



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226931
(11) (B1)

[22] Přihlášeno 24 06 82
[21] (PV 4737-82)

[51] Int. Cl.³
C 09 B 56/20
C 09 B 26/06

[40] Zveřejněno 24 06 83

[45] Vydáno 15 05 86

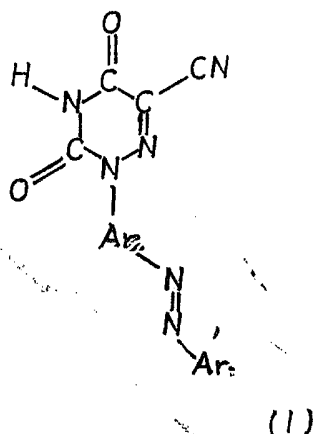
(75)
Autor vynálezu

SLOUKA JAN doc. RNDr. CSc., OLOMOUČ

(54) Azobarvivo s 6-azauracilovým cyklem a způsob jeho přípravy

1

Vynález se týká azobarviv obsahujících v molekule 6-azauracilový cyklus. Z těchto látek jsou dosud známé 1-aryl-5-arylo-6-azauracily. Předmětem přihlášky vynálezu jsou azobarviva s 6-azauracilovým cyklem obecného vzorce I,

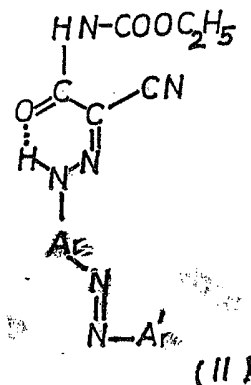


kde

Ar = p-fenyl; Ar' = fenyl nebo
Ar = 1,4-naftylen; Ar' = fenyl nebo
Ar = 1,4-naftylen; Ar' = p-nitrofenyl,

2

a způsob jejich přípravy diazotací amino-sloučenin. Vzniklé diazoniové soli se kopulují s kyanacetylkarbamátem ethylnatým v prostředí vodného roztoku natrium acetátu za vzniku odpovídajících arylhydrazonů obecného vzorce II,



kde Ar a Ar' mají výše uvedený význam, které se termickou nebo alkalickou cyklizací převedou na příslušná azobarviva obecného vzorce I.

Tato azobarviva, vzhledem ke své konstituci, mají afinitu k celulóзовým i proteino-

vým vláknům a specifickou afinitu k nukleovým kyselinám. Vzhledem k tomu, že náleží k 1-aryl-6-azauracilům, jsou zajímavá i z hlediska kokcidiostatické účinnosti.

Způsob jejich přípravy je blíže objasněn v následujícím příkladu.

Azobenzen-4-ylhydrazonokyanacetylkarbamát etylnatý (II, Ar = p-fenyl, Ar' = fenyl).

Směs 4,70 g (20,11 mmol) hydrochloridu 4-aminoazobenzenu, 100 ml vody, 80 ml kyseliny octové a 10 ml 37% HCl byla ochlazená v ledové lázni a po přidání ledové drti diazotována roztokem 1,39 g (20,00 mmol) NaNO₂ v 15 ml ledové vody. Reakční směs byla 20 min. míchána v ledové lázni a pak byla po částech a za míchání přidána k roztoku 4,20 g (26,9 mmol) kyanacetylkarbamátu ethylnatého a 70 g CH₃COONa v 1000 ml vody, který byl před tím ochlazen v ledové lázni a přidáním ledové drti. Vyloučená sytě žlutá krystalická látka byla druhého dne odsáta a důkladně promyta vodou. Výtěžek činil 6,50 g (89,2 %). Po rekrystalizaci z ethanolu byla t. t. 198 až 200 °C, za opětovného ztuhnutí.

Pro C₁₈H₁₆N₆O₃ (364,36)

vypočteno:

59,33 % C; 4,43 % H; 23,07 % N

nalezeno:

59,50 % C; 4,54 % H; 22,90 % N

1-(Azobenzen-4-yl)-6-azauracil-5-karbonitril (I Ar = p-fenylen, Ar' = fenyl)

a) Termickou cyklizací: směs 3,65 g (10,0 mmol) hydrazonu obecného vzorce II, kde

Ar a Ar' mají výše uvedený význam a 150 ml dekalinu byla 6 hod. vařena pod zpětným chladičem a ochlazená. Žlutá krystalická látka byla odsáta, promyta petroletherem a vysušena. Výtěžek činil 2,55 g (80,1 %). Po rekrystalizaci z toluenu byla t. t. 270 až 272 °C.

Pro C₁₆H₁₀N₆O₂ (318,29)

vypočteno:

60,37 % C; 3,17 % H; 26,41 % N

nalezeno:

60,11 % C; 3,21 % H; 26,22 % N

b) Alkalickou cyklizací: směs 365 mg (1,00 mmol) jemně rozetřeného hydrazonu obecného vzorce II, kde Ar a Ar' mají výše uvedený význam, 220 mg Na₂CO₃ a 60 ml vody byla 10 min. zahřívána na vroucí vodní lázni, pak zředěna 160 ml vroucí vody a po 5 min. zahřívání na vroucí vodní lázni přefiltrována a okyselena do pH 1. Vyloučená krystalická látka byla po několika hod. odsáta, promyta vodou a vysušena na vzduchu. Výtěžek monohydrátu činil 285 mg (84,7 %). Po rekrystalizaci ze směsi ethanol—voda byla t. t. 270 až 272 °C.

Pro C₁₆H₁₂N₆O₃ (336,30)

vypočteno:

57,14 % C; 3,60 % H; 24,99 % N

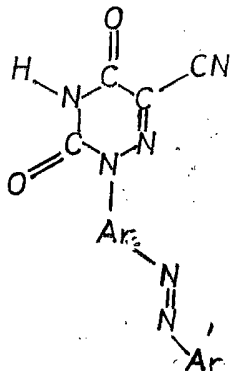
nalezeno:

57,25 % C; 3,64 % H; 25,05 % N

Sušením monohydrátu při 150 °C do konstatní hmotnosti byl zjištěn hmotnostní úbytek odpovídající ztrátě 1 molekuly vody.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Azobarvivo s 6-azauracilovým cyklem obecného vzorce I,

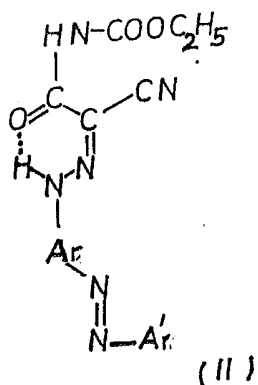


(I)

kde

Ar = p-fenylen; Ar' = fenyl.

2. Způsob přípravy azobarviva s 6-azauracilovým cyklem obecného vzorce I, kde Ar a Ar' má v bodu 1 uvedený význam, vyznačující se tím, že odpovídající diazotované aminosloučeniny se kopulují s kyanacetylkarbamátem ethylnatým a vzniklý arylhydrazon obecného vzorce II,



kde

Ar a Ar' mají výše uvedený význam, se alkalicky nebo termicky cyklizuje.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že kopulace se provádí v prostředí vodného roztoku natriumacetátu.