

ПРОСТОЙ СПОСОБ СИНТЕЗА 3,5-ДИМЕТИЛПИРАЗОЛИЛ-1-УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

Известен способ получения 3,5-диметилпиразолил-1-уксусной кислоты (I) конденсацией хлоргидрата этилового эфира гидразинуксусной кислоты (II) с ацетилацетоном и последующим гидролизом. Однако соединение II неустойчиво и сам синтез этого соединения с выходом 65% не является простым [1].

Мы предлагаем алкилировать 3,5-диметилпиразол хлоруксусной кислотой в воде с последующей нейтрализацией соляной кислоты формиатом натрия, что делает возможным легкое выделение амфотерного соединения I экстракцией изопропанолом.

Эквимольную смесь (0,1 моль) 3,5-диметилпиразола и хлоруксусной кислоты в 20 мл воды кипятят 8 ч, добавляют эквимольное количество формиата натрия и кипятят еще 15 мин. Реакционную массу упаривают досуха на роторном испарителе, выдерживают 1 ч при 100 °С (5 мм рт.ст.). Сухую массу нагревают при кипении с 30 мл сухого изопропанола и декантируют изопропанол; эту операцию повторяют еще 3 раза. Из объединенных изопропанольных вытяжек отгоняют изопропанол, а оставшуюся пиразолилуксусную кислоту кипятят с обратным холодильником с 80 мл гексана 1 ч и охлаждают в течение 1 ч при 0 °С. Кристаллы I отфильтровывают. Получают 11,3 г (84%) чистой 3,5-диметилпиразолил-1-уксусной кислоты. $T_{пл}$ 179 °С в запаянном капилляре. Найдено, %: С 54,22; Н 6,6. $C_7H_{10}N_2O_2$. Вычислено, %: С 54,5; Н 6,5. УФ спектр (Specord M-40, спирт): λ_{max} 221 нм, $lg \epsilon$ 3,80. ИК спектр (Perkin-Elmer, KBr) 1730 cm^{-1} . Спектр ПМР (Bruker AM-300, ДМСО- d_6): 2,07 (3H, с, 3- CH_3); 2,14 (3H, с, 5- CH_3); 4,77 (2H, с, CH_2); 5,81 (1H, с, 4-H); 12,9 м. д. (1H, ш. с, COOH).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Carmi A., Pollak G., Yillin H. // J. Org. Chem. — 1960. — Vol. 25. — P. 44.

Н. Л. Нам, И. И. Грандберг, В. И. Сорокин

Московская сельскохозяйственная академия
им. А. К. Тимирязева, Москва 127550, Россия

Поступило в редакцию 20.01.98

ХГС. — 1998. — № 3. — С. 416

НОВЫЙ СИНТЕЗ 5-(ТРИНИТРОМЕТИЛ)ТЕТРАЗОЛА

Описан синтез 5-(тринитрометил)тетразола (I) из тринитроацетонитрила (II) и триметилсилилазида [1]. В той же работе показано, что многочисленные попытки получить тетразол I при взаимодействии нитрила II с азидом натрия оказались безуспешными. Реакции проводили в воде и в безводных средах при температурах 5°, 25°, -40°, -50° и -65 °С. Во всех случаях единственным продуктом была натриевая соль нитроформа.

Нами разработан удобный метод синтеза тетразола I исходя из нитрила II и азид натрия. Слабая стабильность соединения I позволяет выделять его из реакционной смеси в виде соли (в нашем случае получена тетрабутиламмониевая соль III):

