

5,5'-ДИАРИЛЗАМЕЩЕННЫЕ 1,1'-ДИГИДРОКСИ-2,2'-БИСИМИДАЗОЛЫ: РЕАКЦИИ С ИОДМЕТАНОМ И ТРИФЕНИЛФОСФИНОМ

© 2020 г. И. А. Оськина*, А. Я. Тихонов

ФГБУН «Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН»,
630090, Россия, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева 9

*e-mail: oi@nioch.nsc.ru

Поступила в редакцию 29 июня 2020 г.

После доработки 05 июля 2020 г.

Принята к публикации 10 июля 2020 г.

При алкилировании иодметаном в эквимольном соотношении 5,5'-диарилзамещенные 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолы образуют продукты алкилирования по атому азота имидазольного кольца, а с трехкратным избытком иодметана – продукты алкилирования как по атому азота имидазольного кольца, так и по двум гидроксигруппам. Реакция 5,5'-диарилзамещенных 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолов с Ph_3P приводит к образованию соответствующих 2,2'-бисимидазолов.

Ключевые слова: 5,5'-диарилзамещенные 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолы, 2,2'-бисимидазолы, метилирование, восстановление.

DOI: 10.31857/S0514749220100079

1-Гидрокси-1*H*-имидазолы (или таутомерные им имидазол-*N*-оксиды) образуют большой ряд производных имидазола, являются промежуточными в синтезе гетероциклических соединений и представляют интерес как потенциальные биологически активные вещества [1]. Среди этих соединений 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолы остаются мало изученными [1–3] и могут быть использованы как для синтеза производных 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолов, так и для синтеза 2,2'-бисимидазолов [3], на основе которых в настоящее время получены хиральные лиганды [4] и соединения с новыми оптическими свойствами [5].

Цель настоящей работы – изучение реакций 5,5'-диарилзамещенных 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолов с иодметаном и Ph_3P .

Алкилирование соединений **1a, b** эквимольным количеством иодметана приводит к образованию продуктов алкилирования по атому азота имидазольного кольца: 4,4'-метил-5,5'-диарилзамещенным 1'-гидрокси-1-метил-2,2'-бисимидазол-3-оксидам

2a, b (выход 82 и 96%) (схема 1). Алкилирование по атому азота имидазольного кольца, а не по гидроксильной группе ранее нами было показано [3] для алкилзамещенных 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолов. Нельзя исключить существование соединений **2a, b** в *N*-оксидной форме **A** или их таутомерное равновесие [1].

При взаимодействии арилзамещенных 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолов **1a, b** с избытком иодметана в диметилформамиде в присутствии карбоната калия при комнатной температуре образуются 5,5'-диарилзамещенные 2,2'-бисимидазолий иодиды **3a, b** с выходом 51 и 97%, соответственно (схема 2) (ср. [3]).

В спектрах ЯМР ^{13}C соединений **2a, b** химический сдвиг атома углерода, связанного с гетероатомом, наблюдается в области 32.3–32.6 м.д., что позволяет утверждать, что они являются *N*-алкилированными, а не *O*-алкилированными соединениями. Это хорошо согласуется как с данными спектров ЯМР ^{13}C иодидов **3a, b**, так и с лите-

Схема 1.

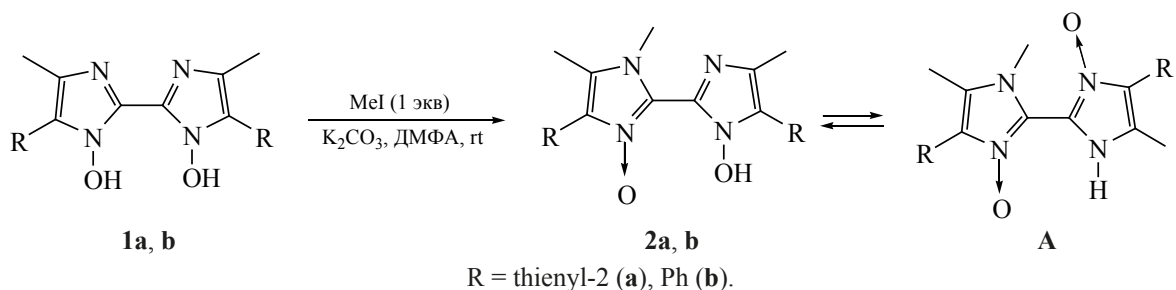
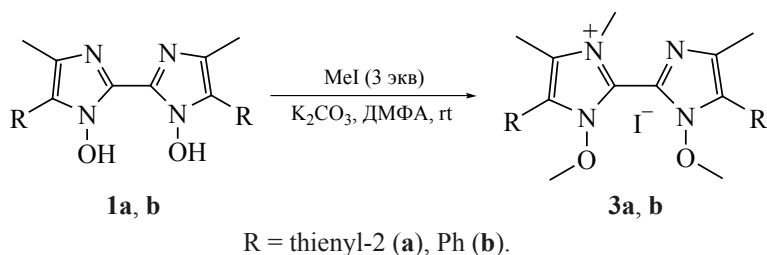


Схема 2.



ратурными данными [6]. Так в спектрах ЯМР ^{13}C иодидов **3a, b** химический сдвиг атома углерода, связанного с атомом азота, наблюдается в области 35.3–35.9 м.д., в то время как химический сдвиг атома углерода, связанного с атомом кислорода, наблюдается в области 69.0–70.8 м.д., разница составляет примерно 30 м.д., смещение в более слабое поле.

При восстановлении гидроксимидазолов **1a, b** трифенилфосфином образуются соответствующие имидазолы **4a, b** с выходом 43 и 88%, соответственно (схема 3).

Неизвестные ранее бисимидазолы **1a, c** получены из динитронов **5a, c** нагреванием динитрона **5a** в метаноле в присутствии уксусной кислоты, а динитрона **5c** – в метаноле в присутствии метилата натрия (ср. [7, 8]). Динитроны **5a, c** получены конденсацией уксуснокислых солей 1,2-гидроксиаминооксимов **6a, c** с глиоксалем в воде (схема 4).

Таким образом, алкилирование 5,5'-диарилзамещенных 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолов CH_3I протекает первоначально по атому азота, а не атому кислорода *N*-гидроксигруппы. 5,5'-Диарилзамещенные 1,1'-дигидрокси-2,2'-бисимидазолы восстанавливаются трифенилфосфином с образованием соответствующих 5,5'-диарилзамещенных 2,2'-бисимидазолов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

ИК спектры зарегистрированы в таблетках KBr на приборе Bruker Vector-22, ФРГ, год запуска: 1998. Спектры ЯМР ^1H и ^{13}C зарегистрированы в растворе в CDCl_3 или $\text{DMCO-}d_6$ на приборах Bruker AV-400, Германия, год выпуска 2007 (400 и 100 МГц), AV-300, Германия, год выпуска 2005 (300 и 75 МГц), DRX-500, ФРГ, год запуска: 1995 (500 и 125 МГц), внутренний стандарт – остаточные сигналы CDCl_3 (7.24 м.д. для ^1H и 76.90 м.д. для ^{13}C), остаточные сигналы $\text{DMCO-}d_6$ (2.50 м.д.

Схема 3.

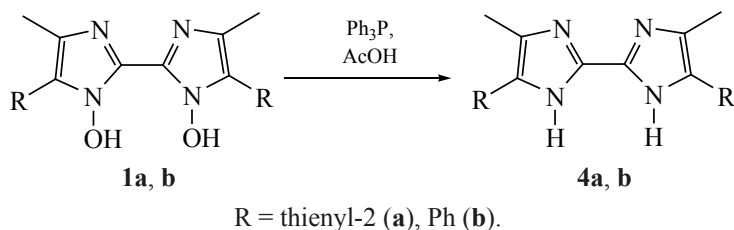
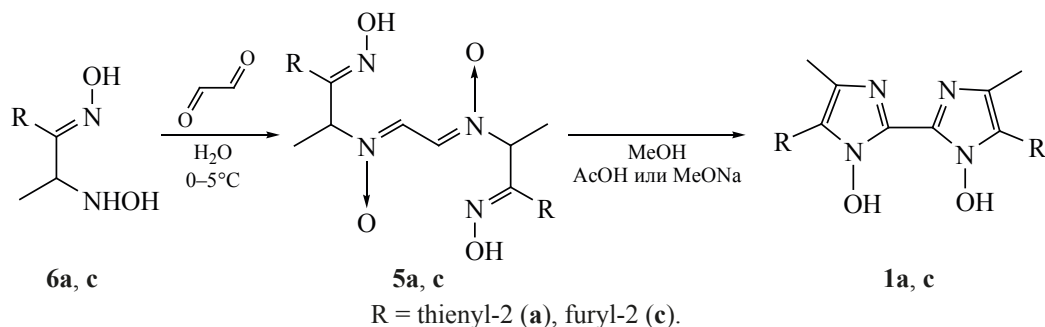


Схема 4.



для ^1H и 39.6 м.д. для ^{13}C). Химическая чистота растворителей более 99.9%. Температуры плавления измерены на приборе Mettler Toledo FD-900. Масс-спектры высокого разрешения (EI, 70 эВ) зарегистрированы на приборе DFS Thermo Electron, США. Контроль за ходом реакций и индивидуальностью полученных соединений осуществляли с помощью ТСХ на пластинах Sorbfil ПТСХ-АФ-А-УФ, элюент CHCl_3 . 1,1'-Дигидрокси-2,2'-бисимидазол (**1b**) был получен по методике [2], соединения **6a, c** – по методике [9].

5,5'-Бис(тиофен-2-ил)-4,4'-диметил-1H,1H'-2,2'-бисимидазол-1,1'-диола (1a). Раствор 0.75 г (1.9 ммоль) динитрона **5a** в 10 мл MeOH кипятили в присутствии 0.5 мл AcOH в течение 7 ч и упаривали. Остаток после упаривания растворителя хроматографировали (SiO_2 , элюент CHCl_3). Выход 0.56 г (82%), бежевый порошок, разлагается без плавления. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1628, 1506, 1445, 1298, 1219, 1103, 847, 688. Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м.д.: 2.47 с (6H, 2Me), 7.15 д.д. (2H, $\text{H}_{\text{тиофен}}$, J 3.6, 5.0 Гц), 7.42 д.д. (2H, $\text{H}_{\text{тиофен}}$, J 1.2, 5.0 Гц), 7.56 д.д. (2H, $\text{H}_{\text{тиофен}}$, J 1.2, 3.6 Гц). Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3 -DMCO- d_6 , 5:1), δ , м.д.: 12.22, 120.85, 123.96, 124.14, 124.85, 125.37, 127.04, 127.10. Масс-спектр: 358.0547 $[M]^+$. $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2$. M 358.0536.

5,5'-Бис(фуран-2-ил)-4,4'-диметил-1H,1H'-2,2'-бисимидазол-1,1'-диола (1c). Раствор 0.2 г (0.55 ммоль) динитрона **5c** в 10 мл MeOH кипятили в присутствии 1.84 ммоль CH_3ONa в течение 9.5 ч и упаривали. Реакционную смесь после охлаждения до комнатной температуры обрабатывали 10% HCl до pH ~ 8.0 и упаривали. Остаток после упаривания хроматографировали (SiO_2 , элюент CHCl_3). Выход 0.15 г (83%), бежевый по-

рошок, разлагается без плавления. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1647, 1556, 1425, 1277, 1221, 1009, 910, 746. Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3 -DMCO- d_6), δ , м.д.: 2.51 с (6H, 2Me), 6.42 д.д. (2H, $\text{H}_{\text{фуран}}$, J 1.8, 3.5 Гц), 7.06 д.д. (2H, $\text{H}_{\text{фуран}}$, J 0.5, 3.5 Гц), 7.42 д.д. (2H, $\text{H}_{\text{фуран}}$, J 0.5, 1.8 Гц). Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3 -DMCO- d_6 , 5:1), δ , м.д.: 11.72, 110.10, 110.26, 120.82, 122.66, 126.86, 141.08, 142.34.142.34, 141.08, 126.86, 122.66, 120.82, 111.10, 110.26, 11.72. Масс-спектр: 326.1009 $[M]^+$. $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4$. M 326.1010.

Получение соединений 2a, b (общая методика). К суспензии K_2CO_3 в 1 мл сухого ДМФА прибавляли бисимидазол **1a, b** в 3 мл сухого ДМФА и CH_3I . Смесь перемешивали 72 ч при комнатной температуре, разбавляли 3 мл воды, нейтрализовали 10% HCl, экстрагировали CHCl_3 (3×3 мл), экстракт сушили MgSO_4 . Остаток после упаривания растворителя хроматографировали (пластины с SiO_2 , элюент CHCl_3).

2-[1-Гидрокси-4-метил-5-(тиофен-2-ил)-1H-имидазол-2-ил]-1,5-диметил-4-(тиофен-2-ил)-1H-имидазол-3-оксид (2a). Получали из 0.4 ммоль K_2CO_3 , 0.072 г (0.2 ммоль) соединения **1a** и 0.2 ммоль CH_3I . Выход 0.06 г (81%), желтые кристаллы, т.пл. 159°C (с разл.). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1608, 1444, 1437, 1406, 1300, 1223, 1103, 849, 706. Спектр ЯМР ^1H (CDCl_3), δ , м.д.: 2.50 с (3H, Me), 2.51 с (3H, Me), 4.03 с (3H, Me), 7.11–7.16 м (2H_{тиофен}), 7.34–7.37 м (1H_{тиофен}), 7.45–7.48 м (1H_{тиофен}), 7.50–7.56 м (2H_{тиофен}). Спектр ЯМР ^{13}C (CDCl_3), δ , м.д.: 10.13, 15.68, 32.59, 122.69, 123.35, 124.36, 124.68, 125.02, 125.32, 126.37, 126.80, 126.84, 127.18, 127.53, 128.43, 129.55, 134.09. Масс-спектр: 372.0716 $[M]^+$. $\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2$. M 372.0709.

2-(1-Гидрокси-4-метил-5-фенил-1*H*-имидазол-2-ил)-1,5-диметил-4-фенил-1*H*-имидазол-3-оксид (2b). Получали из 0.72 ммоль K_2CO_3 , 0.125 г (0.36 ммоль) соединения **1b**, 0.36 ммоль CH_3I . Выход 0.12 г (92%), желтые кристаллы, т.пл. 171°C (с разл.). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1599, 1489, 1441, 1416, 1352, 1298, 1203, 1113, 953, 762, 698. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м.д.: 2.39 с (3H, Me), 2.40 с (3H, Me), 4.04 с (3H, Me), 7.29–7.35 м (1H_{аром}), 7.40–7.52 м (5H_{аром}), 7.59–7.68 м (4H_{аром}). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$), δ , м.д.: 9.54, 14.82, 32.30, 124.65, 125.46, 125.91, 126.78, 127.24, 127.73, 128.07, 128.38, 128.51, 128.69, 128.76, 128.99, 129.50, 134.49. Масс-спектр: 360.1582 $[M]^+$. $C_{21}H_{20}N_4O_2$. M 360.1581.

Получение соединений 3a, b (общая методика). К суспензии 0.87 ммоль K_2CO_3 в 3 мл сухого ДМФА прибавляли бисимидазол **1a, b** в 3 мл сухого ДМФА и CH_3I . Смесь перемешивали 72 ч при комнатной температуре, разбавляли 3 мл воды, нейтрализовали 10% HCl, экстрагировали $CHCl_3$ (3×3 мл), экстракт сушили $MgSO_4$. Остаток после упаривания растворителя хроматографировали (пластины с SiO_2 , элюент $CHCl_3$).

1,1'-Диметокси-2-[4'-метил-5'-(тиофен-2'-ил)-1*H'*-имидазол-2'-ил]-4-метил-5-(тиофен-2'-ил)-1*H*-имидазол-3-ия иодид (3a). Получали из 0.87 ммоль K_2CO_3 , 0.129 г (0.28 ммоль) соединения **1a**, 0.87 ммоль CH_3I . Выход 0.12 г (81%), желтые кристаллы, т.пл. 150°C (с разл.). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1616, 1572, 1446, 1433, 1371, 1311, 1238, 1026, 939, 843, 731, 710. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м.д.: 2.49 с (3H, Me), 2.67 с (3H, Me), 4.06 с (3H, Me), 4.08 с (3H, Me), 4.12 с (3H, Me), 7.21–7.24 м (1H_{тиофен}), 7.26–7.29 м (1H_{тиофен}), 7.49 д.д. (1H, H_{тиофен}, J 1.0, 3.8 Гц), 7.55 д.д. (1H, H_{тиофен}, J 1.0, 5.1 Гц), 7.67 м (1H_{тиофен}), 7.68 м (1H_{тиофен}). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$), δ , м.д.: 11.34, 15.21, 35.91, 69.79, 70.58, 120.57, 121.46, 123.76, 123.85, 126.26, 127.75, 127.83, 128.24, 129.16, 129.89, 130.50, 132.32, 136.52. Масс-спектр: 386.0854 $[M - CH_3I]^+$. $C_{18}H_{18}N_4O_2S_2$. $[M - CH_3I]$ 386.0866.

1,1'-Диметокси-2-(4'-метил-5'-фенил-1*H'*-имидазол-2'-ил)-4-метил-5-фенил-1*H*-имидазол-3-ия иодид (3b). Получали из 0.87 ммоль K_2CO_3 , 0.1 г (0.29 ммоль) соединения **1b**, 0.87 ммоль CH_3I . Выход 0.075 г (50%), желтые кристаллы,

т.пл. 138°C (с разл.). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1632, 1605, 1491, 1446, 1182, 1078, 1041, 955, 768, 702. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м.д.: 2.39 с (3H, Me), 2.54 с (3H, Me), 3.96 с (3H, Me), 3.98 с (3H, Me), 4.04 с (3H, Me), 7.42–7.48 м (1H_{аром}), 7.50–7.61 м (7H_{аром}), 7.73–7.99 м (2H_{аром}). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$), δ , м.д.: 10.78, 14.27, 35.34, 69.04, 70.78, 121.57, 123.09, 126.22, 128.00, 128.20, 128.48, 128.99, 129.13, 129.24, 129.86, 130.18, 130.68, 133.73, 136.03. Масс-спектр: 374.1730 $[M - CH_3I]^+$. $C_{22}H_{22}N_4O_2$. $[M - CH_3I]$ 374.1737.

Получение соединений 4a, b (общая методика). К раствору бисимидазола **1a, b** в 4 мл AcOH прибавляли трифенилфосфин, смесь реагентов кипятили в течение 4 ч. После охлаждения реакционную смесь упаривали, промывали 10 мл H_2O , сушили. Остаток кипятили с эфиром, нерастворившуюся часть хроматографировали (пластины с SiO_2 , элюент $CHCl_3$).

4,4'-Диметил-5,5'-ди(тиофен-2-ил)-1*H,1'*H-2,2'-бисимидазол (4a). Получали из 0.05 г (0.14 ммоль) соединения **1a**, 0.38 ммоль трифенилфосфина. Выход 0.040 г (88%), белые кристаллы, разлагаются без плавления. ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1630, 1439, 1296, 1219, 847, 694. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$), δ , м.д.: 2.47 с (6H, 2CH₃), 7.12–7.18 м (2H_{тиофен}), 7.40–7.45 м (2H_{тиофен}), 7.54–7.58 м (2H_{тиофен}). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$), δ , м.д.: 13.06, 123.46, 125.47, 126.14, 126.24, 126.88, 127.67, 128.02. Масс-спектр: 326.0654 $[M]^+$. $C_{16}H_{14}N_4S_2$. M 326.0658.

4,4'-Диметил-5,5'-дифенил-1*H,1'*H-2,2'-бисимидазол (4b). Получали из 0.1 г (0.29 ммоль) соединения **1b**, 0.79 ммоль трифенилфосфина. Выход 0.040 г (44%), белые кристаллы, т.пл. 247°C (с разл.). ИК спектр, ν , cm^{-1} : 1659, 1497, 1446, 1169, 769, 696. Спектр ЯМР 1H ($CDCl_3$ - $DMCO-d_6$), δ , м.д.: 2.28 с (6H, 2CH₃), 7.07–7.14 м (2H_{аром}), 7.20–7.24 м (4H_{аром}), 7.42–7.49 м (4H_{аром}). Спектр ЯМР ^{13}C ($CDCl_3$ - $DMCO-d_6$, 5:1), δ , м.д.: 11.30, 126.39, 127.06, 127.59, 128.20, 130.06, 132.06, 133.13. Масс-спектр: 314.1525 $[M]^+$. $C_{20}H_{18}N_4$. M 314.1526.

Получение соединений 5a, c (общая методика). Раствор 40% водного раствора глиоксаля в 5 мл воды прибавляли по каплям к суспензии ацета-

та 2-(гидроксиамино)-1-(тиофен-2-ил)- или 1-(фуран-2-ил)пропан-1-оноксима в воде при 0–5°C в течение 5 мин. Реакционную смесь перемешивали 4 ч при 0–5°C и оставляли без перемешивания на 16 ч. Выпавший осадок отфильтровывали, промывали водой (3×10 мл), сушили. Полученные нитроны **5a**, **c** использовали для циклизации без дополнительной очистки.

N,N'-Бис[1-Гидроксиимино-1-(тиофен-2-ил)-пропан-2-ил]этандинимин-*N,N'*-диоксид (**5a**). Получали из 4.87 ммоль 40% водного раствора гликоксиаля, 10.75 ммоль ацетата 2-(гидроксиамино)-1-(тиофен-2-ил)пропан-1-оноксима в 25 мл воды. Выход 1.82 г (95%), белый порошок, разлагается без плавления. ИК спектр, ν , см⁻¹: 1516, 1417, 1277, 1144, 1072, 974, 735. Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-*d*₆), δ , м.д.: 1.60 д (6H, 2Me, *J* 6.4 Гц), 5.79 к (2H, 2CH, *J* 6.4 Гц), 7.10–7.13 м (2H_{тиофен}), 7.59–7.62 м (2H_{тиофен}), 7.72–7.76 м (2H_{тиофен}), 8.10 с (2H, 2CH), 12.51 с (2H, 2OH). Спектр ЯМР ¹³C (ДМСО-*d*₆), δ , м.д.: 17.65, 17.70, 71.30, 71.39, 125.76, 127.11, 127.15, 128.04, 130.14, 130.18, 131.01, 144.34, 144.40. Масс-спектр: 394.0764 [*M*]⁺. C₁₆H₁₈N₄O₄S₂. *M* 394.0766.

N,N'-Бис[1-Гидроксиимино-1-(фуран-2-ил)-пропан-2-ил]этандинимин-*N,N'*-диоксид (**5c**). Получали из 1.78 ммоль 40% водного раствора гликоксиаля, 3.93 ммоль ацетата 2-(гидроксиамино)-1-(фуран-2-ил)пропан-1-оноксима в 10 мл воды. Выход 0.23 г (35%), белый порошок, т.пл. 91°C (с разл.). ИК спектр, ν , см⁻¹: 1520, 1477, 1273, 1144, 1028, 970, 754. Спектр ЯМР ¹H (ДМСО-*d*₆), δ , м.д.: 1.57 д (6H, 2Me, *J* 6.2 Гц), 5.65 к (2H, 2CH, *J* 6.2 Гц), 6.60–6.70 м (2H_{фуран}), 7.30–7.40 м (2H_{фуран}), 7.70–7.80 м (2H_{фуран}), 8.01 с (2H, 2CH), 12.22 с (2H, 2OH). Спектр ЯМР ¹³C (ДМСО-*d*₆), δ , м.д.: 17.08, 17.15, 69.75, 69.80, 112.24, 117.25, 127.05, 127.10, 141.11, 142.91, 142.95, 144.45, 144.48. Масс-спектр: 362.1221 [*M*]⁺. C₁₆H₁₈N₄O₆. *M* 362.1219.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность Химическому сервисному центру коллективного пользования СО РАН за проведение спектральных и аналитических измерений.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Никитина П.А., Перевалов В.П. *ХГС*. **2017**, *53*, 123–149. [Nikitina P.A., Perevalov V.P. *Chem. Heterocycl. Compd.* **2017**, *53*, 123–149.] doi 10.1007/s10593-017-2030-z
2. Tikhonov A.Ya., Selivanov B.A., Gatilov Yu.V. *Tetrahedron Lett.* **2015**, *56*, 159–161. doi 10.1016/j.tetlet.2014.11.056
3. Оськина И.А., Тихонов А.Я. *ЖОрХ*. **2020**, *56*, 303–306. [Os'kina I.A., Tikhonov A.Ya. *Russ. J. Org. Chem.* **2020**, *56*, 339–342.] doi 10.31857/S0514749220020214
4. Shen H.-Q., Wu B., Xie H.-P., Zhou Y.-G. *Org. Lett.* **2019**, *21*, 2712–2717. doi 10.1021/acs.orglett.9b00687
5. Matsumoto S., Watanabe M., Akazome M. *Org. Lett.* **2018**, *20*, 3613–3617. doi 10.1021/acs.orglett.8b01376
6. Преч Э., Бюльманн Ф., Аффольтер К. *Определение строения органических соединений. Таблицы спектральных данных*. М.: Мир, **2006**.
7. Оськина И.А., Тихонов А.Я. *ЖОрХ*. **2017**, *53*, 1223–1226. [Os'kina I.A., Tikhonov A.Ya. *Russ. J. Org. Chem.* **2017**, *53*, 1239–1242.] doi 10.1134/S1070428017080139
8. Оськина И.А., Тихонов А.Я. *ЖОрХ*. **2017**, *53*, 242–245. [Os'kina I.A., Tikhonov A.Ya. *Russ. J. Org. Chem.* **2017**, *53*, 236–239.] doi 10.1134/S1070428017020166
9. Григорьева Л.Н., Тихонов А.Я., Амитина С.А., Володарский Л.Б., Коробейничева И.К. *ХГС*. **1986**, *22*, 331–338. [Grigor'eva L.N., Tikhonov A.Ya., Amitina S.A., Volodarskii L.B., Korobeinicheva I.K. *Chem. Heterocycl. Compd.* **1986**, *22*, 268–275.] doi 10.1007/BF00514993

5,5'-Diaryl 1,1'-Dihydroxy-2,2'-biimidazoles: Reactions with Methyl Iodide and Triphenylphosphine

I. A. Os'kina* and A. Ya. Tikhonov

*N.N. Vorozhtsov Novosibirsk Institute of Organic Chemistry, Siberian Branch, Russian Academy of Science,
630090, Russia, Novosibirsk, pr. Akademika Lavrentieva 9
e-mail: oi@nioch.nsc.ru

Received June 29, 2020; revised July 5, 2020; accepted July 10, 2020

The reaction of 5,5'-diaryl substituted 1,1'-dihydroxy-2,2'-biimidazoles by using 1 mole CH_3I gives *N*-methyl 2,2'-biimidazole-3-oxides. The reaction with 3 moles CH_3I leads to the alkylation product on the *N*-atom of the imidazole cycle and on the both hydroxy groups with formation of corresponding imidazolium iodides. Reaction of 5,5'-diaryl substituted 1,1'-dihydroxy-2,2'-biimidazoles with Ph_3P results in formation corresponding 5,5'-diaryl substituted 2,2'-biimidazoles.

Keywords: 5,5'-diaryl 1,1'-dihydroxy-2,2'-biimidazoles, 2,2'-biimidazoles, methylation, reduction