

Реакцию проводят при 140 °С, 4 ч, мольное отношение основание Шиффа : перекись *трет*-бутила : спирт 1 : 0,6 : 6. Спирт и низкокипящие компоненты отгоняют в вакууме, образовавшуюся аморфную массу промывают эфиром и хроматографируют на колонке с силикагелем (40/100). Хроматографический контроль осуществляют на пластинках Silufol UV-254 (элюент гексан—этилацетат—хлороформ, 20 : 4 : 3). Конверсия основания Шиффа достигает 38%. Выход 2-циклогексил-4,4,5,5-тетраметилоксазолидина 90% на превращенное основание Шиффа.

N-Изопропилиденциклогексиламин (I). Спектр ПМР (CDCl₃): 1,82 (6H, с, 2CH₃), 1,98...2,3 м. д. (11H, м, циклогексила).

2,2'-Пентаметилен-4,4,5,5-тетраметилоксазолидин (II). Спектр ПМР (CDCl₃): 1,15 (6H, с, 2CH₃), 1,23 (6H, с, 2CH₃), 1,5...1,95 (10H, м, 5CH₂), 5,3 м. д. (1H, ш. с, NH).

Данные элементного анализа синтезированных соединений на С, Н, N соответствуют расчетным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Baum A. A., Karnischky L. A. //J. Amer. Chem. Soc. —1973. — Vol. 95. — P. 3072.
2. Сафиулова Г. И., Круглов Д. Э., Пастушенко Е. В., Караханов Р. А. //ХГС. —1991. — № 6. — С. 847.
3. Padva A. //Chem. Rev. — 1977. — Vol. 77. — P. 37.
4. Bergmann E. D. //Chem. Rev. — 1953. — Vol. 53. — P. 332.

Е. В. Пастушенко, Г. И. Сафиулова

Башкирский государственный медицинский институт, Уфа 450000

Поступило в редакцию 31.05.94

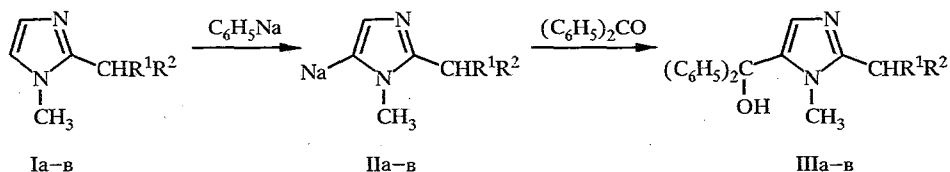
ХГС. — 1994. — № 6. — С. 846

НАТРИЕВЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ 1-МЕТИЛ-2-АЛКИЛИМИДАЗОЛОВ

Известно, что 1,2-диметил- и 1-метил-2-бутилимидазол металлируются соответственно фенолнатрием и 2-литий-1-метилимидазолом по алкильной группе в положении 2 [1, 2].

Мы установили, что 1-метил-2-этил- (Ia), 1-метил-2-пропил- (Iб) и 1-метил-2-изопропилимидазол (Iв) при действии фенолнатрия превращаются исключительно в 5-натрий-1-метил-2-алкилимидазолы IIa—в.

Натрийорганические соединения IIa—в для выяснения их строения и определения выхода были превращены в карбинолы IIIa—в.



I—III a R¹ = H, R² = CH₃; б R¹ = H, R² = C₂H₅; в R¹ = R² = CH₃

Поскольку 5-натрийимидазолы IIa—в образуются с хорошими выходами (48...72%), они могут представить интерес в качестве ключевых соединений для синтеза разнообразных 5-замещенных этого гетероцикла.

Так, к фенолнатию, полученному из 1,1 г (48 ммоль) натрия и 2,6 г (23 ммоль) хлорбензола в 25 мл абсолютного толуола, при 30...35 °С добавляют в атмосфере аргона раствор 10 ммоль 1-метил-2-алкилимидазола Ia—в в 10 мл толуола в течение 10 мин, перемешивают при этой температуре в течение 5 ч, добавляют раствор 4,19 г (23 ммоль) бензофенона в 20 мл толуола и перемешивают 1,5 ч. Непрореагировавший натрий удаляют добавлением 5 мл спирта, а затем обычным путем выделяют дифенил(1-метил-2-алкилимидазолил-5)карбинолы IIIa—в.

Изомерные соединения — 1-метил-2-(1-алкил-2,2-дифенил-2-оксиэтил)имидазолы и 1-метил-2-(1,1-диметил-2,2-дифенил-2-оксиэтил)имидазол в продуктах реакций не обнаружены.

Дифенил(1-метил-2-этилимидазолил-5)карбинол (IIIa). Выход 48%. T_{пл} 183...184 °С (из этилацетата). Спектр ПМР (CDCl₃): 1,10 (3H, т, CH₃), 2,38 (2H, к, CH₂), 3,11 (3H, с, NCH₃), 5,12 (1H, уш. с, OH), 5,86 (1H, с, 4-H), 7,12 м. д. (10H, с, 2C₆H₅).

Дифенил(1-метил-2-пропилимидазолил-5)карбинол (IIIб). Выход 72%. T_{пл} 152...153 °С (из этилацетата). Спектр ПМР (CDCl₃): 0,85 (3H, т, CH₃), 1,59 (2H, м, CH₂), 2,42 (2H, т, CH₂), 3,18 (3H, с, NCH₃), 5,20 (1H, уш. с, OH), 5,91 (1H, с, 4-H), 7,15 м. д. (10H, с, 2C₆H₅).

Дифенил(1-метил-2-изопропилимидазолил-5)карбинол (IIIв). Выход 58%. T_{пл} 190...191 °С (из этилацетата). Спектр ПМР (CDCl₃): 1,12 (6H, д, 2CH₃), 2,82 (1H, м, CH), 3,19 (3H, с, NCH₃), 4,71 (1H, уш. с, OH), 5,90 (1H, с, 4-H), 7,11 м. д. (10H, с, 2C₆H₅).

Данные элементного анализа карбинолов IIIa—в соответствуют вычисленным.

По-видимому, аналогично соединениям Ia—в будут металлизироваться фенолнатрием и другие 1,2-диалкилимидазолы, у которых заместитель у атома углерода C(2) не является метильной группой.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Iddon B., Lim B. L. // J. Chem. Soc. Perkin Trans. I. — 1983. — N 2. — P. 271.
2. Brandsma L., Verkuijsse H. D. Preparative Polar Organometallic Chemistry. — Vol. 1. — Berlin; Heidelberg: Springer-Verlag, 1987. — P. 128.

Ю. В. Кошкиенко, Г. П. Шапкина, Б. А. Тертов

Ростовский государственный университет,
Научно-исследовательский институт
физической и органической химии,
Ростов-на-Дону 344104

Поступило в редакцию 25.05.94