

## Priprava dietilnog estera dikloracetamidomalonske kiseline

V. TOMAŠIĆ

Kod studija u vezi sa sintezom kloramfenikola (kloromicetina) priređen je dosada neopisani dietilni ester dikloracetamidomalonske kiseline.\*

K otopini od 2,1 g (0,01 mol) hidroklorida aminomalonskog estera<sup>1)</sup> i 1,43 g (0,01 mol) dikloroacetylchlorida<sup>2)</sup> u 30 ccm suhog benzena, postepeno se doda 1,58 g (0,02 mola) piridina u 10 ccm suhog benzena uz mješanje i hlađenje ledom. Smjesa se ostavi stajati preko noći kod sobne temperature. Benzenski se sloj ofiltrira, opere vodom i suši sa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Iza uklanjanja suvišnog otapala destilacijom, produkt se prekrizalizira iz benzena. Dobiveno je 1,7 g (61%) bijelih iglica, T. t. 104—105°.

Za analizu sublimirano kod 119—121° (0,02 mm) Hg  
12,410 mg tvari daje 17,25 mg CO<sub>2</sub> i 5,16 mg H<sub>2</sub>O.

C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>O<sub>5</sub>NCl<sub>2</sub> (286,03) Rač. C: 37,76% H: 4,58%  
Nađ. C: 37,93% H: 4,65%

ISTRAŽIVAČKI ODJEL  
»PLIVA« TVORNICA LIJEKOVA  
ZAGREB

Primljeno 25. siječnja 1952.

### ABSTRACT

#### Preparation of Diethyl Ester of Dichloroacetamidomalonic Acid

V. TOMAŠIĆ

A new diethyl ester of dichloroacetamidomalonic acid has been prepared. To a solution containing 2.1 g. (0.01 mol) of the hydrochloride of aminomalonic ester and 1.43 g. (0.01 mol) of dichloroacetylchloride in 30 c. c. of dry benzene 1.58 g. (0.02 mol) of pyridine in 10 c. c. of dry benzene is added successively under constant stirring and cooling with ice. The mixture, after being left standing overnight at room temperature, is filtered and the benzene solution washed with water and dried with sodium sulphate. The excess benzene is removed by distillation and the obtained diethyl ester of dichloroacetamidomalonic acid C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>O<sub>5</sub>NCl<sub>2</sub>, recrystallized from benzene. Yield 61%, m. p. 104—105°.

RESEARCH DEPARTMENT  
»PLIVA«  
PHARMACEUTICAL AND CHEMICAL PRODUCTS  
ZAGREB, CROATIA

[Received, January 25, 1952]

\* Zahvaljujem se Upravi tvornice lijekova »Pliva« na dozvoli za objavljivanje ovog rezultata, kao i Dr. L. Filipoviću, na Kem. inst. prir. mat. fakulteta u Zagrebu za izvršene mikroanalize.

<sup>1)</sup> A. Galat, J. Am. Chem. Soc., 69 (1947) 965; Z. Vejdelek, C., 1951 1324; Piloty i Nerescheimer, Ber., 39 (1906) 514; 56 (1923) 2214; Snyder i Smith, J. Am. Chem. Soc., 66 (1944) 350.

<sup>2)</sup> Herbert C. Brown, J. Am. Chem. Soc., 60 (1938) 1325.