

Acta Universitatis Palackianae Olomucensis. Facultas Rerum
Naturalium. Mathematica-Physica-Chemica

Jan Slouka; Karel Nálepa

Synthesa některých dalších derivátů 1-fenyl-5-kyano-6-azauracilu

Acta Universitatis Palackianae Olomucensis. Facultas Rerum Naturalium. Mathematica-Physica-Chemica, Vol.
6 (1965), No. 1, 253--(255)

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/119827>

Terms of use:

© Palacký University Olomouc, Faculty of Science, 1965

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

*Katedra organické, analytické a fyzikální chemie přírodovědecké fakulty.
Vedoucí katedry: Prof. RNDr. Eduard Ružička, kandidát věd.*

SYNTHESA NĚKTERÝCH DALŠÍCH DERIVÁTŮ
1-FENYL-5-KYANO-6-AZAUACILU

JAN SLOUKA a KAREL NÁLEPA

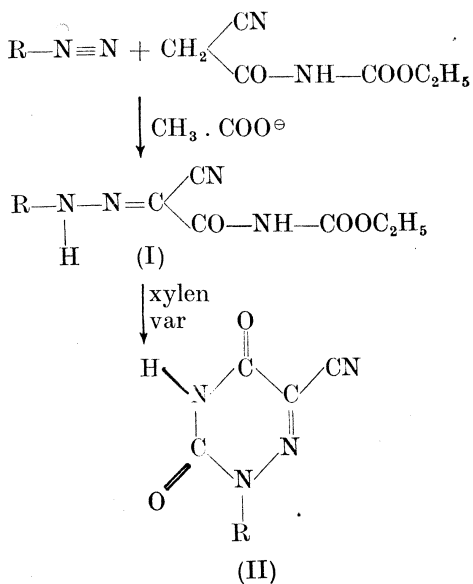
(Postoupeno dne 31. května 1964)

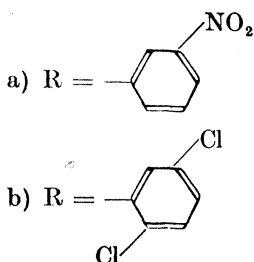
Věnováno památce na prof. RNDr. Mečislava Kuraše

V minulých sděleních [1]—[3] jsme popsali jednoduchou metodu vedoucí k nitrilům kyselin 1-aryl-6-azauracil-5-karbonových a k některým dalším derivátům těchto kyselin. Všimli jsme si zde především těch derivátů, kde jako aryl vystupoval buď nesubstituovaný fenyl, nebo fenyl substituovaný v p-poloze.

V tomto sdělení popisujeme přípravu některých dalších 1-aryl-5-kyano-6-azauracilů, u nichž jako aryl vystupuje fenyl substituovaný v jiných polohách.

Kopulací m-nitrobenzediazoniumchloridu s kyanacetylurethanem v prostředí vodného roztoku octanu sodného byl připraven m-nitrofenylhydrazonokyanacetylurethan (Ia). Analogickým způsobem byl z 2,5-dichlorbenzediazoniumacetátu připraven příslušný 2,5-dichlorfenylhydrazonokyanacetylurethan (Ib). Tyto látky byly pak varem v xylenu zcyklisovány na příslušné 6-azauracily, tj. na 1-(m-nitrofenyl)-5-kyano-6-azauracil (IIa) a 1-(2',5'-dichlorfenyl)-5-kyano-6-azauracil (IIb).





Experimentální část

m-Nitrofenylhydrazonokyanacetylurethan (Ia)

Roztok m-nitrobenzediazoniumchloridu připravený přidáváním roztoku NaNO_2 (1,38 g; 20 milimolů) v 5 ml vody za míchání a chlazení ke směsi m-nitroanilinu (2,76 g; 20 milimolů), 15 ml 37 % HCl a 15 g ledu, byl za chlazení a míchání přidáván k roztoku kyanacetylurethanu (4,2 g; 26,9 milimolů) a 30 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ v 900 ml ledové vody. Vyloučená krystalická sraženina byla po 2 hodinách odsáta a promyta vodou. Výtěžek obnáší 5,94 g (99 %). Po rekrystalisaci z ethanolu b. t. 203—205 °C.

Pro $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{O}_5\text{N}_5$ (305,25)
 vypočteno 22,95 % N
 nalezeno 22,84 % N

2,5-Dichlorfenylhydrazonokyanacetylurethan (Ib)

Tato látka byla připravena analogicky za použití roztoku 20 milimolů 2,5-dichlorbenzediazoniumacetátu. Tento roztok byl připraven diazotováním roztoku 2,5-dichloranilinu (3,24 g; 20 milimolů) v 8 ml konc. HCl a 20 ml H_2O roztokem 1,38 g NaNO_2 v 5 ml H_2O a následujícím přidáním roztoku 30 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ v 90 ml vody. Výtěžek činí 5,0 g (76,9 %). Po rekrystalisaci z ethanolu b. t. 172—174 °C.

Pro $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_4\text{Cl}_2$ (331,2)
 vypočteno 16,90 % N
 nalezeno 17,05 % N

1-(m-Nitrofenyl)-5-kyano-6-azauracil (IIa)

Směs hydrazonu Ia (1,0 g; 3,2 milimolů), 200 ml xylenu a několik kapek pyridinu byla vařena 51 hod. pod zpětným chladičem. Xylen byl pak oddestilován a zbytek rekrystalován ze směsi ethanol—voda. Výtěžek činí 750 mg (88,3 %). Po rekrystalisaci ze směsi ethanol—voda b. t. 268—271 °C.

Pro $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{O}_4\text{N}_5$ (259,18)
 vypočteno 27,02 % N
 nalezeno 27,18 % N

1-(2',5'-Dichlorfenyl)-5-kyano-6-azauracil (IIb)

Tato látka byla připravena analogicky z hydrazonu Ib ve výtěžku 86,8 %.
Po rekrytalisaci ze směsi ethanol—voda b. t. 242—244 °C.

Pro $C_{10}H_4O_2N_4Cl_2$ (285,3)

vypočteno 19,64 % N

nalezeno 19,81 % N

LITERATURA

- [1] *Slouka, J.*: Monatsh. f. Chem. 94, 258 (1963)
[2] *Slouka, J., Nálepa, K.*: Monatsh. f. Chem. 94, 694 (1963)
[3] *Slouka, J.*: Monatsh. f. Chem. (v tisku)

РЕЗЮМЕ

СИНТЕЗ НЕКОТОРЫХ ДАЛЬНЕЙШИХ ДЕРИВАТОВ 1-ФЕНИЛ-5-ЦЫАНО-6-АЗАУРАЦИЛА

ЯН СЛОУКА и КАРЕЛ НАЛЕПА

Методом, описанным в предыдущих статьях [1]—[3], был синтезирован *m*-нитрофенилгидразоноцианацетилуретан (Ia), 2,5-дихлорфенилгидразоноцианацетилуретан (Ib), 1-(*m*-нитрофенил)-5-циано-6-азурацил (IIa) и 1-(2',5'-дихлорфенил)-5-циано-6-азурацил (IIb).

ZUSAMMENFASSUNG

DIE SYNTHESE EINIGER WEITERER DERIVATE DES 1-PHENYL-5-CYANO-6-AZURACILS

JAN SLOUKA und KAREL NÁLEPA

Durch die Methode, deren Beschreibung in den vorhergehenden Mitteilungen [1]—[3] angeführt worden ist, wurden *m*-Nitrophenylhydrazonocyanacetylurethan (Ia), 2,5-Dichlorphenylhydrazonocyanacetylurethan (Ib), 1-(*m*-Nitrophenyl)-5-cyano-6-azauracil (IIa) und 1-(2',5'-Dichlorphenyl)-5-cyano-6-azauracil (IIb) hergestellt.