vol. 30. — P. 117.
4. Мусатов Д. М., Свиридова Л. А., Моторина И. А., Лещева И. Ф., Бундель Ю. Г. // ХГС. — 1994. — № 4. — С. 483.
5. Свиридова Л. А., Голубева Г. А., Мизгунов А. В., Длинных И. В., Нестеров В. Н. // ХГС. — 1997. — № 4. — С. 509.
6. Довгилевич А. В., Зеленин К. Н., Еспенбетов А. А., Стручков Ю. Т., Бежан И. П., Свиридова Л. А., Голубева Г. А., Малов М. Ю., Бундель Ю. Г. // ХГС. — 1985. — № 9. — С. 1242.
7. Свиридова Л. А., Голубева Г. А., Длинных И. В., Лещева И. Ф., Нестеров В. Н. // ХГС. — 1998. — № 3. — С. 311.
8. Allen F. H., Kennard O., Watson D. G., Brammer L., Orpen A. G., Taylor R. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. II. — 1987. — № 12. — P. S1.
9. Kinns M., Sanders J. K. M. // J. Magn. Reson. — 1984. — Vol. 56. — P. 518.