



## Экспериментальная часть

1-фенил-2, 3-диметил-4-бромацетиламино-5-пиразолон [I]

В круглодонной колбе, снабженной холодильником, мешалкой и капельной воронкой, растворяют 14,0 г монобромуксусной кислоты в 30 мл бензола, нагревают до 50° на масляной бане, по каплям добавляют 7,0 мл тионилхлорида и кипятят до прекращения выделения хлористого водорода и сернистого газа.

Затем добавляют горячий раствор 20,3 г 4-аминоантипирина в 50 мл бензола и 11 г карбоната калия. Смесь кипятят в течение 2 часов, затем бензол отгоняют, твердую реакционную массу обрабатывают водой и перекристаллизовывают из изопропилового спирта. Полученный продукт имеет температуру плавления 189—191°, что несколько ниже описанной для него в литературе [3].

1-фенил-2, 3-диметил-4-(4<sup>1</sup>-нитробензоил)-оксиацетиламино-5-пиразолон [II].

В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником и мешалкой, помещают 12,0 г I, 7,0 г п-нитробензоата натрия, добавляют 100 мл абсолютного спирта и кипятят в течение 15 часов при непрерывном перемещении. Охлаждают, твердую массу отфильтровывают, сушат и обрабатывают при нагревании водой, фильтруют и промывают до исчезновения ионов брома.

Остаток имеет температуру плавления 241—242°, при перекристаллизации из хлорбензола ее не меняет. Представляет собой бесцветное с зеленоватым оттенком кристаллическое вещество, нерастворимое в воде, растворах щелочей, спирте, эфире, ацетоне, бензоле, хлороформе.

Найдено, %: C = 58,47; H = 4,26; N = 13,59. C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>O<sub>6</sub>N<sub>14</sub>.

Вычислено, %: C = 58,33; H = 4,39; N = 13,66.

1-фенил-2, 3-диметил-4-(3<sup>1</sup>, 5<sup>1</sup>-динитробензоил)-оксиацетиламино-5-пиразолон (III).

Получен аналогично II из 10,0 I — и 7,2 г 3,5 динитробензоата натрия.

Перекристаллизовывают из хлорбензола или диоксана. Представляет собой мелкокристаллическое вещество желтого цвета с температурой плавления 229—230°C. По растворимости аналогично предыдущему соединению.

Найдено, %: C = 52,33; H = 4,10; N = 15,05. C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>O<sub>8</sub>N<sub>5</sub>.

Вычислено, в %: C = 52,74; H = 3,73; N = 15,38.

1-фенил-2, 3-диметил-4-стеарилоксиацетиламино-5-пиразолон (IV).

Получен аналогично II из 7,7 г стеарата натрия и 8,1 г I.

Вещество очищают перекристаллизацией из этанола. Это бесцветный блестящий кристаллический порошок с температурой плавления 102—104°. Значительно лучше растворим в органических растворителях, чем предыдущие соединения.

Найдено, %: C = 70,90; H = 9,29; N = 8,44. C<sub>31</sub>H<sub>49</sub>O<sub>4</sub>N<sub>3</sub>.

Вычислено, %: C = 70,58; H = 9,30; N = 7,97.

1-фенил-2, 3-диметил-4-(4<sup>1</sup>-аминобензоил)-оксиацетиламино-5-пиразолон (V). В круглодонную колбу, снабженную мешалкой, помещают 70 мл разбавленной соляной кислоты (1 : 1) и порциями при энергичном перемешивании вносят тонкорастертую смесь из 5 г 4-(4<sup>1</sup>-нитробензоил) — оксиацетиламиноантипирина и 5 г цинковой пыли.

Постепенно осадок нитропродукта растворяется. Отфильтровывают от остатков цинковой пыли. Фильтрат, содержащий солянокислую соль амина, медленно вливают при перемешивании в насыщенный водный раствор ацетата натрия. Выпадает осадок кремоватого цвета. Температура плавления 132—133°. При перекристаллизации из спирта и сушке при 60—70° температура плавления не меняется. При высушивании при температуре 100° до постоянного веса температура плавления 220—221°. Бесцветное кристаллическое вещество, нерастворимое в воде, растворимое в кислотах, спирте при нагревании.

Найдено, %: С = 62,85; Н = 5,23; N = 14,67.  $C_{20}H_{20}O_4N_4$ .

Вычислено, %: С = 63,16; Н = 5,26; N = 14,73.

### Выводы

1. Синтезировано 4 не описанных в литературе ацилпроизводных 4-оксиацетиламиноантипирина.

### ЛИТЕРАТУРА

1. В. Zorn, A. Mankel, Arch. exper. Path. u. Pharmakol., 223, 362 (1954).
2. В. Zorn, F. Schmidt, Arch. exper. Path. u. Pharmakol., 298, 140 (1954).
3. В. Zorn, F. Schmidt, Pharmazie, 12, 7, 396, 1957.
4. Л. П. Кулев, Г. М. Степнова. Изв. ТПИ, 92, 56 (1960).
5. Л. П. Кулев, Г. М. Степнова. Там же, 102, 98 (1959).
6. Т. П. Прищеп, Фармак. и токсикология, 1, 55 (1962).
7. Л. М. Семиколенный, А. Б. Соловьева, Г. М. Степнова, В. Х. Таксиди, Е. В. Шмидт. Журн. ВХО им. Д. И. Менделеева, 8, 6, 704 (1963).
8. Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт. Там же 10, 3, 358 (1965).
9. Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт. Изв. вузов, «Химия и химическая технология», 8, 3, 520, 1965.
10. А. С. Саратиков, Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт и др. Известия Сиб. Отд. АН СССР, 12, 3, 84, 1965.
11. Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт, Н. Ф. Матвеева. Изв. ТПИ, 151, 76, 1966.