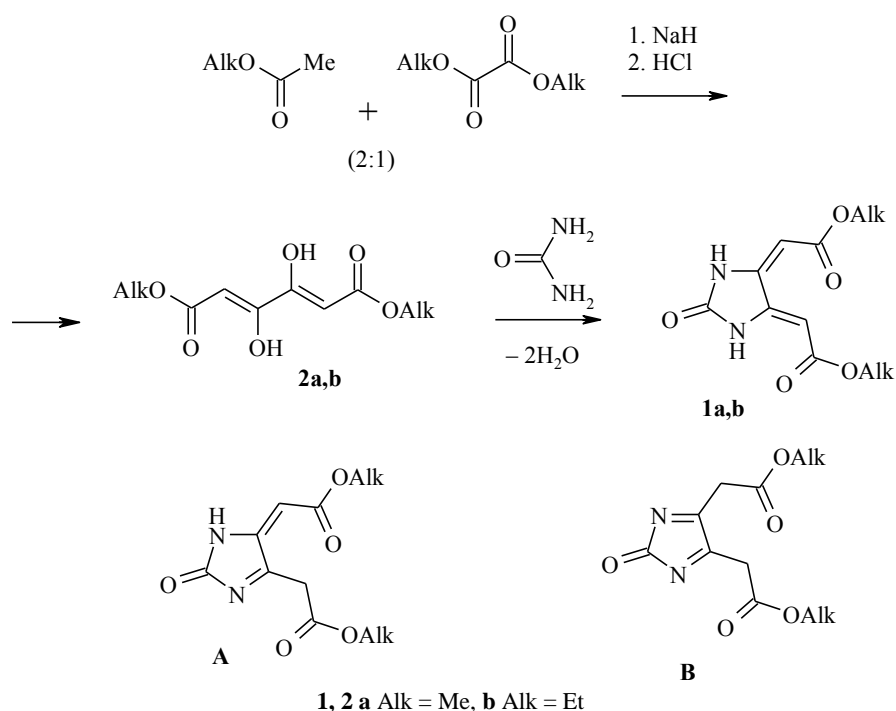


## СИНТЕЗ 2,2'-(2-ОКСОИМИДАЗОЛИДИН-4,5-ДИИЛИДЕН)ДИАЦЕТАТОВ

**Ключевые слова:** диалкилкетипинаты, 2,2'-(2-оксоимидазолидин-4,5-диил-иден)диацетаты, конденсация с мочевиной.

Илиденовые производные азотистых оксогетероциклов успешно используются в синтезе биологически активных соединений [1–3]. Бисоксо-илидензамещённые азолы и, в частности, диилиденацетаты на основе имидазолидина до наших исследований оставались недоступными.

Нами разработан простой способ получения неизвестных ранее 2,2'-(2-оксоимидазолидин-4,5-диилиден)диацетатов **1a,b** реакцией эфиров 3,4-ди-гидрокси-2,4-гексадиен-1,6-диоевой кислоты (диенольной формы диалкилкетипинатов) **2a,b** с мочевиной.



Исходные диалкилкетипинаты **2a,b** получены конденсацией алкил-ацетатов с диалкилоксалатами в присутствии гидроксида натрия [4].

В спектрах ЯМР  $^1\text{H}$  соединений **1a,b** имеются синглеты магнитно-эквивалентных протонов двух метиновых групп (5.55 и 5.57), а также двух групп NH гетероциклического ядра (9.23 и 9.25 м. д.). Нахождение перечисленных сигналов в сравнительно сильном поле предполагает (2*E*,2'*E*)-конфигурацию у илиденазолов **1a,b**. Сигналы протонов метиленовых групп в спектрах отсутствуют, что позволяет исключить возможные таутомерные формы – имидазолиновую (**A**) и имидазольную (**B**) – в растворах соединений **1a,b**.

ИК спектры имидазолидинов **1a,b** записаны на спектрометре Инфралюм ФТ-02 в вазелиновом масле. Спектры ЯМР  $^1\text{H}$  соединений **1a,b** зарегистрированы на приборе Bruker DRX-500 (500 МГц) в  $\text{CDCl}_3$ , внутренний стандарт ТМС.

**Диметилловый эфир 2,2'-(2-оксоимидазолидин-4,5-диилиден)диуксусной кислоты (1a).** Смесь 1.0 г (5 ммоль) диметилкетипината **2a** и 0.3 г (5 ммоль) мочевины нагревают 5 мин при 110 °С. Остаток растирают с эфиром и перекристаллизовывают из спирта. Выход 0.18 г (16%). Т. пл. 225–226 °С. ИК спектр,  $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ : 3397 ( $\text{NHCO}$ ), 3022 (CH), 2954 ( $\text{OCH}_3$   $\nu_{\text{as}}$ ), 2846 ( $\text{OCH}_3$   $\nu_{\text{s}}$ ), 1770 ( $\text{C=O}$ ), 1697 ( $\text{C=O}$ ), 1649 (C=C), 1445 ( $\text{CH}_3$   $\delta_{\text{as}}$ ), 1379 ( $\text{CH}_3$   $\delta_{\text{s}}$ ), 1287 (C–O–C  $\nu_{\text{as}}$  эфир), 1092 (C–O–C  $\nu_{\text{s}}$  эфир), 1034, 988, 929, 882, 848, 799 (C–C  $\nu_{\text{скелет}}$ ), 518 (C–C

$\delta_{\text{скелет}}$ ). Спектр ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $\delta$ , м. д.: 3.77 (6H, с, 2OCH<sub>3</sub>); 5.57 (2H, с, 2CH); 9.23 (2H, с, 2NH). Найдено, %: C

47.98; Н 4.21; N 12.17. C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Вычислено, %: С 47.79; Н 4.46; N 12.39.

Диэтиловый эфир 2,2'-(2-оксоимидазолидин-4,5-дилиден)диуксусной кислоты (1b) получают аналогично из 1.15 г (5 ммоль) диэтилкетипината 2b и 0.3 г (5 ммоль) мочевины. Выход 0.28 г (22%). Т. пл. 170 °С (из спирта). ИК спектр, ν, см<sup>-1</sup>: 3395 (NHCO), 3034 (CH), 2983 (CH<sub>3</sub> ν<sub>ас</sub>), 2940 (CH<sub>2</sub> ν<sub>ас</sub>), 2873 (CH<sub>2</sub> ν<sub>с</sub>), 1759 (COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>), 1685 (CONH), 1650 (C=C), 1465 (CH<sub>2</sub> δ<sub>ножн</sub>), 1423 (CH<sub>3</sub> δ<sub>ас</sub>), 1365 (CH<sub>3</sub> δ<sub>с</sub>), 1324 (CH<sub>2</sub> δ<sub>верн</sub>), 1280 (C–O–C ν<sub>ас</sub> эфир), 1088 (C–O–C ν<sub>с</sub> эфир), 1033, 975, 929, 816 (C–C ν<sub>скелет</sub>), 743 (CH<sub>2</sub> δ<sub>маятн</sub>), 480 (C–C δ<sub>скелет</sub>). Спектр ЯМР <sup>1</sup>H, δ, м. д.: 1.30 (6H, т, J = 7.1, 2OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 4.23 (4H, кв, J = 7.1, 2OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>); 5.55 (2H, с, 2CH); 9.25 (2H, с, 2NH). Найдено, %: С 52.25; Н 5.32; N 10.92. C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Вычислено, %: С 51.97; Н 5.55; N 11.02.

Работа выполнена при финансовой поддержке Федерального агентства по образованию РФ в 2009–2010 гг. (проект 1.3.09).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. С. Г. Перевалов, Я. В. Бургарт, В. И. Салоутин, О. Н. Чупахин, *Успехи химии*, **70**, 1039 (2001).
2. В. О. Козьминых, Е. Н. Козьминых, в кн. *Избранные методы синтеза и модификации гетероциклов*, IBS PRESS, Москва, 2003, т. 1, с. 255.
3. П. П. Муковоз, В. О. Козьминых, Е. А. Кириллова, А. С. Иванов, А. А. Фадеев, в кн. *Новые направления в химии гетероциклических соединений. Материалы Международ. конф.*, СГУ, Кисловодск, 2009, с. 392.
4. В. О. Козьминых, П. П. Муковоз, Е. А. Кириллова, *Вестн. Оренбургского гос. ун-та*, вып. 5, 155 (2009); [http://vestnik.osu.ru/2009\\_5/28.pdf](http://vestnik.osu.ru/2009_5/28.pdf)

П. П. Муковоз,<sup>а</sup> В. О. Козьминых,<sup>а,б,\*</sup> И. Н. Ноздрин,<sup>б</sup>  
Е. Н. Козьминых<sup>б</sup>

<sup>а</sup>Оренбургский государственный университет,  
Оренбург 460018, Россия  
e-mail: mpp27@mail.ru

Поступило 07.04.2010

<sup>б</sup>Пермский государственный педагогический  
университет, Пермь 614990, Россия  
e-mail: kvoncstu@yahoo.com

<sup>в</sup>Московский государственный университет  
технологий и управления, Пермский филиал,  
Пермь 614065, Россия  
e-mail: kvoncstu@yahoo.com