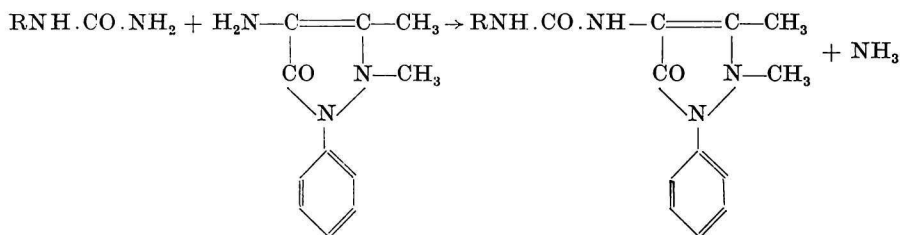


N-SUBSTITUOVANÉ DERIVÁTY FENYLDIMETYLPIRAZOLÓNKARBAMIDU

J. TAMCHYNA, J. BULÍK

Katedra organickej technológie Slovenskej vysokej školy technickej v Bratislave

1-Fenyl-2,3-dimetyl-5-pyrazolón-4-karbamid pripravil už Knorr [1] reakciou aminoantipyrínu s kyselinou kyanatou. Neskoršie r. 1902 Jaffe [2] dokázal, že podaný dimetylamino-fenyldimetylpyrazolón je ľudským organizmom z malej čiastky vylučovaný močom ako fenyldimetylpyrazolónkarbamid a že teda možno túto látku počítať medzi pravdepodobné produkty odbúravania pyrazolónových analgetík v organizme. Konečne Weil a Syngierowna [3] r. 1928 pripravili uvedenú látku púhym tavením 4-amino-1-fenyl-2,3-dimetyl-5-pyrazolónu s močovinou pri teplote 132 °C. O tom, či táto látka javí analgetické, antipyretické, antiartritické alebo antiflogistické pôsobenie, nepodarilo sa nám nájsť v dostupnej literatúre zprávy. Pretože spôsob, ktorý Weil a Syngierowna volili na prípravu 1-fenyl-2,3-dimetyl-5-pyrazolón-4-karbamid, je možný i so substituovanými karbamidmi, pokúsili sme sa takto pripraviť niektoré N-substituované deriváty 1-fenyl-2,3-dimetyl-5-pyrazolón-4-karbamid, teda látky tohto typu:

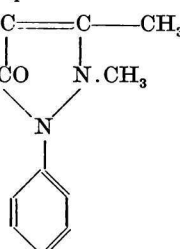
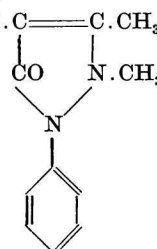


N-substituované močoviny boli pripravené kondenzačnou reakciou príslušného alkylamínu s močovinou a prečistené prekryštalovaním z etanolu [4, 5, 6, 7].

Experimentálna časť

10,16 g (0,05 mólu) 1-fenyl-2,3-dimetyl-4-amino-5-pyrazolónu sa rozotrie s 3 g (0,05 mólu) močoviny, resp. s 0,05 mólu N-substituovanej močoviny a dá sa do frakčnej banky opatrenej priestupníkom za účelom sledovania amoniaku unikajúceho v priebehu reakcie. Močovina, resp. N-substituované močoviny sa vopred dokonale vysušia. Zmes sa potom 8—10 hodín zahrieva na olejovom kúpeli na teplotu 135 °C. Po skončení tavenia sa reakčná zmes rozpustí za tepla v alkohole, prefiltruje cez aktívne uhlie a nechá sa kryštalovať. Produkt sa prečistí prekryštalovaním z alkoholu. Získané látky sú uvedené v tab. 1. Body topenia sú nekorigované.

Tabuľka 1

Látka	B. t. °C	N % teore- tický	N % ziste- né	Výťažok % teore- tický	Roz- pust- nosť pri 20 C g/100 ml H ₂ O
$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_4$ $\text{H}_2\text{N} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{C} = \text{C} - \text{CH}_3$  $M = 246,26$	245	22,75	22,67	70—75	0,74
$\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{O}_2\text{N}_4$ $\text{CH}_3 \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{C} = \text{C} \cdot \text{CH}_3$  $M = 260,29$	205	21,52	21,47	30—40	—

Získané produkty sú biele kryštalické látky bez chuti a zápachu, dobre rozpustné v chloroforme, acetóne a v kyseline octovej, menej rozpustné v etanole, metanole a v éteri. Rozpustnosť vo vode udáva tab. 2.

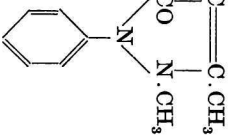
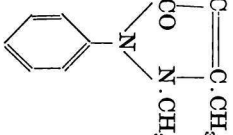
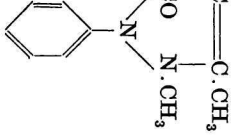
O farmakodynamickom pôsobení týchto látok budeme referovať na inom mieste.

Za analytické stanovenie ďakujeme inž. J. Beichtovi, vedúcemu analytického laboratória Chemického ústavu Slovenskej akadémie vied v Bratislave.

Súhrn

Kondenzačnou reakciou pri teplote 135 °C N-substituovaných močovín s 1-fenyl-2,3-dimetyl-4-amino-5-pyrazolónom boli pripravené N'-metyl-, N'-etyl-, N'-butyl- a N'-fenyl-1-fenyl-2,3-dimetyl-5-pyrazolón-4-karbamid.

Tabuľka 2

Látka	B. t. °C	N % teore- tický	N % zis- tené	Výťažok % teoretický	Rozpust- nosť pri 20 °C, g/100 ml H ₂ O
$C_{14}H_{16}O_2N_4$ $CH_3 \cdot CH_2NH \cdot CO \cdot NH \cdot C \equiv C \cdot CH_3$ 	240	20,43	20,65	75—80	0,41
$M = 274,31$ $C_{16}H_{22}O_2N_4$ $CH_3 \cdot (CH_2)_3NH \cdot CO \cdot NH \cdot C \equiv C \cdot CH_3$ 	238	18,53	18,85	85—88	0,71
$M = 302,37$ $C_{16}H_{18}O_2N_4$ 	235	17,38	17,18	60—70	0,16
$M = 322,35$					

N-SUBSTITUIROVANÉ PROIZVODNÉ FENYLDIMETIL-
PIRAZOLONKARBAMIDA

И. ТАМЧИНА, Я. БУЛИК

Кафедра органической технологии Словацкой высшей технической школы в Братиславе

Выводы

Конденсационной реакцией при температуре 135 °C N-субstitированных мочевиин с 1-фенил-2,3-диметил-4-амино-5-пиразолона, были приготовлены N'-метил-, N'-этил-, N'-бутил- и N'-фенил-1-фенил-2,3-диметил-5-пиразолон-4-карбамид.

Поступило в редакцию 6. 8. 1957 г.

N-SUBSTITUIERTE DERIVATE
DES PHENYLDIMETHYLPYRAZOLONCARBAMIDS

J. TAMCHYNA, J. BULÍK

Lehrstuhl für organische Technologie an der Slowakischen Technischen Hochschule
in Bratislava

Zusammenfassung

Durch eine Kondensationsreaktion bei einer Temperatur von 135 °C wurden aus N-substituiertem Harnstoff mit 1-Phenyl-2,3-dimethyl-4-amino-5-pyrazolon folgende Verbindungen hergestellt: N'-Methyl-, N'-Äthyl-, N'-Butyl- und N'-Phenyl-1-phenyl-2,3-dimethyl-5-pyrazolon-4-carbamid.

In die Redaktion eingelangt den 6. 8. 1957

LITERATÚRA

1. Knorr, *Ann.* 293, 65 (1898); *Ber.* 16, 2597 (1883); 17, 546, 2037 (1884); *Ann.* 238, 202 (1886). — 2. Jaffe, *Ber.* 35, 2891 (1902). — 3. Weil, Syngierowna, *Roczniki Chemii* 8, 177 (1928). — 4. Ježo, Babor, Votický, *Chem. zvesti* 6, 273 (1952). — 5. Bognár, Farkas, Békési, *Acta Chim. Acad. Sci. Hung.* 3, 255 (1953); 4, 355 (1954). — 6. Hoshino T., Mukaiyama, Hoshino H., *J. Am. Chem. Soc.* 74, 3097 (1952). — 7. Seiberlich, Campbell, *Science* 115, 546 (1952).

Došlo do redakcie 6. 8. 1957