СИНТЕЗ N-ОКСИДА 3-трет-БУТИЛ-6-МЕТИЛУРАЦИЛА

Окисление 6-метилурацила SeO₂ в кипящей уксусной кислоте приводит к образованию оротового альдегида, который не образуется при использовании других окисляющих систем (SeO₂ в воде, конц. H₂SO₄, диоксане, *трет*-бутаноле, CrO₃ в уксусной кислоте и пиридине, H₂O₂ в щелочной среде и в присутствии солей железа) [1]. Нами обнаружено, что при окислении 3-*трет*-бутил-6-метилурацила перманганатом калия в воде метильная группа в положении 6 не окисляется, а образуется N-оксид 3-*трет*-бутил-6-метилурацила:

К суспензии 18,2 г (0,1 моль) 3-трет-бутил-6-метилурацила в 100 мл воды при перемешивании и охлаждении водой по каплям добавляют раствор 15,8 г (0,1 моль) перманганата калия в 300 мл воды в течение 30 мин. Перемешивание продолжают еще на протяжении 30 мин, затем реакционную смесь отфильтровывают от оксида марганца, подкисляют до нейтральной среды, упаривают в вакууме до объема 50 мл и отфильтровывают образовавшиеся блестящие кристаллы. Выход N-оксида 3-трет-бутил-6-метилурацила 8 г (40%). Продукт устойчив при хранении, легко растворим в водных щелочах и кислотах при рН 2. $T_{\rm пл}$ 193 °C (из бензола). Спектр ПМР (дейтероацетон): 9,84 (1H, c, OH); 6,01 (1H, c, H); 2,40 (3H, c, CH3); 1,42 м. д. (9H, c, C(CH3)3). В масс-спектре оксида среди других присутствуют малоинтенсивный пик молекулярного иона с m/z 198 и интенсивный пик осколочного иона с m/z 141 [М-t-Ви] $^+$. Найдено, %: C 54,14; 54,24; H 7,08; 6,98; N 14,11; 14,18. С9H₁₄N₂O₃. Вычислено, %: C 54,30; H 7,08; N 14,14.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

 Михайлопуло И. А., Гунар В. И., Завьялов С. И. // Изв. АН СССР. — 1967. —№ 6.— С. 1388.

А. Ю. Колендо

Киевский университет им. Тараса Шевченко, Киев 252601, Украина

Поступило в редакцию 30.04.98

XTC. — 1998. — № 6. — C. 847

СИНТЕЗ 2-ФЕНАЦИЛ- И 2-(α-ТЕНОИЛМЕТИЛ)-2-ПОЛИФТОР-АЛКИЛИМИДАЗОЛИДИНОВ

Взаимодействие β -амино- β -полифторалкилвинилкетонов с этилендиамином при кипячении в спирте или бензоле приводит к образованию 2,3-дигидро-1,4-диазепинов, существующих в иминоенаминной форме и образующихся в результате двух нуклеофильных атак по β -углеродному атому и карбонильной группе [1]. Второе возможное направление реакции, ведущее к замыканию имидазолидинового цикла при двойной атаке по β -углеродному атому с отщеплением молекулы аммиака, на аминоенонах не наблюдалось, хотя об образовании 2-этоксикарбонилметил-2-трифторметилимидазолидина при взаимодействии этилендиамина с этилтрифторацетоацетатом ранее сообщалось [2].