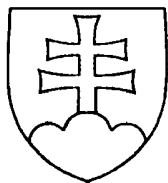


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19) SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(21) Číslo dokumentu:

290-90

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶ :

C 07 D 309/38,
C 07 D 309/40

(22) Dátum podania: 22.01.90

(31) Číslo prioritnej prihlášky:

(32) Dátum priority:

(33) Krajina priority:

(43) Dátum zverejnenia: 09.08.95

(86) Číslo PCT:

(71) Prihlasovateľ: Farmaceutická fakulta UK, Bratislava, SK;

(72) Pôvodca vynálezu: Čižmáriková Ružena RNDr. CSc., Bratislava, SK;
Mišíková Eva RNDr., Bratislava, SK;
Ďurinda Ján doc. RNDr. CSc., Bratislava, SK;

(54) Názov prihlášky vynálezu: [(5-Substituované 4-oxo-4H-pyrán-2-yl)metyl]chlór-acetáty spôsob ich prípravy

(57) Anotácia:
[(5-Substituované 4-oxo-4H-pyrán-2-yl)metyl]-chlór-acetáty všeobecného vzorca I, kde R je hydroxy a metoxy skupina, sa pripravujú reakciou 5-substituovaných-2-hydroxymetyl-4-pyrónov s chlóracetylchloridom a bezvodom xyléne pri teplote varu reakčnej zmesi počas 9 hodín. Uvedené látky môžu byť medzi-produktami na prípravu látok s biologickou aktivitou.

[(5-substituované 4-oxo-4H-pyrán-2-yl)metyl]chlóracetáty tlač PV 290-90 a spôsob ich prípravy

Oblasť techniky

Vynálech sa týka [(5-substituovaných 4-oxo-4H-pyrán-2-yl)metyl]chlóracetátov a spôsobu ich výroby.

Doterajší stav techniky

Uvedené súčinnosti nie sú v literatúre opísané.

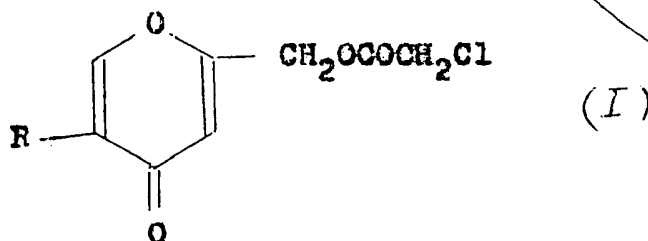
Ide o deriváty 5-hydroxy-2-

hydroxymetyl-4-pyrónu známeho ako kyselina kojová, ktorá vykazuje antibakteriálnu, antifungálnu, protizápalovú, insekticídnu účinnosť ako i kardiotonickú a kardiotoxickú aktivitu. V súčasnosti dosiahla najrozličnejšie využitie v kozmetike a i ako larvicíd ovocných a poľnohospodárskych škodcov.

Podstata vynálezu

Sú opísané

[/5-substituované 4-oxo-4H-pyrán-2-yl/metyl]chlóracetáty a spôsob ich prípravy všeobecného vzorca I



kde R je hydroxy a metoxy

Prípravené látky môžu byť medziproduktami pre prípravu látok s biologickou aktivitou.

Spôsob prípravy uvedených látok všeobecného vzorca I spočíva v tom, že na 5-substituované-2-hydroxymetyl-4-pyróny sa pôsobí chlóracetylchloridom v bezvodom xyléne pri teplote varu reakčnej zmesi počas reakčnej doby 9 hodín.

Podrobnosti prípravy sú uvedené v nasledujúcich príkladoch.

Príklady uskutočnenia

[/5-Hydroxy-4-oxo-4H-pyrán-2-yl/metyl] chlóracetát

7,0 g /0,05mol/ kyseliny kojovej a 5,65 g /0,05mol/ chlóracet-
tylchloridu v 100 ml bezvodého xylénu sa zahrieva 9 hodín pod
spätným chladičom. Počas zahrievania roztok tmavne a vylučuje
sa tuhá látka. Po uplynutí reakčnej doby sa pevná látka odse-
je a vákuovo sa oddestiluje xylén. Do destilačného zvyšku sa
pridá 100 ml vočy a produkt sa vyextrahuje do chloroformu.
Po oddestilovaní chloroformu sa spojené pevné podiely prekryš-
talizujú z etylacetátu a získa sa 60 % bielej látky s teplotou
topenia 140-141°C.

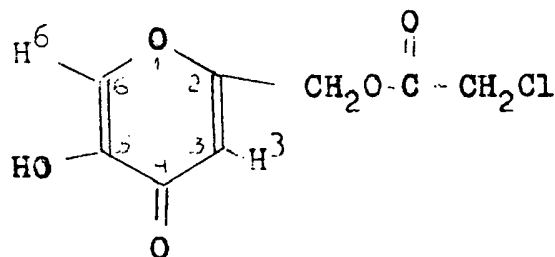
Analýza pre $C_8H_7O_5Cl$ /M = 218,59/

vypočítané % C = 43,95., % H = 3,23., zistené % C = 44,05.,
% H = 2,93.

Infračervené spektrum /nujol/ $\nu_{OH}/ = 3150 - 3500 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{CH_{arom}}/$
 $= 3068 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{C=O}/ = 1758, 1656 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{C=C}/ = 1624 \text{ cm}^{-1}$,
 1592 cm^{-1} , $\nu_{COC}/ = 1100 - 1300 \text{ cm}^{-1}$.

UV spektrum /etanol/ $\lambda_{max} = 218 \text{ nm}$ /log $\epsilon = 4,23/$, 273 nm
/log $\epsilon = 3,90/$

1H -NMR



$\delta = 4,16 \text{ ppm}$ / CH_2O /, $5,01 \text{ ppm}$ / CH_2Cl /, $6,54 \text{ ppm}$ / H^3 /, $7,87 \text{ ppm}$
/ H^6 /.

^{13}C -NMR

$\delta = 40,30 \text{ ppm}$ / CH_2Cl /, $62,68 \text{ ppm}$ / CH_2O /, $111,67$ / C^3 /, $137,88$ / C^6 /
 $145,92$ / C^5 /, $161,54$ / COO /, $166,46$ / C^2 /, $172,70$ / C^4 /.

Týmto spôsobom bol pripravený [/5-metoxi-4-oxo-4H-pyrán-2-yl/
metyl] chlóracetát. Teplota topenia 143-147°C

Analýza pre $C_9H_9O_5Cl$ /M = 232,62/

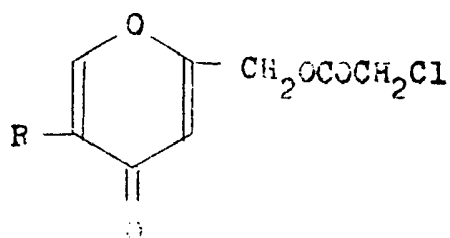
vypočítané % C = 46,47, % H = 3,90, zistené % C = 47,50,
% H = 4,10

Infračervené spektrum /nujol/ $\nu_{CH_{Ar}}/ = 3068 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{C=O}/ = 1758,$
 1656 cm^{-1} , $\nu_{C=C}/ = 1620, 1596 \text{ cm}^{-1}$, $\nu_{COC}/ = 1300 - 1100$.

UV spektrum /etanol/ $\lambda_{max} = 216 \text{ nm}$ /log $\epsilon = 4,16/$, 268 nm /log ϵ
 $= 3,93/$

PATENTOVÉ NÁROKY

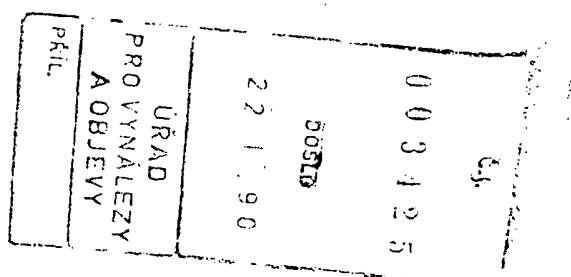
1. [5-Substituované-4-oxo-4H-pyrán-2-yl/metyl]chlóracetáty všeobecného vzorca I



I

kde R znamená hydroxy a metoxy.

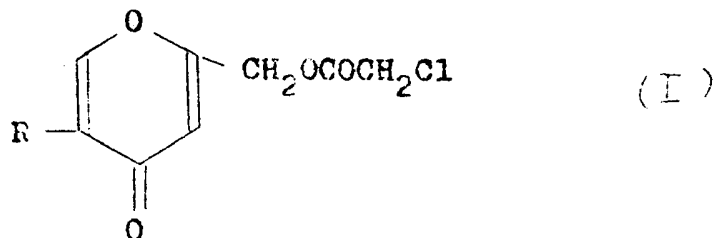
2. Spôsob prípravy [5-substituovaných -4-oxo-4H-pyrán-2-yl/metyl]chlóracetátov všeobecného vzorca I, vyznačujúci sa tým, že sa nechá reagovať príslušný 5-substituovaný-2-hydroxymetyl-4-pyrón s chlóracetylchloridom v bezvodom xyléne pri teplote varu reakčnej zmesi po dobu 9 hodín.



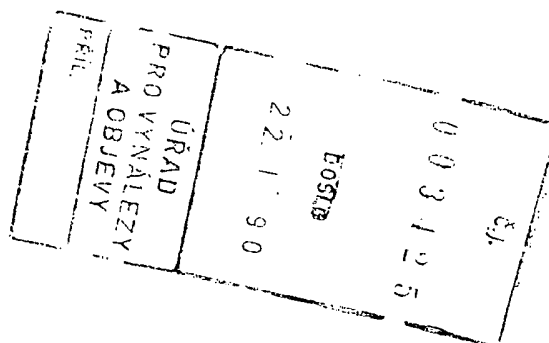
Název vynálezu:

5-Substituované-4-oxo-4H-pyrán-2-yl/metyl chlóracetát
a způsob ich přípravy

[5-Substituované-4-oxo-4H-pyrán-2-yl/metyl]chlóracetáty všeobecného vzorca I

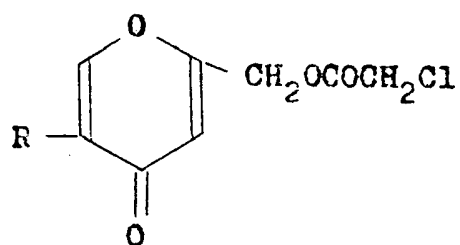


kde R je hydroxy a metoxy skupina se připravují
reakcí 5-substituovaného 2-hydroxyethyl-4-pyrónu s chlóracetylechloridem
v bezvodom xyléne při teplotě varu reakční směsi po dobu
9 hodin. Uvedené látky může být mezuprodukty pro přípra-
vu látek s biologickou aktivitou.



11.2.90-90
tlac

Obreiro e amfaliu



I