

Acta Universitatis Palackianae Olomucensis. Facultas Rerum  
Naturalium. Mathematica-Physica-Chemica

---

Karel Nálepa

Reaktion der ungesättigten Azlactone mit Aminoverbindungen, 4. Mitt. Über die  
Herstellung von einigen 3,4-disubstituierten-5-Pyrazolidonen

*Acta Universitatis Palackianae Olomucensis. Facultas Rerum Naturalium. Mathematica-Physica-Chemica*, Vol.  
12 (1972), No. 1, 459--466

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/120008>

**Terms of use:**

© Palacký University Olomouc, Faculty of Science, 1972

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to  
digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain  
these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped  
with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics  
Library* <http://project.dml.cz>

## REAKTION DER UNGESÄTTIGTEN AZLACTONE MIT AMINOVERBINDUNGEN, 4. MITT. ÜBER DIE HERSTELLUNG VON EINIGEN 3,4-DISUBSTITUIERTEN-5-PYRAZOLIDONEN

KAREL NÁLEPA

(Eingegangen am 31. Mai 1971)

Die Reaktion der ungesättigten Azlactone wurde in der vorhergegangenen Mitteilung<sup>1</sup> ausführlich beschrieben, wo alle Informationen aus der Literatur, die sich mit diesem Thema beschäftigt zu finden sind und sogleich werden hier auch alle bis jetzt diskutierten Möglichkeiten des Reaktionsverlaufs und verschiedene Typen der entstandenen Reaktionsprodukte angeführt.

In der vorliegenden Arbeit wird die Zubereitung von einigen neuen 3,4-disubstituierten-5-Pyrazolidonen (II) beschrieben, von denen unterschiedlich zu den bis jetzt bereiteten Stoffen dieser Typs manche in der p-Stellung an der Benzoylaminogruppe auf dem Kohlenstoff 4, substituiert sind. Im Grunde wurden zwei Methoden zur Herstellung der Pyrazolidone verwendet: entweder durch Reaktion der ungesättigten Azlactone durch Kochen mit Hydrazinhydrat, wobei zur Spaltung des Azlactons und Cyclisierung des Zwischenprodukts in einer Reaktionsstufe zu den entsprechenden Pyrazolidonen kommt, oder durch Cyclisierung der entsprechenden substituierten Acrylsäurehydrazide (I), die durch milde Hydrazinolyse der Azlactone entstehen, durch das Erwärmen mit Hydrazinhydrat. Die Hydrazide (I) werden in einer anderen Mitteilung<sup>2</sup> beschrieben, wo sie zur Cyclisierung zu den entsprechenden 3,5-disubstituierten-6-hydroxy-1,2,4-Triazinen verwendet werden.

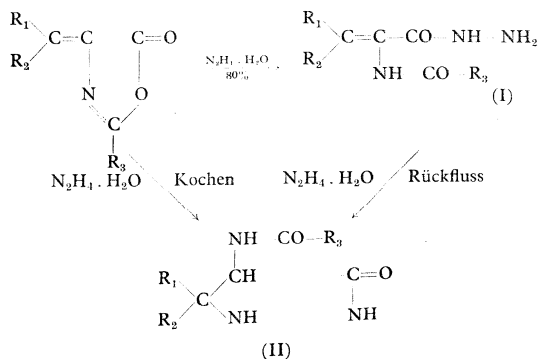
In dieser Arbeit wurden folgende ungesättigten Azlactone verwendet: 2-Phenyl-4-(o-nitrobenzyliden)-oxazol-5<sup>3</sup>, 2-Phenyl-4-(p-nitrobenzyliden)-oxazol-5<sup>4</sup>, 2-Phenyl-4-(p-chlorbenzyliden)-oxazol-5<sup>5</sup>, 2-Phenyl-4-cinnamyliden-oxazol-5<sup>6</sup>, 2-Phenyl-4-(3',4'-methylenedioxybenzyliden)-oxazol-5<sup>7</sup>, 2-(p-Nitrophenyl)-4-benzyliden-oxazol-5<sup>8</sup>, 2-(p-Nitrophenyl)-4-(p-methoxybenzyliden)-oxazol-5<sup>8</sup>, 2-(p-Acetylaminophenyl)-4-benzyliden-oxazol-5<sup>9</sup>, 2-(p-Acetylaminophenyl)-4-(p-methoxybenzyliden)-oxazol-5<sup>9</sup>.

Das Entstehen, die Reinigung und Isolierung der einzelnen Stoffen (IIa)-(IIh) unterscheidet sich in den Einzelheiten, welche in der experimenteller Teil ausführlicher beschrieben sind. Im Falle der Reaktion mit 2-Phenyl-4-(o-nitrobenzyliden)-oxazol-5 wurde kein Pyrazolidon, sondern ein Stoff mit Schmp. 142–144 °C, einem niedrigem Kohlenstoffgehalt und hohem

Stickstoffgehalt gewonnen, was wahrscheinlich durch die o-Nitrogruppe verursacht wird, die zur Bildung eines weiteren Stickstoffzyklus beiträgt. Die Stoffe IIe, IIf und IIh wurden in niedrigeren Ausbeuten gewonnen, ihre Isolierung und Reinigung ist schwieriger, was die Substituenten an der Benzoylamino-Gruppe verursachen. Der Stoff IIc bildet ein Dihydrat und die Schmelzpunkte dieser Stoffe sind niedriger als der entsprechenden Hydrazide. In den angeführten Fällen darf kein Überschuss von Hydrazinhydrat verwendet werden, in dem die Pyrazolidone sehr gut löslich sind. Die Stoffe IIa und IIg bieten gleichfalls eine kleine Ausbeute, es ist aber gelungen sie in einer guten Ausbeute durch Reaktion des entsprechenden Azlactons mit einem Überschuss von Hydrazinhydrat bei Zimmertemperatur zu vorbereiten, was bis jetzt nicht beobachtet wurde. Ihren cyclischen Charakter wurde durch Messung der NMR-Spektren und durch ihren Vergleich mit dem NMR-Spektrum des 3-(o-Methoxyphenyl)-4-benzoylamino-5-pyrazolidons<sup>10</sup> und ferner dadurch erwiesen, dass die beiden Stoffe sich nicht zu den entsprechenden Triazinen<sup>2</sup> cyclisieren lassen. Der Stoff IIa wurde ausserdem auch von anderen Autoren<sup>11</sup> hergestellt, die den aber wie aliphatisch und zwar wie das  $\alpha$ -Benzoylamino- $\beta$ -(p-nitrophenyl)-acrylsäurehydrazid des Schmp. 259 °C definiert haben. Die Stoffe IIb, IIc und IId wurden analogisch<sup>1</sup> in einer guten Ausbeute vorbereitet.

Man kann aus der angeführten Ergebnisse annehmen, dass bei der Herstellung der Pyrazolidone aus der ungesättigten Azlactone notwendig die Bedingungen im Hinblick auf die Substituenten in der Lage 2 sowie 4 des Azlactons zu wählen sind, weil sie die Reaktionsgeschwindigkeit sowie die Ausbeuten beeinflussen.

In allen Fällen wurde das 80 %-ige Hydrazinhydrat verwendet. Die Mischschmelzpunkte der einzelnen nach der Methode A, B event. C vorbereiteten Stoffe zeigen keine Depression. Es wurde auch erwiesen, dass die Pyrazolidone durch weiteres Kochen mit Hydrazin unveränderlich sind. Zur Analyse wurden die Stoffe IIa, IIb, IIc, IIe und IIg 5 Stunden bei 140 °C, die Stoffe IIc, IIf und IIh bei 120 °C getrocknet.



Ila	R <sub>1</sub> = p-nitrophenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = phenyl
I Ib	R <sub>1</sub> = p-chlorphenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = phenyl
I Ic	R <sub>1</sub> = styryl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = phenyl
I Id	R <sub>1</sub> = 3,4-methylenedioxyphenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = phenyl
I Ie	R <sub>1</sub> = phenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = p-nitrophenyl
I If	R <sub>1</sub> = p-methoxyphenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = p-nitrophenyl
I Ig	R <sub>1</sub> = phenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = p-acetylamino phenyl
I Ih	R <sub>1</sub> = p-methoxyphenyl	R <sub>2</sub> = H	R <sub>3</sub> = p-acetylamino phenyl

### Experimenteller Teil

#### 3-(p-Nitrophenyl)-4-benzoylamino-5-pyrazolidon (IIa)

##### Methode A

1g (3,4 mM) von 2-Phenyl-4-(p-nitrobenzyliden)-oxazolone(5) wurde mit 2 ml Hydrazin 30 Min. unter Rückflusskühler gekocht. Die entstandene rote Lösung wurde zum Schluss der Reaktionszeit farblos. Nach 3-tägigem Stehen bei Zimmertemperatur hat sich ein halbester weisser Stoff ausgeschieden, der mit Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute beträgt 0,1 g (9 %). Nach zweimaligem Umkristallisieren aus grosser Menge Wasser wurden weissen Kriställchen gewonnen. Schmp. 261–264 °C.

##### Methode B

0,2 g (6,1 mM) des  $\alpha$ -Benzoylamino- $\beta$ -p-nitrophenylacrylsäurehydrazids<sup>8</sup> wurde 20 Min. mit 1,8 ml Hydrazin unter Rückfluss erwärmt. Die Lösung wurde rot und nach 24 stündigem Stehen bei Zimmertemperatur hat sich ein halbester weisser Stoff ausgeschieden, der mit Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute beträgt 0,1 g (50 %). Nach Umkristallisieren aus Wasser wurden weisse Kristalle gewonnen. Schmp. 261–264 °C.

##### Methode C

4,0 g (13,4 mM) von 2-Phenyl-4-(p-nitrobenzyliden)-oxazolone(5) wurden mit 10 ml (Überschuss) von Hydrazin und 3 ml abs. Äthanol vermischt. Nach 5-tägigem Stehen bei Zimmertemperatur hat sich ein weisser Stoff ausgeschieden, der abgesaugt, mit kaltem Wasser nachgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute beträgt 4 g (90 %). Nach zweimaligem Umkristallisieren aus Äthanol wurden weisse Kristalle gewonnen. Schmp. 261–264 °C. Die cyclische Struktur wurde durch das Messen und den Vergleich mit NMR-Spektrum<sup>10</sup> erwiesen.

Für C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub> (326,30)

ber. C 58,89 % H 4,32 % N 17,17 %

gef. C 58,72 % H 4,43 % N 17,22 %

#### 3-(p-Chlorphenyl)-4-benzoylamino-5-pyrazolidon (IIb)

##### Methode A

5,5 g (19,4 mM) von 2-Phenyl-4-(p-chlorbenzyliden)-oxazolone(5) wurde mit 5 ml Hydrazin und 9 ml abs. Äthanol erwärmt. Das Azlacton hat sich sofort

nach dem Erwärmen aufgelöst und während 3 Minuten hat sich unter Kochen ein weisser Stoff ausgeschieden, der sich durch weiteres Kochen nicht mehr auflöst. Nach 25 Min. wurde das Gemisch abgekühlt, der Stoff abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute beträgt 3,9 g (64 %). Nach Umkrist. aus Gemisch Wasser-Äthanol wurden weisse Kristalle gewonnen. Schmp. 278–280 °C. Aus der Mutterlauge hat sich durch Verdünnen mit Wasser ein weiterer Teil des Stoffes ausgeschieden. Schmp. 273–278 °C.

#### Methode B

1 g (3,1 mM) des  $\alpha$ -Benzoylamino- $\beta$ -p-chlorphenylacrylsäurehydrazids<sup>2</sup> wurde 5 Min. mit 2,5 ml Hydrazin erwärmt. Gleich nach Auflösung des Hydrazids hat sich während des Kochens ein weisser Stoff ausgeschieden, der abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute beträgt 0,9 g (90 %). Nach Umkrist. aus Gemisch Äthanol-Wasser bildet der Stoff weisse Kristalle. Schmp. 278–280 °C.

Für  $C_{16}H_{14}O_2N_2Cl$  (315,56)  
 ber. C 60,85 % H 4,43 % N 13,31 %  
 gef. C 60,56 % H 4,52 % N 13,42 %

### 3-Styryl-4-benzoylamino-5-pyrazolidon (IIc)

#### Methode A

1,4 g (5 mM) von 2-Phenyl-4-cinnamyliden-oxazolone-(5) Schmp. 130–132 °C (Lit.<sup>6</sup> führt Schmp. 152 °C an) wurde mit 3 ml Hydrazin und 3 ml abs. Äthanol unter Rückfluss gekocht. Nach 32 Min. hat sich während des Kochens ein weisser Stoff ausgeschieden, der nach Abkühlung des Reaktionsgemisches abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute betr. 0,76 g (50 %). Nach zweimaliger Umkrist. aus einer grossen Menge Wasser wurde ein weisser kristalliner Stoff gewonnen. Schmp. 260–263 °C.

#### Methode B

1 g (3,1 mM) des  $\gamma$ -Benzoylamino- $\beta$ -styrylacrylsäurehydrazids<sup>2</sup> wurde mit 2 ml Hydrazin erwärmt. Nach 5 Min. hat sich das Hydrazid aufgelöst und nach weiteren 5 Minuten hat sich während des Kochens ein weisser halbester Stoff ausgeschieden, der nach dem Absaugen mit Wasser digeriert, nochmals abgesaugt, mit kaltem Wasser nachgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute betr. 0,4 g (40 %). Nach zweimaligem Umkrist. aus grosser Menge Wasser bildet der Stoff weisse Kristalle. Schmp. 260–263 °C.

Für  $C_{18}H_{17}O_2N_2$  (307,34)  
 ber. C 70,34 % H 5,58 % N 13,68 %  
 gef. C 70,14 % H 5,73 % N 13,88 %

#### 2-Phenyl-4-cinnamyliden-oxazolone-(5)<sup>6</sup>

Für  $C_{18}H_{15}O_2N$  (275,19)  
 ber. C 78,53 % H 4,76 % N 5,09 %  
 gef. C 78,61 % H 5,01 % N 5,04 %

### 3-(3,4'-Methylenedioxyphenyl)-4-benzoylamino-5-pyrazolidon (II<sub>d</sub>)

#### Methode A

5,86 g (20 mM) von 2-Phenyl-4-(3,4'-methylenedioxybenzyliden)-oxazolone (5) wurde mit 8 ml Hydrazin und 3 ml abs. Äthanol 60 Min. unter Rückfluss gekocht. Nach 5-tägigem Stehen bei Zimmert. hat sich ein weisser halbfester Stoff ausgeschieden, der in heissem Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser nachgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute betr. 2,5 g (40 %). Nach Umkrist. aus Gemisch Wasser-Äthanol wurden gelbe Mikrokriställchen gewonnen. Schmp. 242–245 °C.

#### Methode B

2 g (6,1 mM) des  $\alpha$ -Benzoylamino- $\beta$ -3,4-methylenedioxyphenylacrylsäurehydrazids<sup>2</sup> wurde mit 6 ml Hydrazin unter Rückfluss gekocht. Das Hydrazid hat sich nach 25 Min. aufgelöst und die Lösung wurde weitere 100 Min. gekocht, dann mit Aktivkohle filtriert. Nach 5-tägigem Stehen bei Zimmertemp. hat sich ein weisser halbfester Stoff ausgeschieden, der in heissem Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute betr. 1,9 g (95 %). Nach Umkrist. aus Gemisch Wasser-Äthanol wurden gelbe Mikrokriställchen gewonnen. Schmp. 242–245 °C.

Für C<sub>17</sub>H<sub>15</sub>O<sub>1</sub>N<sub>3</sub> (325,31)

ber. C 62,76 % H 4,65 % N 12,92 %

gef. C 62,61 % H 4,74 % N 12,84 %

### 3-Phenyl-4-(p-nitrobenzoylamino)-5-pyrazolidon (II<sub>e</sub>)

#### Methode A

2 g (6,8 mM) von 2-(p-Nitrophenyl)-4-benzyliden-oxazolone (5) wurde mit 3 ml Hydrazin 30 Min. unter Rückfluss gekocht. Gleich nach dem Erwärmen unter gleichzeitigem Eingehen in Lösung hat sich ein fester Stoff ausgeschieden (das Hydrazid der entsprechenden substituierten Acrylsäure), der nach einigen Minuten des Kochens erneut in Lösung geht. Nach 2-tägigem Stehen bei Zimmertemp. wurde die Lösung, weil sich auch nicht nach der Verdickung zu kleinem Volum das Pyrazolidon nicht ausgeschieden hat, mit Wasser verdünnt und der ausgeschiedene halbfeste Stoff in heissem Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute betr. 0,8 g (38 %). Nach Umkrist. aus Wasser wurden orangefarbene Kristalle gewonnen. Schmp. 162–164 °C.

#### Methode B

0,7 g (2,1 mM) des  $\alpha$ -p-Nitrobenzoylamino- $\beta$ -phenylacrylsäurehydrazids<sup>2</sup> wurde 30 Min. mit 1,5 ml Hydrazin unter Rückfluss gekocht. Nach 2-tägigem Stehen bei Zimmertemp. wurde der ausgeschiedene Stoff abgesaugt, mit kaltem Wasser nachgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute betr. 0,25 g (35 %). Nach Umkrist. aus Wasser wurden orangefarbene Kriställchen gewonnen. Schmp. 162–164 °C.

Für C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>O<sub>2</sub>N<sub>3</sub> (362,34)

ber. C 53,03 % H 5,01 % N 15,46 %

gef. C 53,24 % H 4,81 % N 15,47 %

### 3-(p-Methoxyphenyl)-4-(p-nitrobenzoylamino)-5-pyrazolidon (IIf)

#### Methode A

2,3 g (7,09 mM) von 2-(p-Nitrophenyl)-4-(p-methoxybenzyliden)-oxazolone-(5) wurde mit 3 ml Hydrazin und 3 ml abs. Äthanol 30 Min. unter Rückfluss gekocht. Unter gleichzeitigem Eingehen in Lösung hat sich ein weißer Stoff (das Hydrazid der entspr. substit. Acrylsäure) ausgeschieden, der nach weiteren 5-minütigem Kochen erneut in Lösung geht. Nach 3-tägigem Stehen bei Zimmertemp. wurde die Lösung, weil sich das Pyrazolidon nicht ausgeschieden hat, mit Wasser verdünnt und der ausgeschiedene halb feste Stoff in heissem Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser nachgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute betr. 1 g (38 %). Nach zweimaligem Umkrist. aus Wasser wurden weiße Kristalle gewonnen. Schmp. 177–180 °C.

#### Methode B

1 g (2,5 mM) des  $\alpha$ -(p-Nitrobenzoylamino)- $\beta$ -(p-methoxyphenylacrylsäure)-hydrazids<sup>2</sup> wurde mit 1,5 ml Hydrazin 20 Min. unter Rückfluss gekocht. Nach 2-stündigem Stehen bei Zimmertemp. hat sich ein weißer Stoff ausgeschieden, der abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute betr. 0,2 g (20 %). Nach Umkrist. aus Wasser wurden weiße Kristalle gewonnen. Schmp. 177–180 °C.

Für  $C_{17}H_{16}O_5N_2$  (356,33)

ber.	C 57,30 %	H 4,53 %	N 15,72 %
gef.	C 57,10 %	H 4,80 %	N 14,43 %

### 3-Phenyl-4-(p-acetylaminobenzoylamino)-5-pyrazolidon (IIg)

#### Methode A

1 g (3,2 mM) von 2-(p-Acetylaminophenyl)-4-benzyliden-oxazolone-(5) wurde mit 1,5 ml Hydrazin 30 Min. unter Rückfluss gekocht. Nach 5-tägigem Stehen bei Zimmertemp. wurde die Lösung, weil sich das Pyrazolidon nicht ausgeschieden hat, mit Wasser verdünnt und nach einer Stunde hat sich ein weißer Stoff ausgeschieden, der abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute betr. 0,1 g (9 %). Nach zweimaligem Umkrist. aus Wasser wurden weiße Kristalle gewonnen. Schmp. 262–264 °C.

#### Methode B

1 g (3,3 mM) des  $\alpha$ -(p-Acetylaminobenzoylamino)- $\beta$ -phenylacrylsäurehydrazids<sup>2</sup> wurde mit 1 ml Hydrazin 20 Min. unter Rückfluss gekocht. Nach 24-stündigem Stehen bei Zimmertemp. wurde der ausgeschiedene weiße Stoff abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute 0,1 g (10 %). Nach Umkrist. aus Gemisch Wasser-Äthanol wurden weiße Kristalle gewonnen. Schmp. 262–264 °C.

#### Methode C

2 g (6,5 mM) von 2-(p-Acetylaminophenyl)-4-benzyliden-oxazolone-(5) wurde mit 10 ml Hydrazin (Überschuss) vermischt und 5 Tage bei Zimmertemp. stehen gelassen. Dann wurde der weiße ausgeschiedene Stoff abgesaugt, mit kaltem

Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute betr. 1,5 g (68 %). Nach zweimaligem Umkrist. aus Gemisch Wasser-Äthanol wurden weisse Kristalle gewonnen. Schmp. 262–264 °C. Die cyclische Struktur wurde durch Messen und den Vergleich mit NMR-Spektrum<sup>10</sup> bewiesen.

Für  $C_{18}H_{18}O_3N_4$  (338,36)  
ber. C 63,89 % H 5,36 % N 16,56 %  
gef. C 63,75 % H 5,24 % N 16,77 %

### 3-(p-Methoxyphenyl)-4-(p-acetylaminobenzoylamino)-5-pyrazolidon (IIIh)

#### Methode A

0,5 g (1,4 mM) von 2-(p-Acetylaminophenyl)-4-(p-methoxybenzyliden)-oxazol-5) wurde mit 1 ml Hydrazin 30 Min. unter Rückfluss gekocht. Nach 2-tägigem Stehen bei Zimmertemp. hat sich ein weisser halbfester Stoff ausgeschieden, der in heissem Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser durchgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet wurde. Die Ausbeute beträgt 0,2 g (40 %). Nach Umkrist. aus kleiner Menge Äthanol wurden weisse Kristalle gewonnen. Schmp. 172–175 °C.

#### Methode B

0,3 g (0,8 mM) des  $\alpha$ -(p-Acetylaminobenzoylamino)- $\beta$ -(p-methoxyphenyl)-acrylsäurehydrazids<sup>2</sup> wurde 30 Min. mit 1 ml Hydrazin unter Rückfluss erhitzt. Nach 4-tägigem Stehen bei Zimmertemp. wurde die Lösung, weil sich das Pyrazolidon nicht ausgeschieden hat, mit Wasser verdünnt und der ausgeschiedene weisse halbfeste Stoff in heissem Wasser digeriert, abgesaugt, mit kaltem Wasser nachgewaschen und unter Infrarotlampe getrocknet. Die Ausbeute beträgt 0,06 (20 %). Nach Umkrist. aus kleiner Menge von Äthanol wurden weisse Kriställchen gewonnen. Schmp. 172–175 °C.

Für  $C_{19}H_{20}O_3N_4$  (368,38)  
ber. C 61,94 % H 5,47 % N 15,21 %  
gef. C 61,84 % H 5,21 % N 15,27 %

#### LITERATUR

- [1] Nálepa K.: Mh. Chem. 98, 4 1230 (1967).
- [2] Nálepa K., Bekárek V., Slouka J.: J. für prakt. Chemie, 314, 5–6, 851 (1972).
- [3] Redkin I. A., Shenyakin M. M.: J. Gen. Chem. U.S.S.R. 11, 1175 (1941).
- [4] Douglas R. L., Gulland J. M.: J. Chem. Soc. 2902 (1931).
- [5] Bennet E. L., Hoerger E.: J. Amer. Chem. Soc. 74, 5975 (1952).
- [6] Mutter E.: Ann. Chem. 337, 273 (1904).
- [7] Decker H., Kropp W.: Ber. dtisch. chem. Ges. 42, 1188 (1908).
- [8] Bassi D. A., Deulafeu V., Ortega A. F.: J. Amer. Chem. Soc. 75, 171 (1953).
- [9] Vanghelovici M., Lupsa I., Bilegan C., Muste A.: Studii cercetari stiint, Ser. stiinte chim. 7, 295 (1960) Chem. Abstr. 1961 2349li.
- [10] Nálepa K., Bekárek V.: Mh. Chem. 100, 2004 (1969).
- [11] Vanghelovici M., Stefanescu A.: Soc. Chim. Romania Sect. Soc. romane Stiinte, Bul. Chim. pura apl. 2 3A 159 (1941/42) Bukarest, Univ. Chem. Zbl. 1276 II 1943.



SHRnutí

**REAKCE NENASYCENÝCH AZLAKTONŮ  
S AMINOSLOUČENINAMI IV.  
SYNTHESA NĚKTERÝCH 3,4-DISUBSTITUOVANÝCH-5-  
-PYRAZOLIDONŮ**

KAREL NÁLEPA

V práci je popsána syntéza osmi nových 3,4-disubstituovaných-5-pyrazolidonů (IIa)–(IIh), které byly připraveny přímo z nenasyčených azlaktonů varem s koncentrovaným hydrazin-hydrátem nebo cyklisací hydrazidů Ia–Ih substituívaných akrylových kyselin, které byly získány hydrazinolýzou azlaktonů za mírných podmínek<sup>2</sup>. Látky IIa a IIg byly získány z příslušných azlaktonů i za mírných podmínek. Jejich struktura byla potvrzena pomocí NMR-spekter.