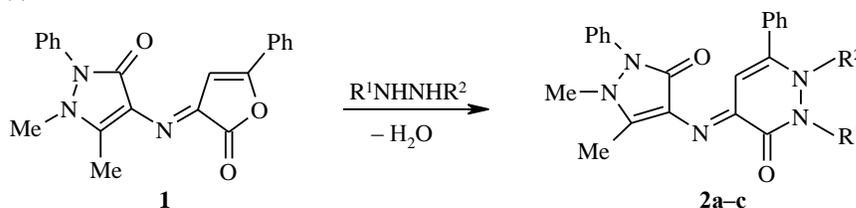


СИНТЕЗ
4-(1,5-ДИМЕТИЛ-3-ОКСО-2-ФЕНИЛ-2,3-ДИГИДРО-1Н-ПИРАЗОЛ-4-ИЛИМИНО)-6-ФЕНИЛ-1,4-ДИГИДРО-2Н-ПИРИДАЗИН-3-ОНОВ

Ключевые слова: 3-иминофуран-2-оны, 4-иминопиридазин-3-оны, замещенные гидразины.

Нами установлено, что 1,5-диметил-4-(2-оксо-5-фенилфуран-3-илиден-амино)-2-фенил-1,2-дигидропиразол-3-он (**1**) (синтез соединения **1** описан в работе [1]) при взаимодействии с метил-, этил-, фенилгидразинами или с 1,2-дифенилгидразином в инертном растворителе рециклизуется с образованием 4-(1,5-диметил-3-оксо-2-фенил-2,3-дигидро-1Н-пиразол-4-илимино)-6-фенил-1,4-дигидро-2Н-пиридазин-3-онов **2**:



2 a-c R¹ = H, **d** R¹ = Ph; **a** R² = Me, **b** R² = Et, **c, d** R² = Ph

Образование соединений **2** происходит, вероятно, вследствие раскрытия фуранового цикла после атаки аминогруппы гидразина на атом С(2) фуранона. Образующийся интермедиат циклизуется в результате атаки вторичной аминогруппы –NHR² на атом С(5) с одновременным отщеплением воды. Ранее подобная рециклизация рассматривалась на примере реакций гидразинов с близкими по структуре 4,5-дизамещенными фуран-2,3-диоами [2, 3] и 3-метилен-(3Н)-фуран-2-онами [4].

Соединения **2** – бесцветные кристаллические вещества, получены с выходами 64–92%. В их спектрах ЯМР ¹Н отсутствует синглет метинового протона 4-Н фуранового цикла исходного соединения **1** при 7.85 м. д. и появляется синглет метинового протона 5-Н пиридазинового цикла в области 6.44–6.54 м. д., а также сигналы протонов заместителей R¹, R². В ИК спектрах соединений **2** присутствуют две полосы поглощения лактамных групп СО в области 1645–1660 и 1660–1680 см⁻¹ и исчезает полоса поглощения лактонной карбонильной группы в области 1781 см⁻¹, характерная для соединения **1** [4].

ИК спектры записаны на приборе ФСМ-1201, в пасте в вазелиновом масле. Спектры ЯМР ¹Н записаны на приборе Bruker DRX 500 (500 МГц) в ДМСО-d₆, внутренний стандарт ГМДС. Чистоту соединений и протекание реакции контролировали методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254 в системе эфир–бензол–ацетон, 10:9:1.

4-(1,5-Диметил-3-оксо-2-фенил-2,3-дигидро-1Н-пиразол-4-илимино)-1-метил-6-фенил-1,4-дигидро-2Н-пиридазин-3-он (2a). К раствору 0.01 моль фуранона **1** в 10 мл безводного толуола прибавляют 0.01 моль метилгидразина, через 24 ч выпавший осадок отфильтровывают. Выход 86%. Т. пл. 137–138 °С. Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д.: 2.27 (3Н, с, С–СН₃); 3.15 (3Н, с, N–СН₃); 3.79 (3Н, с, N–СН₃); 6.46 (1Н, с, СН); 7.50 (10Н, м, Аг), 7.84 (1Н, с, NH). Найдено, %: С 68.00; Н 5.40; N 18.00. С₂₂H₂₁N₅O₂. Вычислено, %: С 68.20; Н 5.46; N 18.08.

4-(1,5-Диметил-3-оксо-2-фенил-2,3-дигидро-1Н-пиразол-4-илимино)-6-фенил-1-этил-1,4-дигидро-2Н-пиридазин-3-он (2b) получают аналогично. Выход 92%. Т. пл. 174–175 °С. Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д. (J, Гц): 1.40 (3Н, т, J = 7, С–СН₃); 2.24 (3Н, с, С–СН₃); 3.15 (3Н, с, N–СН₃); 4.24 (2Н, к, J = 7, СН₂); 6.44 (1Н, с, СН); 7.50 (10Н, м, Ph); 7.84 (1Н, с, NH). Найдено, %: С 68.50; Н 5.60; N 17.30. С₂₃H₂₃N₅O₂. Вычислено, %: С 68.81; Н 5.77; N 17.44.

4-(1,5-Диметил-3-оксо-2-фенил-2,3-дигидро-1Н-пиразол-4-илимино)-1,6-дифенил-1,4-дигидро-2Н-пиридазин-3-он (2c). Раствор 0.01 моль фуранона **1** и 0.01 моль фенилгидразина в 10 мл безводного толуола нагревают в течение 3 ч, удаляя растворитель и перекристаллизовывают из диоксана. Выход 64%. Т. пл. 287–289 °С. Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д.: 2.27 (3Н, с, С–СН₃); 3.19 (3Н, с, N–СН₃); 6.54 (1Н, с, СН); 7.50 (15Н, м, Ph); 7.94 (1Н, с, NH). Найдено, %: С 72.20; Н 4.66; N 15.48. С₂₇H₂₂N₅O₂. Вычислено, %: С 72.31; Н 4.94; N 15.61.

4-(1,5-Диметил-3-оксо-2-фенил-2,3-дигидро-1Н-пиразол-4-илимино)-1,2,6-трифенил-1,4-дигидро-2Н-пиридазин-3-он (2d) получают аналогично **2c**. Выход 83%. Т. пл. 138–140 °С. Спектр ЯМР ¹Н, δ, м. д.: 2.12 (3Н, с, С–СН₃); 3.10 (3Н, с, N–СН₃); 6.45 (1Н, с, СН); 7.40 (20Н, м, Ph). Найдено, %: С 75.28; Н 5.06; N 13.42. С₃₃H₂₇N₅O₂. Вычислено, %: С 75.41; Н 5.18; N 13.32.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. Е. Рубцов, В. В. Залесов, *ХТС*, 1130 (2001).
2. Yu. Akcamur, G. Penn, E. Ziegler, H. Sterk, G. Kollenz, K. Peters, E. M. Peters, H. G. Schnering, *Monatsh. Chem.*, **117**, 231 (1986).
3. А. Н. Масливец, О. П. Тарасова, Ю. С. Андрейчиков, *ЖОрХ*, **28**, 1287 (1992).

4. S. M. El-Kousy, A. M. El-Torgman, A. A. El-Bassiouny, A. I. Hashem, *Pharmazie*, **43**, 80 (1988).

А. Е. Рубцов, В. В. Залесов

*Пермский государственный университет,
Пермь 614600, Россия
e-mail: info@psu.ru
e-mail: Aleksandr.Rubtsov@psu.ru*

*Поступило в редакцию 14.02.2002
После доработки 25.11.2002*

XГС. – 2003. – № 4. – С. 625
