



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1555326

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее авторское свидетельство на изобретение:
"Способ получения 1-метилимидазол-4,5-дикарбоксамида"

Автор (авторы): Иванов Эдуард Иванович и Федорова Галина Владимировна

Заявитель: ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ ИМ. А. В. БОГАТСКОГО
АН УССР

Заявка №

4398917

Приоритет изобретения 28 марта 1988г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений СССР

8 декабря 1989г.

Действие авторского свидетельства распространяется на всю территорию Союза ССР.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Ю. В. Селев
Земель





СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1555326** **A1**

(51) 5 C 07 D 233/66

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ ССОР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4398917/31-04

(22) 28.03.88

(46) 07.04.90. Бюл. № 13

(71) Физико-химический институт
им. А. В. Богатского АН УССР

(72) Э. И. Иванов и Г. В. Федорова

(53) 547.781.785 (088.8)

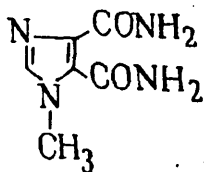
(56) Baxter R.A. and Spring F.S.,
I.C.S 1945, 232-234.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1-МЕТИЛИМИДАЗОЛ-
4,5-ДИКАРБОКСАМИДА

(57) Изобретение относится к гетеро-
циклическим соединениям, в частности

к получению 1-метилимидазол-4,5-ди-
карбоксамида, используемого в произ-
водстве лекарственных препаратов. Цель - повышение выхода целевого про-
дукта, упрощение и интенсификация
процесса. Получают продукт реакцией
имидазол-4,5-дикарбоксамида с диметил-
сульфатом при мольном соотношении 1:
:2,5-3 в среде растворителя при ком-
натной температуре и pH среды 8-9. Способ позволяет сократить время син-
теза целевого продукта в 7-8 раз по
сравнению с известным способом и
увеличить выход целевого продукта
до 85% (против 80%). 1 табл.

Изобретение относится к органичес-
кой химии, а именно к усовершенство-
ванному способу получения 1-метилими-
дазол-4,5-дикарбоксамида формулы



широко используемому в производстве
лекарственных препаратов.

Цель изобретения - повышение вы-
хода целевого продукта, упрощение и
интенсификация процесса.

Поставленная цель достигается
тем, что согласно способу имидазол-
4,5-дикарбоксамид подвергают метили-
рованию диметилсульфатом при моляр-
ном соотношении имидазол-4,5-дикар-
боксамид : диметилсульфат, равном

1:2,5-3, при комнатной температуре
и pH среды 8-9.

Пример 1. В трехгорлую колбу,
снабженную мешалкой, холодильником и
капельной воронкой, загружают 30,8 г
(0,2 М) имидазол-4,5-дикарбоксамида,
800 мл 100%-ного раствора КОН и при
непрерывном перемешивании и комнат-
ной температуре к суспензии прибав-
ляют по каплям 48 мл (0,5 М) диметил-
сульфата в течение 2 ч. Синтез сопро-
вождается контролем pH 8-9. После
окончания прибавления диметилсульфа-
та продолжают перемешивание еще 0,5 ч,
затем осадок отфильтровывают на во-
ронке Бюхнера и сушат на воздухе.
Выход 84-85%, т.пл. 264-265°C.

Перекристаллизацией из воды при
кипячении с активированным углем по-
лучают белые иглы 1-метил-имидазол-
4,5-дикарбоксамида с т.пл. 266°C.

оп **SU** (11) **1555326** **A1**

Структура полученного соединения подтверждена данными ИК-спектроскопии: $\nu_{\text{макс}}$ (KBr), см^{-1} : 1662, 1598 (CONH_2); 1492, 1394 (CH_3); 1650 ($\text{C}=\text{N}-\text{C}$). Данные элементного анализа.

Вычислено, %: C 42,86; H 4,76; N 33,33.

$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$.

Найдено, %: C 42,46; H 4,42; N 33,10.

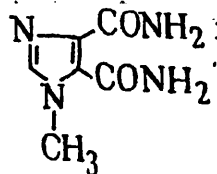
Молекулярная масса, измеренная масс-спектрометрически на приборе Varian MATCH-5 при ионизирующем напряжении 70 ЭВ, соответствует рассчитанной.

В таблице представлена зависимость выхода 1-метилимидазол-4,5-дикарбоксамида от условий проведения реакции.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет сократить время синтеза целевого продукта в 7-8 раз и уве-

личить выход целевого продукта до 85% (против 80%).

Формула изобретения
Способ получения 1-метилимидазол-4,5-дикарбоксамида формулы



путем взаимодействия метилирующего агента с производным имидазола в среде растворителя, отличающейся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, упрощения и интенсификации процесса, в качестве производного имидазола используют имидазол-4,5-дикарбоксамида, а в качестве метилирующего агента - диметилсульфат и процесс проводят при молярном соотношении имидазол-4,5-дикарбоксамида : диметилсульфат, равном 1:2,5-3, при комнатной температуре и pH среды 8-9.

Пример	Соотношение имидазол-4,5-дикарбоксамида и диметилсульфата, моль	Температура реакции, °C	pH	Выход, %
1	1:2,5	20	8	84,6
2	1:4	20	8	84,2
3	1:3	20	8	84,0
4	1:2	20	8	72,0
5	1:1,5	20	8	70,1
6	1:1	20	8	68,4
7	1:2,5	10	8	73,0
8	1:2,5	15	9	84,1
9	1:2,5	25	8	84,4
10	1:2,5	30	8	75,3
11	1:2,5	40	8	71,1
12	1:2,5	25	6,5	47,0
13	1:2,5	25	10	84,1
Известный	Диметил-имидазол-4,5-дикарбоновой кислоты: иодистый метил = 1:1	I стадия 65 II стадия 0 Затем 120		80,2

Составитель Г. Жукова

Редактор С. Патрушева

Техред А. Кравчук

Корректор М. Максимишинец

Заказ 537

Тираж 318

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101