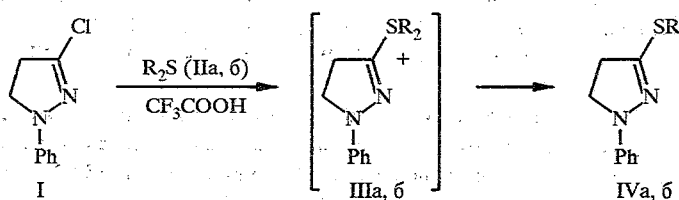


ПИСЬМА В РЕДАКЦИЮ

О ВЗАИМОДЕЙСТВИИ 1-ФЕНИЛ-3-ХЛОРПИРАЗОЛИНА-2
С ДИАЛКИЛСУЛЬФИДАМИ

Мы показали, что взаимодействие 1-фенил-3-хлорпиразолина-2 (I) с диалкилсульфидами IIa,б в трехмольном количестве трифторуксусной кислоты приводит к образованию 1-фенил-3-алкилтиопиразолинов-2 IVa,б с выделением, в случае соединения IVa, бутилхлорида и бутилтрифторацетата (ГЖХ). Так, смесь 1,62 г (0,01 моль) хлорпиразолина I в 1,5...2 мл дибутилсульфида, 3,54 г (0,03 моль) трифторуксусной кислоты кипятят 2 ч, упаривают при нагревании, хроматографируют на сухой колонке SiO₂ в системе бензол—петролейный эфир, 2 : 1. Выход 1-фенил-3-бутилтиопиразолина-2 (IVa) 30%, *T*_{пл} 93...95 °С. ИК спектр: 1610 см⁻¹ (C=N). Спектр ПМР (CDCl₃): 0,84; 1,11; 1,34; 1,49 (9H, Bu); 3,00 (2H, т, 4-H); 3,50 (2H, т, 5-H); 6,8...7,4 м. д. (5H, м, Ar). Найдено: M⁺ 234, C₁₃H₁₈N₂S. Вычислено: M 234 (способ А).

Можно предположить, что реакция включает промежуточное образование соли III.



II–IVa R = Bu, б R = Me

Соединение, идентичное сульфиду IVa (ПМР, ИК), было получено нами также при взаимодействии хлорпиразолина I с бутилмеркаптаном в присутствии триэтиламина (способ Б): смесь хлорпиразолина I, триэтиламина, бутилмеркаптана (1 : 2 : 2) в CH₂Cl₂ выдерживают 12 ч при 20 °С, упаривают, выделяют аналогично методу А. Выход соединения IVa 25%. *T*_{пл} 93...95 °С.

1-Фенил-3-метилтиопиразолин-2 (IVб) получают аналогично соединению IVa по способу А. Выход 35%. *T*_{пл} 72...74 °С. ИК спектр: 1610 см⁻¹ (C=N). Спектр ПМР (CDCl₃): 2,60 (3H, с, CH₃); 3,10 (2H, т, 4-H); 3,80 (2H, т, 5-H); 6,8...7,5 м. д. (5H, м, Ar). Найдено, %: С 62,36; Н 6,49; N 14,34. C₁₀H₁₂N₂S. Вычислено, %: С 62,50; Н 6,25; N 14,58.

Авторы выражают благодарность Российскому фонду фундаментальных исследований за финансирование исследований в области химии гетероциклических соединений (коды проектов 96-03-32507а и 96-03-32157а).

Г. А. Голубева, Л. А. Свиридова, Н. И. Ворожцов

Московский государственный университет
им. М. В. Ломоносова, Москва 119899

Поступило в редакцию 28.11.96