



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

265 783

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 D 239/54

(22) Prihlášené 03 12 87

(21) PV 8786-87.J

(40) Zverejnené 10 02 89

(45) Vydané 15 12 89

(75)

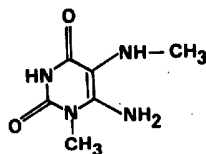
Autor vynálezu

ŠTIBRÁNYI LADISLAV ing. CSc., VEVERKA MIROSLAV ing. CSc., BRATISLAVA,
JENDRICHOVSKÝ JÁN ing. CSc., MODRA, NEVYDAL JOZEF ing., HLOHOVEC

(54) Spôsob prípravy 1-metyl-5-metylamíno-6-amínouracilu

(57) Predmetom riešenia je spôsob prípravy 1-metyl-5-metylamíno-6-amínouracilu reakciou kvapalného bezvodého metylamínu s 1-metyl-5-bróm-6-amínouracilom pri teplotách -6°C až 80°C a molárnych pomeroch metylamínu: uracil = 4:1 až 50:1. Predmetná zlúčenina slúži ako medziprodukt pri príprave teobromínu.

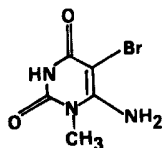
Vynález se týka spôsobu prípravy 1-metyl-5-metylamino-6-aminouracilu vzorca I



/I/

ktorý je medziproduktom pre výrobu teobromínu.

Boli popísané prípravy predmetnej zlúčeniny vzorca I z 1-metyl-5-bróm-6-aminouracilu vzorca II



/II/

pôsobením metylamínu v pyridíne (Jap. pat. 7 411 389) alebo vo vodnom roztoku metylamínu (Poľský pat. 42 976).

Spôsobom podľa vynálezu sa predmetná zlúčenina vzorca I získava z brómderivátu vzorca II pôsobením nadbytku kvapalného bezvodého metylamínu, ktorý pôsobí jednak ako reakčné činidlo, jednak ako rozpúšťadlo. Reakcia prebieha pri teplotách od -6°C do 80°C v uzavretých nádobách za tlaku, je potrebné použiť nadbytok metylamínu voči brómderivátu vzorca II v pomere 4:1 až 50:1.

Výhodou takéhoto provedenia reakcie je vysoká selektivita reakcie spôsobená bezvodým prevedením procesu, ako aj nadbytkom metylamínu, ktorý sa dá ľahko recyklovať po ukončení reakcie oddestilovaním. Metylamin z reakčnej zmesi vydestiluje a skvapalní sa soľankovým chladičom, čo umožňuje priemyselné využitie reakcie.

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

P r í k l a d 1

4,4 g 1-metyl-6-amino-5-brómuracilu (0,02 M) sa zmieša k 25 ml bezvodého metylamínu a zmes sa v uzavretej tlakovej trubici zahrieva na teplotu 40°C 4 hodiny.

Po skončení zahrievania se ešte 6 hodín reakčná zmes mieša. Po skončení reakcie sa uvoľnením uzáveru odparí prebytočný metylamin a k zvyšku sa pridá 45 až 50 ml etanolu a suspenzia sa 10 minút povarí. Po ochladení sa odsaje biely kryštalický 1-metyl-6-amino-5-metylamínouracil (2,8 g, 79,4 %) s t. t. 225 až 230°C .

P r í k l a d 2

Zmes 4,4 g 1-metyl-6-amino-5-brómuracilu (0,02 M) a 20 ml bezvodého metylamínu sa mieša v uzavretej aparátúre pri teplote 20°C 24 hodín. Odparí sa prebytočný metylamin, tuhý zvyšok sa rozpustí v 15 ml vody prídavkom 1,5 až 2 ml kyseliny octovej. Pridá sa aktívne uhlie, prefiltruje a číry roztok sa vyzráža vodným amoniakom. Vypadnutý 1-metyl-6-amino-5-metylamínouracil sa odsaje a vysuší. Výťažok 2,91 g.

P r í k l a d 3

10 g 1-metyl-6-amino-5-brómuracilu (0,045 M) a 30 ml bezvodého metylamínu sa zahrievalo na teplotu 70 °C 4 hodiny v uzatvorenej trubici za miešenia. Po spracovaní surovej reakčnej zmesi po oddestilovaní metylamínu etanolom sa získalo 6,5 g bieleho kryštalického produktu (84 %) s t. t. 225 až 230 °C.

P r í k l a d 4

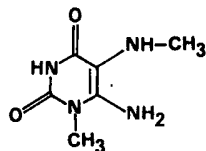
Analogicky ako v príklade 1, s tým, že k reakčnej zmesi sa pridá 0,4 g jodidu draselného - výťažok 2,8 g.

P r í k l a d 5

5 g 1-metyl-6-amino-5-brómuracilu a 15 ml bezvodého metylamínu a 0,1 g CuCl₂ sa zahrieva na teplotu 40 °C počas 4 hodín. Prebytočný metylamín sa odparí, pridá sa 50 ml etanolu a prefiltruje sa. Získa sa 3,7 g produktu.

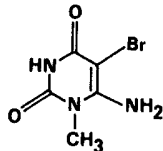
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 1-metyl-5-metylamino-6-aminouracilu vzorca I



/I/

z 1-metyl-5-bróm-6-aminouracilu vzorca II



/II/

a metylamínu vyznačený tým, že reakcia sa prevádza v prebytku kvapalného bezvodého metylamínu pri molárnom pomere metylamín:uracil vzorca II = 4:1 až 50:1.