



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

230342
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 491/147

(22) Prihlášené 09 02 83
(21) (PV 882-83)

(40) Zverejnené 25 11 83

(45) Vydané 15 10 86

(75)

Autor vynálezu

KOREŇOVÁ ANNA RNDr., KRUTOŠÍKOVÁ ALŽBETA doc. ing. CSc.,
KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) Hydrazid kyseliny 1,9-dihydropyrolo[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej a spôsob jeho prípravy

1

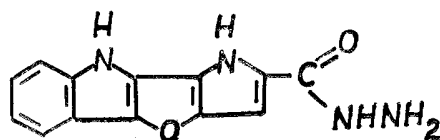
Hydrazidy karboxylových kyselín možno pripraviť niekoľkými spôsobmi.

Syntéza hydrazidov reakciou karboxylových kyselín s hydrazínom je najmenej vhodná metóda, lebo vyžaduje eliminovať z reakčného prostredia vodu. Nevýhoda prípravy hydrazidov z chloridov a anhydridov kyselín spočíva v tom, že bez ohľadu na molárny pomer oboch reakčných komponentov produktom bývajú diacylhydrazíny. Za najvýhodnejšiu metódu sa pokladá príprava hydrazidov využitím esterov karboxylových kyselín ako východiskových látok. Z preparatívneho hľadiska bola táto reakcia preskúmaná už Curtiom a spolupracovníkmi [Chem. Ber. 35, 3229(1902)]. Prebytkom hydrazínu možno potlačiť vznik N,N-diacylhydrazínu, ktorý vzniká ako vedľajší produkt reakcie.

Štúdiom literatúry sa ukázalo, že hydrazid kyseliny 1,9-dihydropyrolo[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej nebol doteraz pripravený.

Predmetom vynálezu je hydrazid kyseliny 1,9-dihydropyrolo[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej vzorca I

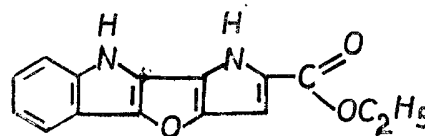
2



(I)

a spôsob jeho prípravy.

Podstata spôsobu prípravy hydrazidu kyseliny 1,9-dihydropyrolo[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej spočíva v tom, že sa na etylester kyseliny 1,9-dihydropyrolo[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej [Čsl. aut. osvedč. 193 130] vzorca II



(II)

pôsobí hydrazínhydrátom v metanole, etanole alebo vyšších primárnych alebo sekundárnych alkoholoch pri teplote varu rozpúšťadla.

Výhody spôsobu prípravy zlúčeniny podľa vynálezu spočívajú okrem iného v tom, že sa reakcia uskutočňuje v nenáročných podmienkach s dobrými výťažkami.

Hydrazidy karboxylových kyselín majú široké použitie ako rôzne reakčné komponenty v organickej syntéze. S kyselinou dusitou dávajú azidy, ktoré poskytujú širokú paletu reakcií. Reagujú s kyselinami, halogenidmi kyselín, nitrilmi a pod. Poskytujú možnosť prípravy rôznych heterocyklických dusíkových zlúčenín s dvomi, prípadne i viacerými dusíkovými heteroatómami.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledovné príklady:

Príklad 1

Hydrazid kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej.

Etylster kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej (2,68 g, 0,01 mol) sa rozpustí v metanole (200 ml) a pridá sa 90 %-ný hydrazínhydrát (3,5 ml). Zmes sa zahrieva pri teplote varu počas 10 h. Potom sa časť rozpúšťadla oddestiluje (100 ml), reakčná zmes sa ochladí, kryštalická látka sa odfiltruje. Získa sa hydrazid kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej v 76,5 % výťažku.

Príklad 2

Etylster kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej (2,68 g, 0,01 mol) a 90 %-ný hydrazínhydrát (3,5 ml) sa pridá k matečnému roztoku získanému po odfiltrovaní hydrazidu kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej. Reakčná zmes sa zahrieva

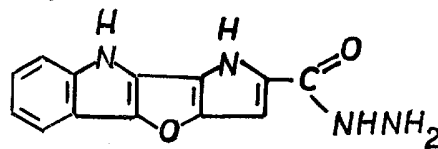
5 h. Ďalší postup je analogický ako v príklade 1.

Výťažok 81,3 %.

Príklad 3

Postup je analogický s príkladom 1, ale miesto metanolu sa použije etanol. Reakčná zmes sa zahrieva 8 h. a spracuje sa ako v príklade 1.

Získaný hydrazid kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej (I) je zlúčenina štruktúrneho vzorca:



(I)

Zlúčenina I je kryštalická látka, t. t. 224 až 226 °C (etanol).

Sumárny vzorec: $C_{13}H_{10}N_4O_2$

Molekulová hmotnosť: 253,3

Elementárna analýza:	% C	% H	% N
Množstvo vypočítané:	61,41	3,96	22,03
Množstvo nájdené:	61,45	3,86	21,83

Štruktúra zlúčeniny I bola dokázaná spektrálnymi metódami IČ, 1H NMR.

IČ: ν_{max} (KBr cm^{-1}): 1611 (C=O), 3285 (NH)

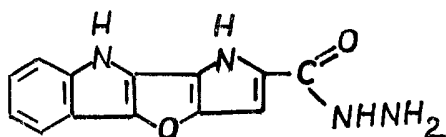
1H NMR: (DMSO- d_6): 6,96 (1H, s, $C_{(3)}-H$), 7,00–7,75 (4H, m, H_{arom})

Spektrálne merania

Infračervená spektrá sa namerali na spektrofotometri SPECORD 71 IR (Carl Zeiss Jena). 1H NMR spektrá boli namerané na 80 MHz spektrofotometri BS 487 C Tesla. Pri meraní sa použil vnútorný štandard tetrametylsilán.

PREDMET VYNÁLEZU

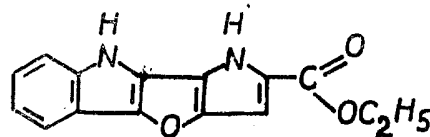
1. Hydrazid kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej vzorca I



(I)

2. Spôsob prípravy hydrazidu kyseliny 1,9-dihidropyrolo-[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa na etylester kyseliny 1,9-dihidropyro-

lo[2',3':4,5]furo[3,2-b]indol-2-karboxylovej vzorca II



(II)

pôsobí hydrazínhydrátom v metanole, etanole alebo vyšších primárnych alebo sekundárnych alkoholoch pri teplote varu rozpúšťadla.