



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

240394
(11) (B1)

[51] Int. Cl.⁴
C 07 D 405/04

[22] Prihlásené 16 10 84
[21] (PV 7850-84)

[40] Zverejnené 16 07 85

[45] Vydané 15 08 87

[75]

Autor vynálezu

KRUTOŠÍKOVÁ ALŽBETA doc. ing. CSc., BRATISLAVA

[54] 1-Acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrol a spôsob jeho prípravy

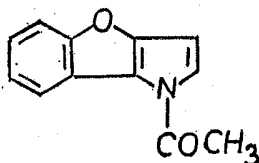
1

2

Rieši sa príprava novej zlúčeniny 1-acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrolu.

Podstata spôsobu prípravy podľa vynálezu spočíva v tom, že sa kyselina benzo[b]furo[3,2-b]pyrol-2-karboxylová zahrieva v acetanhydride pri teplotách 100 — 136 °C. Zlúčenina podľa vynálezu môže najst' široké uplatnenie v syntéze nových heterocyklických zlúčenín.

1-Acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrol podľa vynálezu je charakterizovaný vzorcom:



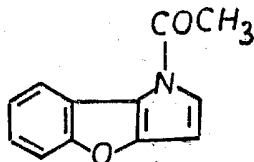
Vynález sa týka 1-acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrolu a spôsobu jeho prípravy. Vhodnou metódou na jeho prípravu je dekarboxylačná acetylácia kyseliny benzo[b]furo[3,2-b]pyrol-2-karboxylovej.

Všeobecne dekarboxylácia karboxylových kyselín predstavuje jednoduchú reakciu, ktorú možno uskutočniť viacerými postupmi. Výber metódy ovplyvňuje najmä štruktúra východiskovej kyseliny, jej fyzikálno-chemické vlastnosti, ako aj fyzikálne a chemické vlastnosti očakávaného produktu. Väčšina dekarboxylačných reakcií sa realizuje v kvapalnej fáze bez katalyzátora, alebo v prítomnosti homogenného či tuhého katalyzátora.

Dusíkové heterocyklické zlúčeniny s NH väzbou napr. pyrol, indol alebo karbazol sa alkylujú alebo acylujú vo forme aniónu generovaného ich reakciou so silnou zásadou, ako je napr. amid sodný, hydrid-litný alebo organokovy. V literatúre sú opísané alkylácie pyrolu [Heany H., Ley J.: J. Chem. Soc. Perkin Trans 2 292 (1972), Garner E., Albisser J.: Chemistry and Industry 110 (1974)]. Acetyláciu 2-(4-chlórfenyl)-5-etoxykarbonyl-furo[3,2-b]pyrolu cestou N-lítnej soli sme popisali v náročných reakčných podmienkach [Krutošíková A., Kováč J., Chudobová M., Ilavský D., Collection Czechoslov. Chem. Commun. 45, 2949 (1980)].

Štúdium literatúry ukázalo, že 1-acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrol nebol doteraz pripravený.

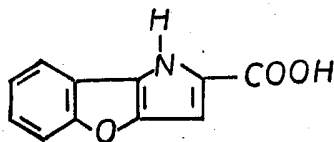
Predmetom vynálezu je 1-acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrol vzorca I



(I)

a spôsob jeho prípravy.

Podstata spôsobu prípravy 1-acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrolu vzorca I spočíva v tom, že sa kyselina benzo[b]furo[3,2-b]pyrol-2-karboxylová vzorca II



(II)

zahrieva v acetanhydride pri teplotách 110 až 136 °C.

Výhody spôsobu prípravy zlúčeniny I podľa vynálezu spočívajú okrem iného v tom, že sa reakcia dekarboxylácie a súčasnej acetylácie uskutočňuje v jednom stupni v nenáročných podmienkach s dobrým výťažkom, pričom sa získa stabilizovaný 1-acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrol.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledovné príklady:

Príklad 1

Kyselina benzo[b]furo[3,2-b]pyrol-2-karboxylová (1,5 g, 0,008 mol) a acetanhydrid (20 ml) se refluxuje za miešania 4 h. Reakčná zmes sa za horúca prefiltruje, roztok sa zahustí a po ochladení vylúčený surový produkt I sa odsaje a prekryštalizuje. Výťažok 1 g (66 %), t. t. 101 °C (etanol).

Pre $C_{12}H_9NO_2$ (199,2)

vypočítané

7,03 % N,

nájdene

7,30 % N.

Štruktúra zlúčeniny I bola dokázaná spektrálnymi metódami: IR, UV, 1H NMR.

IR ($CHCl_3$, cm^{-1}): ν (C=O) = 1716

UV (metanol, nm): 253 (4,40, 307 (4,17)

Príklad 2

Kyselina benzo[b]furo[3,2-b]pyrol-2-karboxylová (1,5 g, 0,008 mol) sa pridá k acetanhydridu (20 ml). Zmes sa mieša pri 110 °C po dobu 6 h. Reakčná zmes sa spracuje ako je uvedené v príklade 1.

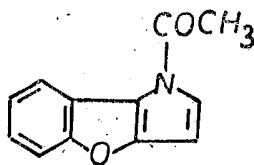
Spektrálne merania

Infračervené spektrá sa namerali na spektrofotometri SPECORD 71 IR (Carl Zeiss-Jena). Elektrónové spektrá sa namerali na spektrofotometri UV VIS (Carl Zeiss-Jena) v oblasti 200 — 800 nm pri koncentráciách $2 \cdot 10^{-5}$ mol.l $^{-1}$. 1H NMR spektrá boli namerané na 80 MHz spektrofotometri BS 4887 C TESLA. Pri meraní sa použil vnútorný štandard tetrametylsilán. Chemické posuny δ sa uvádzajú v ppm.

Zlúčenina podľa vynálezu môže nájsť široké uplatnenie v syntéze nových heterocyklických zlúčenín, ako sú benzo[b]furo[3,2-b]azepíny, formylované benzo[b]furo[3,2-b]pyroly a podobne.

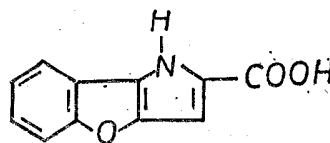
PREDMET VYNÁLEZU

1. 1-Acetylbenzo[b]furo[3,2-b]pyrol vzor-
ca I



(I)

že sa kyselina benzo[b]furo[3,2-b]pyrol-2-
-karboxylová vzorca II



(II)

2. Spôsob prípravy 1-acetylbenzo[b]furo-
[3,2-b]pyrolu podľa bodu 1 vyznačený tým,

zahrieva v acetanhydride pri teplotách 110
až 136 °C.