



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

226917

(11)

(B1)

(22) Prihlásené 02 02 82

(21) [PV 692-82]

(40) Zverejnené 26 08 83

(45) Vydané 15 05 86

{51} Int. Cl.³
C 07 D 405/04

(75)

Autor vynálezu

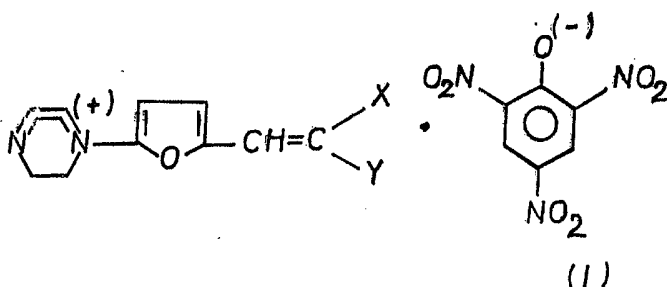
VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc.,
BRATISLAVA, FULIEROVÁ ANNA ing., ŠTÚROVO, KRÍŽ MIROSLAV ing.,
BRATISLAVA

[54] 5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové pikráty] 2-furyleténových derivátov
a spôsob ich prípravy

1

2

Vynález sa týka 5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánových pikrátov] 2-furyleténových
derivátov všeobecného vzorca I



kde

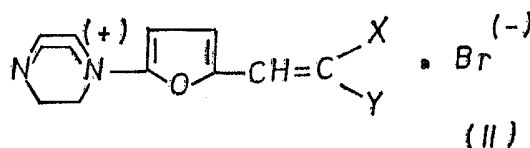
X znamená COOCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, COCH_3 a
Y znamená COOCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, COCH_3
a spôsobu ich prípravy.

Bližšie 5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové
bromidy]-2-furyleténových derivátov sú po-
písané v inom našom čs. autorskom osved-
čeníu.

Zlúčeniny podľa vynálezu a spôsob ich
prípravy nie sú doposiaľ v literatúre popí-
sané.

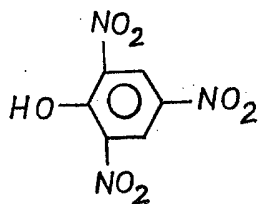
Podstata spôsobu prípravy látok podľa
vynálezu spočíva v tom, že sa 5-[1,4-diaza-

[2,2,2]bicyklooktánové bromidy] 2-furyleté-
nových derivátov všeobecného vzorca II



kde

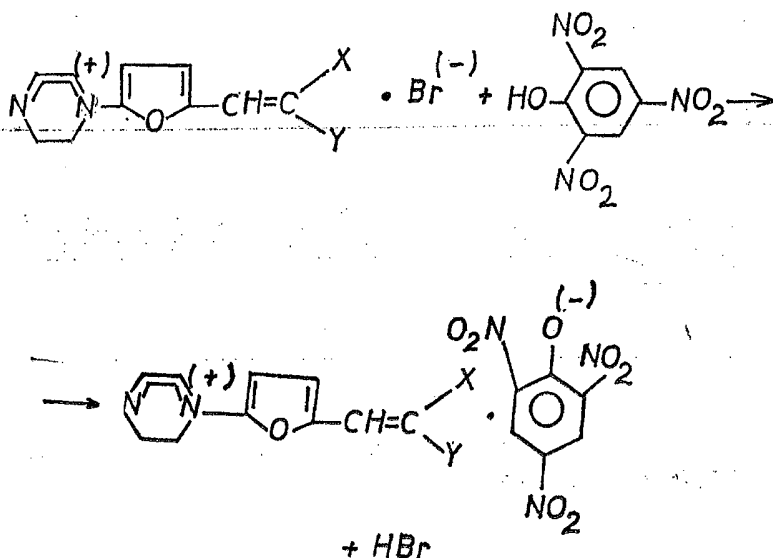
X a Y znamená to isté ako vo vzorci I,
reagujú s kyselinou pikrovou vzorca III



(III)

v prostredí vody alebo C₁ až C₅ alkoholov, alebo v ich zmesiach s vodou v rozmedzí teplôt -10 až 40 °C.

Reakcia prebieha podľa rovnice



kde

X a Y je hore uvedené.

Výhoda spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom, že syntéza je jednodušná z pomerne dostupných surovín. Zlúčeniny predstavujú novú skupinu aminofuránových derivátov a možno ich využívať ako syntetické medziprodukty pri príprave detergentných látok, antibakteriálnych preparátov a farbív.

Predmet vynálezu je ilustrovaný na nasledujúcich príkladoch prevedenia:

Príklad 1

1 g 1,4-diaza[2,2,2]bicyklooktánovej soli vzorca II [X je COOCH₂CH₃, Y je COOCH₂CH₃] sa rozpustí v 100 ml vody a pridá sa 1 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 50 ml etanolu za intenzívneho miešania počas 30 minút. Reakčná zmes sa nechá 1 deň stáť pri 50 °C. Vzniknutá zrazenina sa odsaje a vysuší v exikátore nad P₂O₅. Získalo sa 1 g žltej kryštalickej látky vzorca I [X je COOCH₂CH₃, Y je COOCH₂CH₃] o t. t. 172 až 175 °C.

IČ spektrum [merané na prístroji UR-20 KBr technikou]:

$\gamma_{C=C} = 1715 \text{ cm}^{-1}$;
 $\gamma_{C=C} = 1630 \text{ cm}^{-1}$;
 $\gamma_{C-O-C} = 1030 \text{ cm}^{-1}$.

UV spektrum [merané na prístroji UV-VIS v metanoli]:

$\lambda_{\text{max}} = 400 \text{ nm}$.

Príklad 2

10 g 1,4-diazabicyklooktánovej soli vzorca II [X je COCH₃, Y je COCH₃] sa rozpustí v 300 ml etanolu a za intenzívneho miešania sa pridá 7 g kyseliny pikrovej v 300 ml etanolu a 100 ml vody. Po 2 dňoch vylúčená zrazenina sa odfiltruje a vysuší nad P₂O₅ v exikátore. Získa sa 4,5 g oranžovohnedej kryštalickej látky o t. t. 136 až 140 °C.

Pre C₂₂H₂₃N₅O₁₀ [517]:

vypočítané:
 13,58 % N,

nájdene:

13,15 % N.

Príklad 3

1 g 1,4-diaza[2,2,2]bicyklooktánové soli vzorca II, kde X znamená $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$ a Y je COCH_3 sa nechá reagovať so 4 g kyseliny pikrovej v 25 ml etanolu. Reakčná zmes sa nechá stáť 1 deň. Vylúčená zrazenina sa odsaje a vysuší v oxikátore nad P_2O_5 . Získa sa 1,5 g oranžovej látky o t. t. 178 až 185 °C.

Pre $\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_5\text{O}_{11}$ (547):

vypočítané:

12,79 % N,

nájdene:

13,10 % N.

IČ spektrum (merané na prístroji UR-20 KBr technikou):

$\nu_{\text{C=O}} = 1722 \text{ cm}^{-1}$,
 $\nu_{\text{C=C}} = 1630 \text{ cm}^{-1}$,
 $\nu_{\text{C-O-C}} = 1040 \text{ cm}^{-1}$.

Príklad 4

Zo 4 g 1,4-diaza[2,2,2]bicyklooktánovej soli vzorca II, kde X je COOCH_3 a Y je COOCH_3 , sa pripraví pikrát spôsobom ako v príklade 1 o t. t. 180 až 183 °C. Získa sa žltoranžová kryštalická látka.

IČ spektrum (merané na prístroji UR-20 KBr technikou):

$\nu_{\text{C=O}} = 1715, 1710 \text{ cm}^{-1}$,
 $\nu_{\text{C=C}} = 1637 \text{ cm}^{-1}$,
 $\nu_{\text{C-O-C}} = 1027 \text{ cm}^{-1}$.

Pre $\text{C}_{12}\text{H}_{23}\text{N}_5\text{O}_{12}$ (559):

vypočítané:

47,22 % C, 4,11 % H, 14,31 % N,

nájdene:

46,89 % C, 3,98 % H, 14,05 % N.

Príklad 5

Zo 4 g 1,4-diaza[2,2,2]bicyklooktánovej soli vzorca II, kde X je COOCH_3 a Y je COCH_3 , sa pripravil pikrát tým istým spôsobom ako v príklade 3 o t. t. 183 až 185 °C.

IČ spektrum (merané na prístroji UR-20 KBr technikou):

$\nu_{\text{C=O}} = 1710, 1720 \text{ cm}^{-1}$,
 $\nu_{\text{C=C}} = 1640 \text{ cm}^{-1}$,
 $\nu_{\text{C-O-C}} = 1030 \text{ cm}^{-1}$.

Pre $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_5\text{O}_{11}$ (543):

vypočítané:

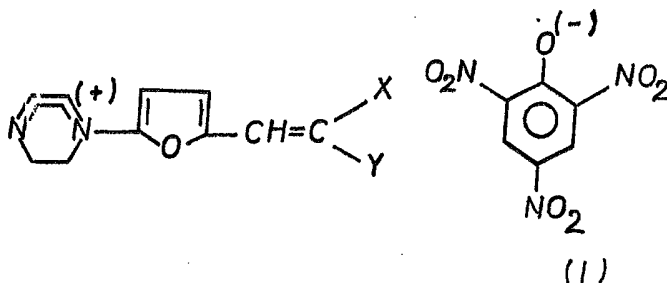
48,61 % C, 4,23 % H, 14,73 % N,

nájdene:

48,02 % C, 4,10 % H, 14,33 % N.

PREDMET VYNÁLEZU

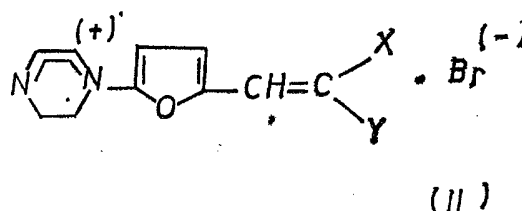
1. 5-[1,4-diaza[2,2,2]bicyklooktánové pikráty]2-furyleténových derivátov všeobecného vzorca I



kde

X znamená COOCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, COCH_3 a
Y znamená COOCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, COCH_3 .

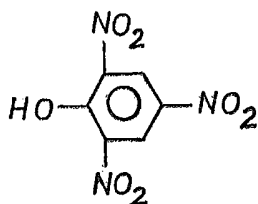
2. Spôsob prípravy látok podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa 5-[1,4-diaza[2,2,2]bicyklooktánové bromidy]2-furyleténových derivátov všeobecného vzorca II



kde

X a Y znamená to isté ako vo vzorci I,
reagujú s kyselinou pikrovou vzorca III

v prostredí vody alebo C₁ až C₅ alkoholov,
alebo v ich zmesiach s vodou v rozmedzí
teplôt -10 až 40 °C.



(III)