



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

226920
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³
C 07 D 307/66

[22] Prihlášené 04 03 82

[21] [PV 1477-82]

[40] Zverejnené 24 06 83

[45] Vydané 15 05 86

[75]

Autor vynálezu

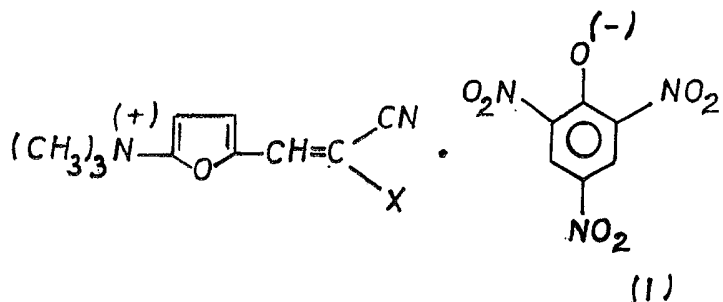
VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc.,
KRÍŽ MIROSLAV ing., BRATISLAVA, FULIEROVÁ ANNA ing., ŠTÚROVO

[54] α -Substituované 5-trimetylamóniové pikráty 3-(2-furyl)akrylonitrilu
a spôsob ich prípravy

1

2

Vynález sa týka α -substituovaných 5-trimetylamóniových pikrátov 3-(2-furyl)akrylonitrilu obecného vzorca I

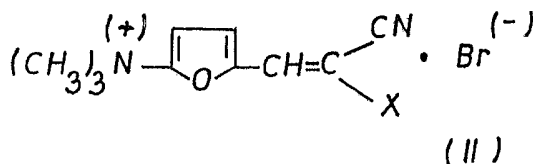


kde

X znamená CN, CONH₂, COOCH₃, COOCH₂-CH₃ a spôsob ich prípravy.

Látky podľa vynálezu a spôsob ich prípravy nie sú v literatúre doposiaľ popísané. Z takých typov látok iba α -substituované 5-trimetylamóniové bromidy 3-(2-furyl)akrylonitrilu sú uvedené v čs. autorskom osvedčení č. 225 032 tých istých autorov.

Podstata spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom, že sa α -substituované 5-trimetylamóniové bromidy obecného vzorca II

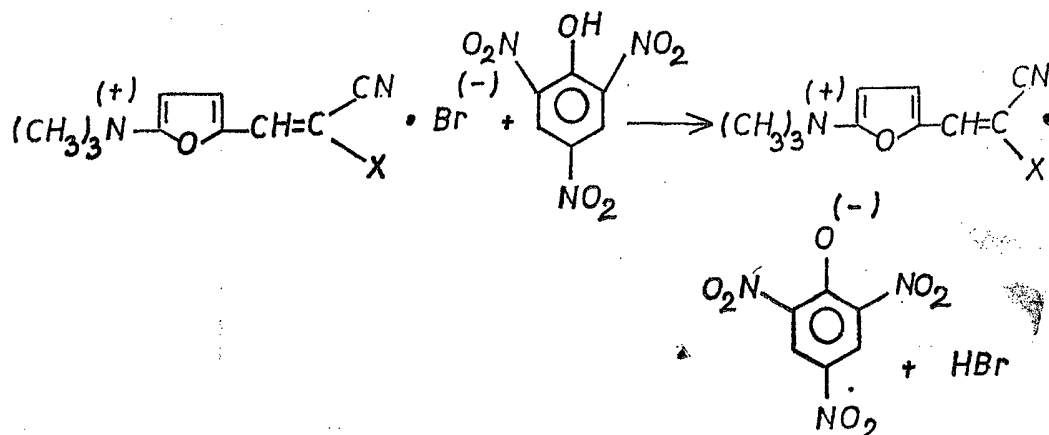


kde

X znamená to isté ako vo vzorci I, reagujú s kyselinou pikrovou v prostredí vody

alebo C₁ až C₅ alkoholov, alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt -10 až 70 °C.

Reakcia prebieha podľa rovnice:



kde

X znamená CN, CONH₂, COOCH₃, COOCH₂-CH₃.

Výhoda spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom že syntéza je jednoduchá, pričom sa vychádza z pomerne dostupných surovín.

Príklad 1

2,8 g látky obecného vzorca II, kde X je CN, sa rozpustí v 200 ml vody a 50 ml etanolu pri -10 °C. Do takto pripraveného roztoku sa pridá 2,5 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 220 ml vody. Vylúčená žltá zrazenina sa odsaje a vysuší. Získa sa 2,5 g [58 %] pikrátu obecného vzorca I, kde X je CN o t. t. 183 až 187 °C.

Pre C₁₇H₁₄N₆O₈ (430,3)

vypočítané:

19,53 % N,

nájdené:

19,26 % N.

¹H NMR spektrum [merané na prístroji Tesla BS-467, TMS, hexadeuteriodimetylsulfoxid]:

δ_{H_3} = 7,48 ppm;

δ_{H_4} = 7,19 ppm;

$J_{3,4}$ = 4,00 Hz;

δ_{H_A} = 8,30 ppm;

$\delta_{H_{arom}}$ = 8,55 ppm;

$\delta_{H_{CH_3}}$ = 3,67.

Príklad 2

3 g látky obecného vzorca II, kde X je

CONH₂ sa rozpustí v 200 ml vody pri 70 °C. Do takto pripraveného roztoku sa pridá 2,5 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 100 ml vody a 100 ml metanolu. Vylúčená žltá zrazenina sa odfiltruje a vysuší. Získa sa 3 g [67 %] látky obecného vzorca I, kde X je CONH₂ o t. t. 215 až 220 °C.

Pre C₁₇H₁₆N₆O₉ (448,3)

vypočítané:

18,7 % N,

nájdené:

18,23 % N.

¹H NMR spektrum [merané na prístroji Tesla BS-467, TMS, hexadeuteriodimetylsulfoxid]:

δ_{H_3} = 7,43 ppm;

δ_{H_4} = 7,18 ppm;

$J_{3,4}$ = 4,00 Hz;

δ_{H_A} = 8,02 ppm;

$\delta_{H_{arom}}$ = 8,60 ppm;

$\delta_{H_{CH_3}}$ = 3,71 ppm.

Príklad 3

3,1 g látky vzorca II, kde X je COOCH₃, sa rozpustí v 200 ml vody pri 20 °C. Do takto pripraveného roztoku sa pridá 2,5 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 200 ml vody. Vylúčená žltá zrazenina sa odfiltruje a vysuší. Získa sa 2,5 g [54 %] látky o t. t. 181 až 184 °C.

Pre C₁₈H₁₇N₅O₁₀ (463,3)

vypočítané:

15,12 % N,

nájdené:
15,24 % N.

^1H NMR spektrum (merané na prístroji Tesla BS-467, TMS, hexadeuteriodimetylsulfoxid):

$\delta_{\text{H}}^5 = 7,60 \text{ ppm};$

$\delta_{\text{H}}^4 = 7,25 \text{ ppm};$

$J_{3,4} = 4,00 \text{ Hz};$

$\delta_{\text{H}}^{\text{A}} = 8,26 \text{ ppm};$

$\delta_{\text{H}}^{\text{arom}} = 8,61 \text{ ppm};$

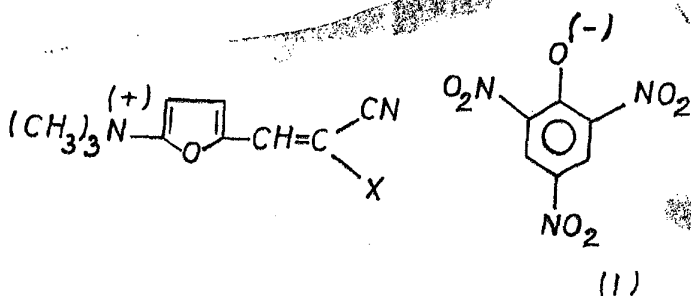
$\delta_{\text{H}}^{\text{OCH}_3} = 3,90 \text{ ppm};$

$\delta_{\text{H}}^{\text{CH}_3} = 3,70 \text{ ppm}.$

Látky podľa vynálezu môžu slúžiť ako východzie suroviny pre syntézu celého radu nových furánových derivátov.

PREDMET VYNÁLEZU

1. α -Substituované 5-trimetylamóniové pikráty 3-(2-furyl)akrylonitrilu obecného vzorca I

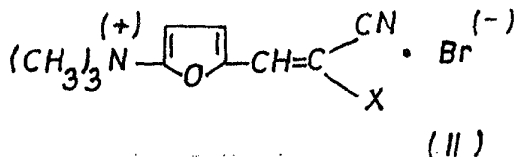


kde

X je CN, CONH₂, COOCH₃, COOCH₂CH₃.

2. Spôsob prípravy látok podľa bodu 1

vyznačujúci sa tým, že sa α -substituované 5-trimetylamóniové bromidy obecného vzorca II



kde

X značí to isté ako vo vzorci I reagujú s

kyselinou pikrovou v prostredí vody alebo C₁ až C₅ alkoholov, alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt -10 až 70 °C.