

Über Heterocyclen, 7. Mitt.:

Über das Imidazolone-(2)

Von

G. Zigeuner und W. Rauter

Aus der Lehrkanzel für Pharmazeutische Chemie der Universität Graz

(Eingelangt am 21. September 1965)

Das Imidazolone-(2) wird im sauren Medium zum 2-Oxo-4-[2-oxoimidazolidinyl-(5)]-imidazolin dimerisiert.

In acid solution imidazolone-(2) dimerizes yielding 2-oxo-4-[2-oxoimidazolidinyl-(5)]-imidazoline.

Das von *Marckwald*¹ aus dem α -Ureidoacetaldehyddiäthylacetal durch Behandlung mit Säuren erhaltene Produkt besteht nach *Duschinsky* und *Dolan*² aus dem Imidazolone-(2) (I) sowie einer Verbindung vom Schmp. 310°, die von den Autoren als „wahrscheinliches Dimeres oder Polymeres“ angesprochen wird.

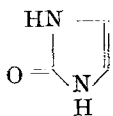
Gegenüber 2,4-Dimethylphenol verhält sich I analog den 2-Oxotetrahydropyrimidinen^{3, 4}, d. h., es wird in das 2-Oxo-5-(2-hydroxy-3,5-dimethylphenyl)-imidazolidin (II) umgewandelt. In Analogie zur Bildung der 2-Oxo-5-[2-oxohexahydropyrimidyl-(6)]-tetrahydropyrimidine³ erfolgt im sauren Medium Dimerisierung von I zu III unter Addition der CH-aciden Kernstelle 4 an die reaktive C=C-Doppelbindung eines weiteren Moleküls I. Das Oxo-4-[2-oxoimidazolidinyl-(5)]-imidazolin (III) addiert 2,4-Dimethylphenol zu VII; das Tetraacetat IV kann zu VI hydriert werden, welches bei Verseifung V gibt. V ist erwartungsgemäß gegenüber Phenolen indifferent.

¹ *W. Marckwald*, Ber. dtsh. chem. Ges. **25**, 2354 (1892).

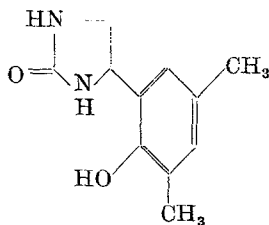
² *R. Duschinsky* und *L. A. Dolan*, J. Amer. Chem. Soc. **68**, 2350 (1946).

³ *G. Zigeuner* und *W. Rauter*, 6. Mitt. dieser Reihe, Mh. Chem. **96**, 1950 (1965).

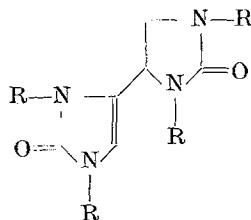
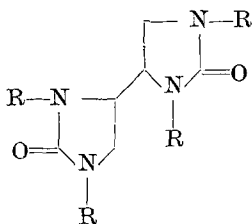
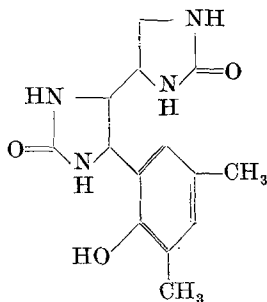
⁴ *G. Zigeuner*, *E. Fuchs* und *W. Galatik*, 9. Mitt. d. Reihe, Mh. Chem. **97**, 43 (1966).



I



II

III: R = H
IV: R = AcV: R = H
VI: R = Ac

VII

Experimenteller Teil

1. 2-Oxo-5-(2-hydroxy-3,5-dimethylphenyl)-imidazolidin (II)

3 g I und 10 ml 2,4-Xylenol werden wie üblich behandelt^{3, 4}. Plättchen aus Alkohol vom Schmp. 246°. Ausb. 48% d. Th.

$C_{11}H_{14}N_2O_2$. Ber. C 64,06, H 6,84, N 13,58.
Gef. C 64,27, H 6,91, N 13,48.

2. 2-Oxo-4-[2-oxoimidazolidinyl-(5)]imidazolin (III)

a) 2 g I werden in 7 ml Wasser und 15 ml Alkohol suspendiert, mit 0,2 ml konz. HCl 48 Stdn. bei 60° stehen gelassen und das kristallin anfallende Produkt aus Wasser umkristallisiert. Nadelbüschel vom Schmp. 310°. Ausb. 75%. Die Verbindung ist mit der von *Duschinsky*² erhaltenen identisch.

$C_6H_8N_4O_2$. Ber. C 42,85, H 4,80. Gef. C 43,04, H 4,78.

b) *Tetraacetat* IV. 3 g III werden mit 30 ml Ac_2O und 5 ml Pyridin 5 Stdn. zum Sieden erhitzt; nach dem Eindampfen und Umkristallisieren aus Benzol wird IV in 95proz. Ausb. erhalten. Stäbchen vom Schmp. 157°.

$C_{14}H_{16}N_4O_6$. Ber. C 50,00, H 4,80, Molgew. 336.
Gef. C 50,24, H 4,73, Molgew. 319.

c) 2-Oxo-4-[2-oxoimidazolidinyl-(5)]-5-(2-hydroxy-3,5-dimethylphenyl)-imidazolidin (VII). 1 g III und 10 ml 2,4-Xylenol werden wie üblich umgesetzt^{3, 4}. Plättchen aus Alkohol vom Schmp. 300°. Ausb. 7%.

$C_{14}H_{18}N_4O_3$. Ber. N 19,30. Gef. N 19,37.

3. 2-Oxo-4-[2-oxoimidazolidinyl-(5)]-imidazolidin (V)

a) *Tetraacetat VI*. 3 g Tetraacetat IV werden in 50 ml Eisessig bei Normaldruck und 20° mit *Adams-Platin* hydriert. Plättchen aus Benzol vom Schmp. 174°. Ausb. 96%.

$C_{14}H_{18}N_4O_6$. Ber. C 49,70, H 5,36, Molgew. 338.
Gef. C 49,98, H 5,49, Molgew. 334.

b) 1 g VI wird in 15 ml 10proz. methanol. KOH 30 Min. auf 50° erhitzt, wobei V ausfällt. Stäbchen aus Wasser vom Schmp. 365—370 °(Zers.). Ausb. 79%.

$C_6H_{10}N_4O_2$. Ber. C 42,35, H 5,92. Gef. C 42,55, H 6,07.