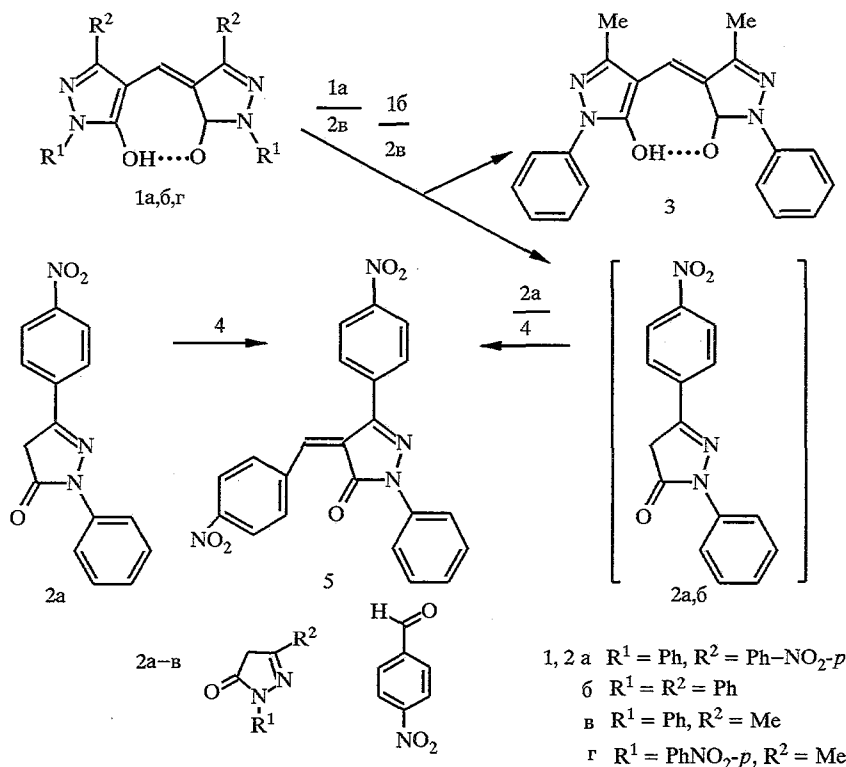


РЕАКЦИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ДИПИРАЗОЛИЛМЕТАНА С 1-ФЕНИЛ-3-МЕТИЛПИРАЗОЛОНОМ-5

Впервые производное дипиразолилметана (3, схема) получено с небольшим выходом при взаимодействии 5-метил-6-фенил-1,2,4-триазин-4-оксида с пиразолоном 2в в присутствии триэтиламина [1]. Образование этого соединения наблюдалось ранее также при превращениях 5-азаурацила [2], 5-азацитозина [3] и фервенулин-4-оксида [4] с пиразолоном 2в в отсутствие основного катализа. Простой способ получения этого соединения посредством взаимодействия пиразолона 2в с ортомуравьиным эфиром предложен нами в работе [3].

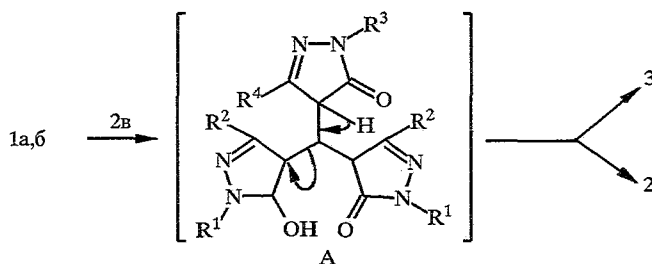
Строение кристаллов дипиразолилметана 3 было изучено с помощью рентгеноструктурного анализа. При этом было установлено, что молекула 3 симметрична относительно оси, проходящей через C(1) и Н связывающие атомы. Центральный Н-связанный восьмичленный цикл характеризуется копланарным расположением неводородных атомов. Атом водорода находится на середине расстояния между атомами кислорода пиразольных фрагментов [1].

В настоящей работе мы обнаружили, что производные дипиразолилметана 1а,б взаимодействуют при нагревании в кипящем бутаноле с пиразолоном 2в с образованием известного производного 3 с выходом 35...55%. В результате обработки маточника реакционной массы после отделения соединения 3 *n*-нитротробензальдегидом 4 получено стирильное производное пиразолона 5.



Стирильное производное 5 было получено также при нагревании заведомого пиразолона 2а с альдегидом 4. Интересно, что производное 1г в аналогичных условиях в реакцию с 2в не вступает.

Обнаруженные перезамещения пиразольных остатков в производных дипиразолилметана **1a,б**, очевидно, происходят через стадии образования промежуточных аддуктов — производных трипиразолилметана типа **A**, которые расщепляются с образованием дипиразолилметана **3** и вытеснением пиразолонов **2**.



Следует особо отметить, что обнаруженные превращения протекают в отсутствие основания, т. е. не требуют активации реагента зарядом.

Реакция соединений **1a,б** с пиразолоном **2a**. Кипятят 0,12 г (0,2 ммоль) соединения **1a** с 0,075 г (0,4 ммоль) пиразолона **2a** в 3 мл бутанола в течение 6 ч. Реакционную массу охлаждают, выделившийся осадок **3** отфильтровывают. Получают 0,04 г (53 %). К маточному раствору реакционной массы добавляют 0,075 г (0,5 ммоль) *n*-нитробензальдегида **4** и нагревают его при кипении в течение 5 мин. Реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры и отфильтровывают выделившийся осадок **5**. Получают 0,05 г (28 %), $T_{пл}$ 252...253 °С. Масс-спектр, m/z 414, (M^+ , вычислено для $C_{22}H_{14}N_4O_5$ — 414).

Реакцию **1б** с **2a** проводят аналогично. Выход **3**...35%.

1-Фенил-3-(*n*-нитрофенил)-4-(*n*-нитрофенилиден)пиразолон-5 (5). Кипятят 56 мг (0,2 ммоль) 1-фенил-3-(*n*-нитрофенил)пиразолона-5 **2a** и 32 мг (0,2 ммоль) *n*-нитробензальдегида **4** в 3 мл бутанола в течение 15 мин. Реакционную массу охлаждают, осадок **5** отфильтровывают, получают 20 мг (27 %). $T_{пл}$ 252...253 °С. Полученный продукт идентичен соединению **5** описанному выше.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Azev Yu. A., Neunhoeffer H., Foro S., Lindner H. J., Shorshnev S. V. // *Mendeleev Commun.* — 1995. — N 6. — P. 229.
2. Azev Yu. A. // *Mendeleev Commun.* — 1997. — N 4. — P. 164.
3. Азев Ю. А., Тепляшина И. В., Голомолзин Б. В. // *ХГС.* — 1997. — № 9. — С. 229.
4. Азев Ю. А., Тепляшина И. В. // *Хим.-фарм. журн.* — 1998. — № 2. — С. 42.

Ю. А. Азев, И. В. Тепляшина

Уральский научно-исследовательский институт технологий медицинских препаратов, Екатеринбург 620219, Россия
e-mail: yuri@azural.e-burg.ru

Поступило в редакцию 09.08.98

ХГС. — 1998. — № 9. — С. 1269