



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

233 972

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 03 11 83

(21) (PV 8100-83)

(51) Int. Cl. A 01 N 43/08

(40) Zverejnené 13 08 84

(45) Vydané 01 12 86

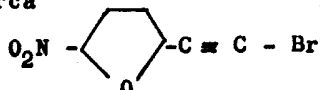
(75)

Autor vynálezu Végh Daniel , ing., CSc.,

Kováč Jaroslav , prof. ing., DrSc., Bratislava

(54) 1- / 5-nitro-2-furyl/- 2- bróm - acetylén a spôsob jeho prípravy

Vynález rieši prípravu novej látky
1-(5-nitro-2-furyl)-2-bromacetylénu
vzorca



Podstata spôsobu prípravy látky podľa vynálezu spočíva v tom, že 5-nitro-2-furylvinylidénbromid reaguje s alkalickými hydroxidmi, alkoholátmi, benzyltrimetylamoniumhydroxidom, tetrabutylamoniumhydroxidom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú étery, aromatické kvapalné uhľovodíky, alkoholy alebo ich zmesi s vodou v rozmedzí teplôt -10 až 40 °C.

Látka podľa vynálezu vykazuje výrazné baktericídne, fungicídne a anti-protozoálne vlastnosti.

Vynález sa týka 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylénu a spôsob jeho prípravy.

1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylén doteraz nebol popísaný.

Podstata spôsobu prípravy 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylénu podľa vynálezu spočíva v tom, že 5-nitro-2-furyl-vinyliďén-dibromid reaguje s bázičným činidlom vybratým zo skupiny tvorenej ako s alkalickými ako Li, K, Na, Ca hydroxydmi a alkoholátmi C1 až C5 ďalej s benzyltrimetylamóniumhydroxydom, benzyltrietyl-amóniumhydroxydom, tetrabutylamóniumhydroxydom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú éteri ako dietyléter, dimetoxyetén, tetrahydrofurán, dioxán v aromatických kvapalných uhľovodíkoch ako v benzéne, touléne, nitrobenzéne ďalej v alkoholoch C1 až C5 a vo vode alebo v ich zmesiach s vodou v rozmedzí teplôt -10 až 40 °C.

Reakcia prebieha podľa schémy:



ako bázy sa použili:

MOH, MOR, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{N}^{(+)}\text{CH}_3/3 \text{ OH}^{(-)}$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{N}^{(+)}\text{CH}_2\text{CH}_3/3 \text{ OH}^{(-)}$,
 $\text{C}_4\text{H}_9\text{N}^{(+)}\text{OH}^{(-)}$; M = Li, K, Na, Ca; R = CH₃, C₂H₅, C₃H₇, C₄H₉,
 C₅H₁₁, i-C₃H₇, terc-C₄H₉.

Výhoda spôsobu prípravy podľa vynálezu spočíva v tom, že syntézy sú jednostupňové a získaný produkt je vo vysokej čistote. 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylén vykazuje výrazné baktericídne, fungicídne a antiprotozoálne vlastnosti v koncentrácii 3-50 ppm. /*Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Aspergillus niger*, *Candida pseudotropicalis*, *Euglena gracilis*/.

Biologická aktivita uvedených látok sa testovala metódou antimikrobiálneho screeningu, ktorý pozostával z antimikrobiálneho, antifungálneho a antiprotozoálneho screeningu.

Antibakteriálny a antifungálny screening sa prevádzal platňovým difúznym testom

Testované kmene: *Staphylococcus aureus* CCM 885
Bacillus subtilis CCM 2216
Escherichia coli CCM 5172
Pseudomonas aeruginosa CCM 1960
Aspergillus niger F 300
Candida pseudotropicalis

Testované koncentrácie 200, 50, 12, 5 a 3.125 ug/disk.

Po 24 hod. inkubácií v termostate pri teplote 37 °C sa merali veľkosti inhibičných zón a hodnotili minimálne inhibičné koncentrácie danej látky.

Ako biologicky aktívna látka môže byť použitá vo forme roztoku, sprayu a suspenzií pre prípravu antibakteriálnych a antifungálnych prípravkov vo veterinárnej medicíne, ochrane životného prostredia, vôd... atď.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledujúce príklady:

Príklad 1

30 g 5-nitro-2-furylvinyldibromidu sa rozpustí v 200 ml

95 % etanolu a po kvapkách sa pridá pri 0 °C k 40 g NaOH v 500 ml 95 % etanolu. Po 10 min. reakčná zmes sa 10 hod. mieša pri teplote laboratória a po ochladení na -5 °C neutralizuje s cca 60-65 ml CH₃COOH. Po odparení rozpúšťadla zvyšok sa čistí chromatograficky na kolone silikagelu. Získa sa 15 g 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylenu o t.t. 86-87 °C.

1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylén je zlúčenina sumárneho vzorca C₆H₂BrNO₃. Molekulová hmotnosť 216. T. topenia 86-87 °C (benzén, hexán).

Pre C ₆ H ₂ BrNO ₃ vypočítané	33,36 % C,	0,93 % H,	36,99 % Br
nájdene	33,05 % C,	0,80 % H,	37,45 % Br

¹H NMR spektrum sa meralo na spektrometri Tesla BS v CDCl₃ za použitia inertného standardu tetrametylsilánu.

Spektrum vykazuje tieto charakteristické pásy.

H₃ = 6,96 ppm H₄ = 7,25 ppm J_{H₃H₄} = 4Hz

Príklad 2

K 100 ml i-propanolu sa pridá 2,5 g sodíka a pri 5 °C za intenzívneho miešania prileje 30 g 5-nitro-2-furylvinyldéndibromidu v 100 ml i-propanolu. Po 30 min. pri teplote laboratória reakčná zmes spracováva ako v príklade 1. Získa sa 11 g 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylenu o t.t. 86-87 °C (heptán).

Príklad 3

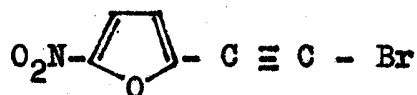
K miešanému roztoku 30 g 5-nitro-2-furylvinyldéndibromidu v 150 ml terc. butanole sa pridá pri 5 °C 12 g terc. butanolátu draselného v 150 ml. terc. butanole. Po 5 hod. miešania pri teplote laboratória rozpúšťadlo sa oddestiluje za vákua. Zvyšok sa extrahuje do éteru a po premytí s vodou sa éter oddestiluje do sucha. Zvyšok sa rozpustí v benzéne a čistí chromatograficky na

kolone silikagelu (150-250) mesh eluent benzen, chloroform).
Získa sa 11,5 g oranžovej látky o t.t. 84-87 °C t.j. 1-/5-nitro-
-2-furyl/-2-brómacetylénu.

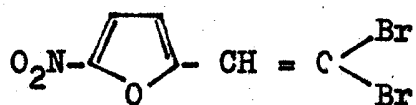
Príklad 4

K 30 g 5-nitro-2-furylvinyldibromidu v 200 ml benzéne
pri 10 °C pridá 50 g 40 % roztoku benzyltrimetylamóniumhydroxydu
v metanole. Pri 24 hod. pri teplote laboratória sa reakčná zmes
oddestiluje za vákua a spracováva analogicky ako v príklade 3.
Získa sa 17 g 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylénu o t.t. 87 °C.

1. 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylén vzorca



2. Spôsob prípravy 1-/5-nitro-2-furyl/-2-brómacetylénu podľa bodu jedna vyznačený tým, že 5-nitro-2-furylvinylidéndibromid vzorca



sa nechá reagovať s alespoň jednou bázou vybratou zo skupiny tvorenej alkalickými hydroxidmi vzorca LiOH, KOH, NaOH, Ca(OH)₂; alkoholátmi C1 až C5 vzorca CH₃OM, C₂H₅OM, C₃H₇OM, i-C₃H₇OM, C₄H₉OM, terc-C₄H₉OM, C₅H₁₁OM kde M je Li, Na, K, Ca, benzyltrimetylamóniumhydroxydom vzorca C₆H₅-CH₂N⁽⁺⁾(CH₃)₃.OH⁽⁻⁾, benzyltrietylamóniumhydroxydom vzorca C₆H₅-CH₂N⁽⁺⁾(C₂H₅)₃.OH⁽⁻⁾, tetrabutylamóniumhydroxydom vzorca (C₄H₉)₄N⁽⁺⁾.OH⁽⁻⁾ v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú étery ako dietyletér, dimetoxyetán, tetrahydrofurán, dioxán, v aromatických kvapalných uhľovodíkoch ako benzén, toluén, nitrobenzén v alkoholoch C1 až C5 a vo vode alebo v ich zmesiach s vodou v rozmedzí teplôt -10 až 40 °C.