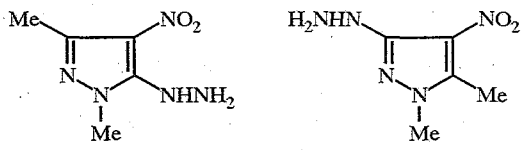
СИНТЕЗ 3- И 5-ГИДРАЗИНО-1-МЕТИЛ-4-НИТРОПИРАЗОЛОВ

5-Галоген-1-метил-4-нитропиразолы вступают в реакции нуклеофильного замещения в достаточно мягких условиях [1, 2]; показана также подвижность нитрогруппы в положении 3 пиразольного кольца в 3,4-динитропиразолах при аммонолизе [3].

Продолжая исследования реакций нуклеофильного замещения в ряду пиразола, мы провели взаимодействие 5-бром-1,3-диметил-4-нитропиразола (I) [1] и 1,5-диметил-3,4-динитропиразола (II) [4] с гидразингидратом при кипячении в изопропиловом спирте и получили 5-гидразино-1,3-диметил- (III) и 3-гидразино-1,5-диметил-4-нитропиразолы (IV) соответственно.



III IV

УФ спектры снимали на спектрофотометре Specord M-400 в этаноле; спектры ПМР — на приборе Bruker CXP-200 (200 МГц) в ДМСО-D_6, внутренний стандарт ГМДС. Контроль за ходом реакции и чистотой полученных соединений осуществляли методом ТСХ на пластинках Silufol UV-254 в системе хлороформ—этанол, 10 : 1.

5-Гидразино-1,3-диметил-4-нитропиразол (III, $C_5H_9N_5O_2$). К раствору 2,20 г (0,01 моль) I в 10 мл изопропилового спирта добавляют 1,5 мл (0,03 моль) гидразингидрата, смесь кипятят до окончания реакции (контроль ТСХ). После охлаждения кристаллы ярко-желтого цвета отфильтровывают, промывают небольшим количеством изопропилового спирта и сушат. Получают 1,57 г (92%) соединения III. $T_{пл}$ 175...176 °С (из изопропанола). Спектр ПМР: 2,26 (3H, с, 3-CH_3); 3,89 (3H, с, 1-CH_3); 4,74 (2H, с, NH_2); 8,33 м. д. (1H, с, NH). УФ спектр, λ_{max} (lg ε): 283 (3,64), 350 нм (3,48). Найдено, %: С 35,3; Н 5,2; N 40,6. Вычислено, %: С 35,1; Н 5,3; N 40,9.

5-Гидразино-1,5-диметил-4-нитропиразол (IV, $C_5H_9N_5O_2$). Аналогично из 1,86 г (0,01 моль) II получают 1,52 г (89%) соединения IV. $T_{пл}$ 152...154 °С (из изопропанола). Спектр ПМР: 2,43 (3H, с, 5-CH_3); 3,55 (3H, с, 1-CH_3); 3,83 (2H, с, NH_2); 7,10 м. д. (1H, с, NH). УФ спектр, λ_{max} (lg ε): 284 (3,87), 357 нм (3,61). Найдено, %: С 35,4; Н 5,5; N 40,7. Вычислено, %: С 35,1; Н 5,3; N 40,9.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Андреева М. А., Болотов М. И., Исаев Ш. Г., Перевалов В. П.* // ЖОХ. — 1980. — Т. 50. — С. 2116.
2. *Перевалов В. П., Барышненкова Л. И., Андреева М. А., Манаев Ю. А., Денисова И. А., Степанов Б. И., Серая В. И.* // ХГС. — 1983. — № 12. — С. 1672.
3. *Перевалов В. П., Андреева М. А., Барышненкова Л. И., Манаев Ю. А., Ямбург Г. С., Степанов Б. И., Дубровская В.А.* // ХГС. — 1983. — № 12. — С. 1676.
4. *Андреева М. А., Манаев Ю. А., Муший Р. Я., Перевалов В. П., Серая В. И., Степанов Б. И.* // ЖОХ. — 1980. — Т. 50. — С. 2552.

Л. И. Барышненкова, В. П. Перевалов, В. А. Поляков

Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, Москва 125820

Поступило в редакцию 15.10.96

ХГС. — 1997. — № 9. — С.1272