

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

267 945

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 239/54

(21) PV 7880-87.W

(22) Prihlášené 04 11 87

(40) Zverejnené 12 07 89

(45) Vydané 31 07 90

(75)
Autor vynálezu

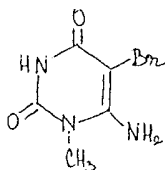
ŠTIBRÁNYI LADISLAV ing. CSo.,
VEVERKA MIROSLAV ing. CSo., BRATISLAVA,
JENDRICHOVSKÝ JÁN ing. CSo., MODRA

(54)

Spôsob prípravy 5-bróm-6-amino-1-metyl-
uracilu

(57) Predmetom riešenia je spôsob prípravy 5-bróm-6-amino-1-metyluracilu, ktorý je medziproduktom výroby teobromínu, reakciou brómu vo vode z 6-amino-1-metyluracilom pri zvýšenej teplote. Pri tomto prevedení je úplne potlačený vznik di-brómderivátu, výhodou je tiež jednoduché prevedenie.

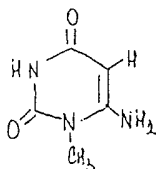
Predmetom vynálezu je spôsob prípravy 5-bróm-6-amino-1-metyluracilu vzorca I



(I),

ktorý je medziproduktom pre prípravu purinových báz.

Doposiaľ sa predmetná zlúčenina pripravovala reakciou 6-amino-1-metyluracilu vzorca II



(II),

s brómom vo vode pri teplotách okolo 20 °C (Barker, Luthy: J. Chem. Soc. 1965, 917-920 alebo v kyseline octovej (Wojciechowski J., Poľský patent 42 976). Ďalším spôsobom prípravy je pôsobenie brómu v alkaliickom vodnom prostredí (ž. AO 267082), ktorý sa síce vyznačuje zníženým obsahom dibrómderivátu, pri reakcii vzniká odpad vodného roztoku alkaliických bromidov.

Spôsobom podľa vynálezu sa predmetná zlúčenina vzorca I pripravuje z 6-amino-1-metyluracilu vzorca II a brómu vo vodnom prostredí za teploty 50 - 100 °C. Používa sa molárny pomer brómu k 6-amino-1-metyluracilu vzorca II 1:1 až 2:1.

Výhodou tohto prevedenia reakcie je rýchly priebeh, pri teplotách 50 - 100 °C je úplne potlačený vznik dibrómderivátu. Reakcia je mierne exotermná, čo postačuje na udržiavanie reakčnej teploty, umožňuje viesť túto reakciu adiabatickým kontinuálnym spôsobom.

V ďalšom je predmet vynálezu objasnený na príkladoch bez toho, že by sa na tieto výlučne obmedzoval.

Príklad 1

Zmes 140 g (1,0 mólu) 6-amino-1-metyluracilu v 1 000 ml vody sa zohreje na 50 °C. V priebehu 20 minút sa za intenzívneho miešania privedie pod hladinu 61,2 ml (192 g; 1,2 mólu) brómu. Teplota sa pri pridávaní samočinne zvýši na 80 °C. Produkt sa odfiltruje, premyje 100 ml vody a rozpustí v 500 ml 2M roztoku NaOH. Pridá sa aktívne uhlie, odfiltruje a filtrát sa okyslí 60 ml kyseliny octovej. Z roztoku vypadne produkt, ktorý sa odsaje, premyje 200 ml vody, 200 ml etanolu a vysuší pri 105 °C. Získa sa 162 g (73 %) 5-bróm-6-amino-1-metyluracilu t.t. 283 až 286 °C.

V tab. 1 sú uvedené rôzne reakčné podmienky tohto prevedenia

n	Br ₂ (mol)	MAU ¹ (mol)	T (°C)	Spracovanie	Výťažok	Teplota topenia
1	1	1	75-80	A	67,2	281-285
2	1,5	1	75-80	B	78,1	280-285
3	2,0	1	75-80	B	41,3	281-284
4	0,12	0,1	80	B	72,0	280-285
5	0,08	0,04	90-100	A	63,0	283-286

n - číslo pokusu

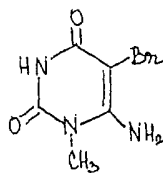
1 - 6-amino-1-metyluracil

A - produkt sa čistil cez sodnú soľ

B - produkt sa izoloval bez čistenia cez sodnú soľ

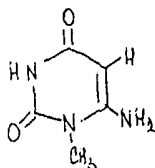
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob prípravy 5-brom-6-amino-1-metyluracilu vzorca I



(I),

z 6-amino-1-metyluracilu vzorca II



(II)

a brómu vo vodnom prostredí vyznačený tým, že reakcia sa uskutočňuje pri teplote 50 - 100 °C.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa používa molárny pomer brómu k 6-amino-1-metyluracilu vzorca II 1:1 až 2:1.