

Полного превращения бихинолила I не удается достичь ни использованием более значительных избытков металлоорганического соединения, ни увеличением времени реакции.

Строение синтезированных веществ подтверждено данными спектроскопии ПМР и встречным синтезом [2]. Для всех полученных соединений проба смешения с заведомо известным образцом не дает депрессии температуры плавления. Спектры ПМР идентичны приведенным в работе [2].

1',2'-Диметил-1',2'-дигидро-2,3'-бихинолил (IIa, C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>). Выход 76%. T<sub>пл</sub> 168...169 °С (из смеси бензол—гексан). По данным [2], T<sub>пл</sub> 168...169 °С.

1'-Метил-2'-фенил-1',2'-дигидро-2,3'-бихинолил (IIб, C<sub>25</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>). Выход 74%. T<sub>пл</sub> 138...139 °С (из спирта). По данным [2], T<sub>пл</sub> 138...139 °С. Механизм данной реакции в настоящее время исследуется.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аксенов А. В., Моисеев Д. В., Боровлев И. В., Надеин О. Н. // ХГС. — 1999. — В печати.
2. Аксенов А. В., Надеин О. Н., Моисеев Д. В., Смушкевич Ю. И. // ХГС. — 1999. — № 7. — С. 919.

А. В. Аксенов, А. В. Сарапий

Ставропольский государственный университет,  
Ставрополь 355009, Россия  
e-mail: nauka@stavsu.ru

Поступило в редакцию 08.04.99

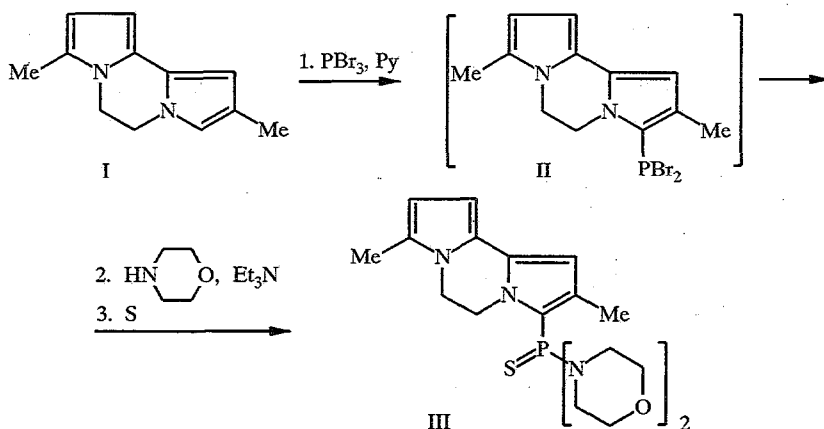
ХГС. — 1999. — № 9. — С. 1257

### ФОСФОРИЛИРОВАНИЕ

#### 2,8-ДИМЕТИЛ-5,6-ДИГИДРОПИРРОЛО[1,2- $\alpha$ ;2',1'- $c$ ]ПИРАЗИНА

Алкилпирролы фосфорилируются трехбромистым фосфором в основных средах по механизму электрофильного замещения [1, 2]. Нас заинтересовала возможность фосфорилирования такого мало изученного класса гетероциклических соединений, как дипирролопиразины, для которых было показано, что электрофильное замещение в реакциях нитрования, аминометилирования, азосочетания идет предпочтительно по  $\alpha$ -положению пиррольного кольца [3, 4].

Обнаружено, что 2,8-диметил-5,6-дигидродипирроло [1,2- $\alpha$ ;2',1'- $c$ ]пиразин (I) взаимодействует с трехбромистым фосфором с образованием дибромфосфина II, который после обработки морфолином и серой превращается в диамид тионфосфоновой кислоты III, с выходом 40%.



2,8-Диметил-5,6-дигидропирроло[1,2- $\alpha$ ;2',1'- $c$ ]пиазин-3-ил(диморфолино)фосфинсульфид. К раствору 1 ммоль дипирролопиазина I и 1 ммоль пиридина в 2 мл бензола при перемешивании и охлаждении льдом добавляют раствор 1 ммоль трехбромистого фосфора в 2 мл бензола. Выдерживают 1 ч при этой температуре. Добавляют 5 мл гептана, осадок отфильтровывают. К фильтрату при охлаждении добавляют раствор 2 ммоль морфолина и 3 ммоль триэтиламина в 5 мл гептана. Выдерживают при комнатной температуре 2 ч. Осадок отфильтровывают, к фильтрату добавляют 1 ммоль серы и нагревают 1 ч при 80 °С. Раствор упаривают досуха, сухой остаток хроматографируют (этилацетат—петролейный эфир (70...100°), 1 : 3) на силикагеле (100/160),  $R_f$  0,44. Продукт перекристаллизовывают из гептана. Выход 40%.  $T_{пл}$  163 °С (из гептана). Спектр ЯМР  $^{31}P$  ( $CDCl_3$ ): 63,32 м. д., внешний стандарт 85%  $H_3PO_4$ . Спектр ПМР ( $CDCl_3$ , ТМС): 2,23 (3H, уш. с, 2- $CH_3$ ); 2,32 (3H, д,  $J_{CH_3H} = 0,8$ , 8- $CH_3$ ); 3,03...3,26 (8H, м,  $CH_2N$ ); 3,61...3,70 (8H, м,  $CH_2O$ ); 4,02 (2H, м, 6- $CH_2$ ); 4,85 (2H, м, 5- $CH_2$ ); 5,92 (1H, д. к.,  $J_{910} = 3,5$ ,  $J_{HCH_3} = 0,8$ , 9-H); 6,08 (1H, д,  $J_{HP} = 3,4$ , 1-H); 6,24 м. д. (1H, д,  $J_{109} = 3,6$ , 10-H).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Толмачев А. А., Ивонин С. П., Харченко А. В., Козлов Э. С. // ЖОХ. — 1992. — Т. 62. — С. 465.
2. Толмачев А. А., Ивонин С. П., Чайковская А. А., Териковская Т. Е. // ЖОХ. — 1995. — Т. 65. — С. 2059.
3. Теренин В. И., Ручкина Е. Л., Карапетян К. В., Мамаев В. М., Бундель Ю. Г. // ХГС. — 1995. — № 11. — С. 1566.
4. Теренин В. И., Ручкина Е. Л., Лещева И. Ф., Плешкова А. П., Бундель Ю. Г. // ХГС. — 1997. — № 1. — С. 52.

В. И. Теренин, Е. А. Сумцова, С. З. Вацадзе, Н. В. Зык

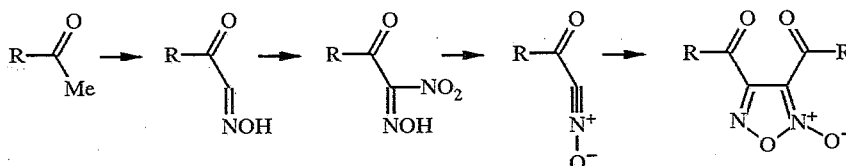
Московский государственный университет  
им. М. В. Ломоносова, Москва 119899, Россия  
e-mail: vter@org.chem.msu.ru

Поступило в редакцию 02.07.99

ХГС. — 1999. — № 9. — С. 1258

#### О СИНТЕЗЕ 3,4-БИС(ПИВАЛОИЛ)ФУРОКСАНА

Взаимодействие (алкиларил, гетерил)метилкетонов с разбавленной азотной кислотой в среде уксусной кислоты является одним из методов получения симметричных фуроксанов [1, 2].



Реакция протекает через стадии нитрозирования кетона, образования нитроловой кислоты и ее превращения в соответствующий нитрилоксид, димеризация которого приводит к симметрично замещенным фуроксанам.