

Табл. 1. Показатели выхода 1-(2'-хлорпроп-1'-ен)-5-фторурацила в зависимости от условий реакции

Табл. 1а		Табл. 1б		Табл. 1в	
Катализатор, ммоль	Выход, %	Темп-ра, °С	Выход, %	Время, час	Выход, %
ТЭБАХ					
0.1	35	30	38	8	40
0.2	36	40	47	10	40
0.3	36	50	42	12	49
				18	44
18-К-6					
0.05	41	40	49	8	42
0.1	47	50	45	10	49

На основании полученных данных (см.табл.) в дальнейших наших исследованиях в качестве Кт применялся 18-К-6-эфир.

Использование в качестве исходного компонента для синтеза соединения (IV)

натриевой соли 5F-урацила, полученной по методике [9], или проведение реакции в системе 15-35% водного NaOH-CH₂Cl₂ способствовало уменьшению времени реакции с 18 ч до 10 ч и увеличению выхода целевого соединения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез 1-(2'-хлорпроп-1'-ен)-5- фторурацила (IV)

К суспензии 1.3г (20 ммоль) 5FUr в 40 мл. хлористого метилена, содержащего 0.1 ммоль 18-К-6, при перемешивании (40°C) прибавляли 1.6 мл 25%-ного водного раствора NaOH и 2.2г (20 ммоль) 2,3-дихлорпроп-1-ена. Перемешивание продолжали еще 10 часов. По окончании реакции смесь промыли водой. Разбавили и отделили органический слой от водного, сушили MgSO₄, упарили досуха. Получено 2.3г (49%) соединения (IV), Тпл. 137°C; C₇H₆O₂N₂FCl.

Найдено, %: C 41.9; H 3.05; Cl 17.8; N 13.2. Вычислено %: C 41.07; H 2.93; Cl 17.35; N 13.69.

ИК-спектр (ν, см⁻¹): 740-760 (C-Cl); 1640 (C=C,all); 1685 (C=CF); 1735 (C=O); 3200 (-NH)

ПМР (ω, м.д.): 7.74 г (1H, C₆H); 5.60 м (2H, C=CH); 5,22 м (2H, CH₂=C); 4.50 д (2H, N₁-CH₂)

Синтез 1-(2'-бромпроп-1'-ен)-5-фторурацила (V)

По этой методике из 2.6г (20 ммоль) и 4.0г (20 ммоль) 2,3-дибромпроп-1-ена получено 1.3г (53%) соединения (V). Тпл. 142°C, C₇H₆O₂N₂FBr.

Найдено, %: C 32.9; H 2.8; Br 33.0; N 11.9. Вычис. %: C 33.7; H 2.48; Br 38.12; N 11.2. ИК-спектр (ν, см⁻¹): 640 (C-Br); 1650 (C=C, all); 1690 (CF=CH); 1744 (C=O); 3150 (-NH) ПМР (ω, м.д.): 5,65 м (C=CH); 5.30 ν (C=CH₂); 4.32 (2H, -NCH₂); 7.82 (1H, C₆H)

Синтез 1-(2'-метилпроп-1'-ен)-5-фторурацила (VI)

Аналогично из 2.6г (20 ммоль) 5Fur- и 2.0г (20 ммоль) 2-метил-3-хлорпропена получено 1.9г (56%) соединения (VI). Тпл. 149°C. C₈H₉O₂N₂F.

Найдено, %: C 51.6; H 5.6; N 14.9.

Вычислено %: C 52.17; H 4.9; N 15.2.

ИК-спектр (ν, см⁻¹): 1655 (C=C,all); 1685 (CF=CH); 1740 (C=O); 3180 (-NH)

ПМР (ω, м.д.): 2,72 д (3H, CH₃); 4,4 д (2H, N-CH₂); 5,31 (2H, C=CH₂);

5,50 м (1H, C=CH); 7,7 д (1H, C₆H)

ЛИТЕРАТУРА

1. Li Ya, Hang Xiao-Mei, Hang Shi-Tian, Liu Yan-gin. Усовершенствование противоопухолевой активности производных 5-фторурацила // *У.Невси Univer. Engin.Ed.*, 2008, 25, № 1, с. 92-95.
2. Шикова Ю.В., Лиходод В.А., Плечев В.В. // Стоматологический гель для лечения воспалительных заболеваний полости рта // Пат. № 32226383 Россия МПК⁷ А 61 К6/00, 7/16. Оpubл. 10.04.2004.
Shikova Ju. V., Lihodod V. A., Plechev V. V. // Stomatologicheskij gel' dlja lechenija vospalitel'nyh zabolevanij polosti rta // Pat. № 32226383 Rossiya MPK⁷ A 61 K6/00, 7/16. Opubl. 10.04.2004.
3. Hausheer Frederick H, Dodd Thomas J. Formulations and methods of reducing toxicity of antineoplastic agents. // Пат. № 6040321 США МПК⁷ А 61 К31/44. Оpubл. 21.03.2000.
4. Глушков Р.Г., Сазонов Н.В., Аитухова Л.Б. Комбинированное противомикробное средство для лечения гнойных ран. // Пат. № 2283088 Россия МПК⁷ А61 Н9/06, А 61 К 31/513. Оpubл. 10.09.2006.
Glushkov R. G., Sazonov N. V., Aituhova L. B. Kombinirovannoe protivomikrobnnoe sredstvo dlja lechenija gnojnyh ran. // Pat. № 2283088 Rossiya MPK⁷ A61 N9/06, A 61 K 31/513. Opubl. 10.09.2006.
5. Sunitomo Chemikal Co, Takano Minoru. 6-Hidroxy-5,6-dihidrourasil compound and herbicidal composition containing there // Пат. № 6410484 США МПК⁷ А 01 N⁴³/12. Оpubл. 25.06.2002.
6. Эл.Ш.Мамедов, Д.С.Велиева, Т.Н. Кулибекова, Н.К.Ниязова, З.С.Сафаралиева. Алкил и селенпроизводные 6-метилурацила и их антимикробная активность. // Докл. АН Азербайджана, 2010г., т. LXVI, № 1, с. 63-71.
Jel.Sh.Mamedov, D.S.Velieva, T.N.Kulibekova, N.K.Nijazova, Z.S.Safaraliev. Alkil i selenproizvodnye 6-metiluracila i ih antimikrobnaja aktivnost. // Dokl. AN Azerbajdzhana, 2010g., t. LXVI, № 1, s. 63-71.
7. Эл.Ш.Мамедов, Д.С.Велиева, Т.Н. Кулибекова, З.С.Сафаралиева, С.Э. Гусейнова. Синтез селеноорганических соединений ацетиленового ряда. // Докл. АН Азербайджана, 2012г., Т. LXVIII, № 5, с. 42-46.
El.Sh.Mamedov, D.S.Velieva, T.N.Kulibekova, Z.S.Safaraliev, S.Je.Gusejnova. Sintez selenoorganicheskikh soedinenij acetilenovogo rjada. // Dokl. AN Azerbajdzhana, 2012g., T. LXVIII, № 5, s. 42-46.
8. D.S.Velieva, Jel.Sh.Mamedov, T.N.Kulibekova, Z.S.Safaraliev, S.A.Gusejnova. Sintez i bioaktivnost' soedinenij acetilenovogo rjada. Scientific Conference Biologically Active Substances: Scientific Conference Biologically Active Substances: Fundamental and Applied Problems. Novy Svet, AR Crimea, Ukraine, May 23-28, 2011, abstracts, p. 113-114.
9. Одзаки Сёспиро, Такахаси Тацу. Способ получения 1-глицидил-5-фторурацила // Японск.пат.кл. С07 Д 405/06, А61 К 31/505, № 55-18715, заявка 18.07.73 № 48-80332 опубл. 21.05.80.
Odzaki Sjospiro, Takahasi Tacu. Sposob poluchenija 1-glicidil-5-ftoruracila // Japonsk.pat.kl. S07 D 405/06, A61 K 31/505, № 55-18715, zajavka 18.07.73 № 48-80332 opubl. 21.05.80.

**FLÜORURASILİN DİHALOİDPROPENLƏ QARŞILIQLI
REAKSİYASININ TƏDQIQI**

**El.Ş.Məmmədov, D.S.Vəliyeva, F.M.İbrahimova,
S.D.Dadaşova, İ.R.Ruşinaz, S.A.Güləhmədova**

AMEA akad. M.Nağıyev ad. Kataliz və Qeyri-üzvi Kimya İnstitutu
AZ 1143. Bakı, H.Cavid pr., 113, e-mail: DVeliyeva1949@mail.ru

5-Flüorurasilin dihaloidpropenlə reaksiyasından yeni halogenərkibli urasilin allil törəmələri sintez olunmuşdur. 5-Ftorurasilin 2,3-dixlorpropenlə alkülləşmə reaksiyası nümunəsi əsasında fazalararası katalizin katalizatoru -18 kraun-6-efir seçilmişdir.

Açar sözlər: 5-ftorurasil, dihaloidpropenlər, fazalararası katalizator.

**RESEARCH INTO INTERACTION OF FLUORURACILE WITH
DIHALOIDPROPENES**

**El.Sh.Mamedov, D.S.Veliyeva, F.M.Ibragimova, S.D.Dadasheva, I.R.Rushinaz,
S.A.Gulakhmedova**

*Institute of Catalysis and Inorganic Chemistry named after Acad.M.Nagiyev
H.Javid ave., 113, Baku AZ 1143, Azerbaijan Republic; e-mail: DVeliyeva1949@mail.ru*

New halogen-containing allyl-derivatives of uraciles by the reaction of 5-fluoruracile with dihaloidpropenes have been synthesized. By way of example of the reaction of 5-fluoruracile alkylation by 2,3-dichlorpropene, there have been selected catalysts of inter-phase catalysis.

Keywords: 5-fluoruracile, dihaloidpropenes, catalysts of interphase catalysis.

Поступила в редакцию 28.11.2014.