



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

236601
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 307/72

(22) Prihlášené 28 11 80
(21) (PV 4668-81)

(40) Zverejnené 17 09 84

(45) Vydané 15 02 87

(75)

Autor vynálezu

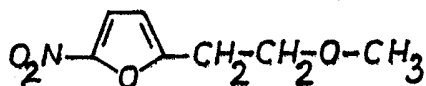
VEGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc.,
BRATISLAVA

(54) Metoxyderivát 5-nitro-2-etylfuránu a spôsob jeho prípravy

1

2

Vynález rieši spôsob prípravy novej látky metoxyderivátu 5-nitro-2-etylfuránu, vzorca I



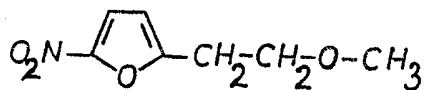
(1)

Tento sa pripravuje tak, že na 5-nitro-2-vinylfurán sa pôsobí metylalkoholátom alkalického kovu pri teplote 10 až 120 °C, alebo sa na 5-nitro-2-vinylfurán pôsobí metylalkoholom za katalýzy fázovými katalyzátormi v prostredí vody alebo organických rozpúšťadiel v rozmedzí teplôt 10 až 120 °C.

Vynález sa týka metoxyderivátu 5-nitro-2-etyl-furánu a spôsobu jeho prípravy.

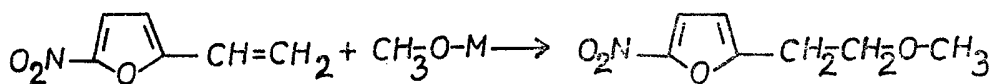
Zlúčenina a spôsob jej prípravy podľa vynálezu nie je v literatúre popísaná.

Metoxyderivát-5-nitro-2-etyl-furán všeobecného vzorca I



(I)

sa podľa vynálezu pripravuje spôsobom, ktorého podstata spočíva v tom, že sa 5-nitro-2-vinyl-furán (II) reaguje v metylalkohole s metanolátom alkalického kovu, ako sú napríklad sodný, draselný, lítny. Ďalej je mož-



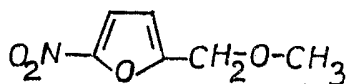
(II)

(I)

kde M = H, Na, Li, K.

Výhody spôsobu prípravy metoxyderivátu 5-nitro-2-etyl-furánu podľa vynálezu sú v tom, že sa uskutočňujú z pomerne dostupných zlúčenín, reakcie sú jednostupňové a produkty sa získavajú vo vysokých 60 až 90 percentných výťažkoch a čistote. Štrukturálne zapadá pripravená látka do skupiny látok s antibakteriálnymi účinkami.

Predmet vynálezu ilustrujú príklady prevedenia. Zlúčenina predstavuje analóg známeho antibakteriálneho preparátu metyl-5-nitrofuryleteru vzorca



Príklad 1

13,5 g (0,01 mól) 5-nitro-2-vinyl-furánu a 0,1 g hydrochinónu sa rozpustilo v 50 ml metanolu a za intenzívneho miešania sa pridal 5 g metanolátu draselného. Reakčná zmes sa miešala pri teplote varu rozpúšťadla 10 hodín. Po oddestilovaní metylalkoholu za

né 5-nitro-2-vinyl-furán (II) ponechať reagovať s metylalkoholom za katalýzy fázovými katalyzátormi ako sú napríklad tetrabutylamóniumhydroxid, trimetylbenzylamóniumbromid, tetraethylamóniumhydroxid, benzyl-triethylamóniumbromid, tetrabutylfosfóniumbromid, trifenylmetylfosfóniumbromid v prostredí vody a organických rozpúšťadiel ako sú étery ako dietyléter, tetrahydrofurán, dioxán, dimetoxetán, ketóny ako je acetón, metyletylketón, cyklohexanón, aromatické uhľovodíky ako je benzén, toluén, nitrobenzén, estery kyselín ako sú octan etylnatý, octan metylnatý, mravčan etylnatý, alkoholy ako je metylalkohol, etylalkohol, izopropylalkohol, ďalej dimetylsulfoxid, acetonitril alebo ich zmesi s vodou. Obidve reakcie prebiehajú v rozmedzí teplôt 10 až 120 °C.

Reakcia s metylátom prebieha podľa rovnice:

vákua sa zvyšok čistil chromatograficky na stĺpci silikagélu za použitia benzénu ako efluentu. Získalo sa 5 g produktu, čo predstavuje 30 %-ný výťažok. Teplota topenia látky bola 55 až 60 °C.

Príklad 2

7 g 5-nitro-2-etyl-furánu, 0,1 g hydrochinónu a 0,1 g tetrabutylamóniumhydroxidu sa rozpustilo v 100 ml dimetoxetánu a k intenzívne miešanému roztoku sa pridal 7 g metanolátu draselného a 5 ml vody. Po 10 hodinách miešania a zahrievania pri 60 až 70 °C sa rozpúšťadlo oddestilovalo za vákua a zvyšok sa čistil destiláciou za zníženého tlaku pri 1000 až 1500 Pa a 130 až 140 °C. Získalo sa 3,5 g (43 %) produktu.

Metoxyderivát 5-nitro-2-etyl-furánu (I) je zlúčenina vzorca $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_4$ — jeho molekulová hmotnosť je 175,15.

Vypočítané:

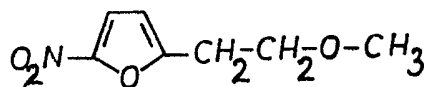
49,12 % C, 5,29 % H, 8,18 % N;

Stanovené:

49,30 % C, 5,17 % H, 8,08 % N.

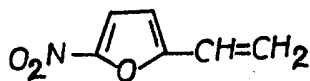
PREDMET VYNÁLEZU

1. Metoxyderivát 5-nitro-2-etylfuránu vzorca I



(I)

2. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa na 5-nitro-2-vinylfurán vzorca II

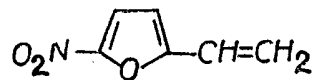


(II)

pôsobí v metylalkohole následne pridaným metylalkoholátom alkalického kovu ako sú metylalkoholát sodný, draselný alebo lítny v rozmedzí teplôt 10 až 120 °C.

3. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu

1 vyznačený tým, že sa na 5-nitro-2-vinylfurán vzorca II



(II)

pôsobí metylalkoholom za katalýzy fázovými katalyzátormi ako sú tetrabutylamóniumhydroxid, trimetylbenzylamóniumbromid, traethylamóniumhydroxid, benzyltriethylamóniumbromid, tetrabutylfosfóniumbromid, trifenylmetylfosfóniumbromid v prostredí vody a organických rozpúšťadiel ako sú étery ako dietyléter, tetrahydrofurán, dioxán, dimetoxetán, ketony ako acetón, metyletylketón, cyklohexanón, aromatické uhľovodíky ako s je benzén, toluén, nitrobenzén, estery kyselín ako sú octan etylnatý, octan metylnatý, mravčan etylnatý, alkoholy ako metylalkohol, etylalkohol, izopropylalkohol, ďalej dimetylsulfoxid, acetonitril, alebo ich zmesi s vodou v rozmedzí teplôt 10 až 120 °C.