

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66622

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.VIII.1969 (P 135 537)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.IV.1973

Kl. 12p,3

MKP C07d 85/28

UKD

Współtwórcy wynalazku: Zofia Łukasiewicz, Tadeusz Urbański

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Chemii
Organicznej), Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania 3-arylo-5-chlorometylo-oksazolidonów-2

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 3-arylo-5-chlorometylo-oksazolidonów-2 o ogólnym wzorze przedstawionym na rysunku, w którym Ar oznacza pierścień aryłowy ewentualnie podstawiony grupą nitrową.

Pochodne oksazolidonu-2 wykazują czynność biologiczną i są stosowane jako środki o działaniu przeciwwakaźnym, antyseptycznym, przeciwpalnym, przeciwbólowym i uspokajającym. Pochodne oksazolidonu-2 są także stosowane jako stymulatory wzrostu roślin oraz jako substancje owadobójcze i grzybobójcze.

Istnieje bardzo dużo różnych sposobów otrzymywania pochodnych oksazolidonu-2, przy czym w każdej z tych metod stosuje się inne substancje wyjściowe.

Jednym ze znanych sposobów wytwarzania pochodnych oksazolidonu-2 podstawionych w pozycji 3,5 jest sposób polegający na reakcji β -chlorowcoalkoholi z mocznikiem lub na reakcji epoksydów z mocznikiem. W niemieckim opisie patentowym nr 1.157.627 przedstawiono inny jeszcze sposób, który polega na ogrzewaniu w temperaturze podwyższonej około 190°C mocznika z 3-/o-metoksyfenoksy-/1,2-propandiolem lub 3-/o-metoksyfenoksy-/1-chloro-2-propanolem, albo też 1,2-epoksy-3-/o-metoksyfenoksy/-propanem.

Sposoby dotychczasowe umożliwiają otrzymywanie pochodnych oksazolidonu-2 z niedużą wydajnością, a przede wszystkim wymagają stosowania

2

produktów wyjściowych uzyskiwanych za pomocą skomplikowanych procesów chemicznych, co stanowi główną niedogodność znanych rozwiązań.

Stwierdzono, że wspomnianych niedogodności unika się, jeśli kondensuje się N'-arylo-N''-amidynomoczniki z epichlorohydryną. Proces według wynalazku przebiega według załączonego schematu, gdzie Ar ma wyżej podane znaczenie.

Substancję wyjściową, którą stanowi odpowiedni amidynomocznik otrzymuje się w znany sposób, który jest operacją prostą i polega na ogrzewaniu odpowiedniej aminy z cyjanoguanidyną w rozcieńczonym kwasie solnym. Produkt otrzymany z tej reakcji, bez dalszego oczyszczania, stosuje się jako substancję wyjściową w sposobie według wynalazku. Należy zaznaczyć, że zarówno cyjanoguanidyny, jak też aminy potrzebne do przygotowania substancji wyjściowej są na ogół łatwo dostępne i trwałe pod względem chemicznym.

Według wynalazku mieszaninę reakcyjną, która stanowi N'-arylo-N''-amidynomocznik i epichlorohydryną, ogrzewa się aż do uzyskania klarownego roztworu, następnie całość oziębia się i rozcieńcza rozpuszczalnikiem na przykład etanolem, przy czym produkt gotowy wydziela się w postaci kryształów.

Związki otrzymywane według wynalazku są związkami nowymi.

Sposób według wynalazku ilustruje przykład, który jednakże nie ogranicza zakresu wynalazku.

Przykład. 4,4 g (0,0197 mola) N'-p-nitrofenylo/-N''-amidynomocznika ogrzewa się z 30 ml epichlorohydryny w temperaturze wrzenia w ciągu 2 godzin, aż do uzyskania klarownego roztworu. Po oziębieniu dodaje się 30 ml etanolu. Wydzielone krysztale 3-p-nitrofenylo/-5-chlorometylookszolidonu-2 w ilości 3,1 g stanowią 64% wydajności teoretycznej. Po krystalizacji z etanolu temperatura topnienia wynosi 155—157°C.

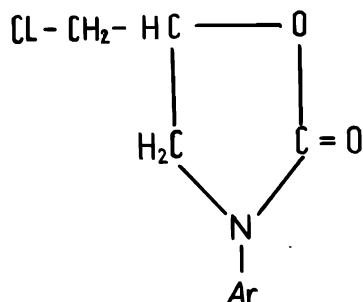
Analiza: dla wzoru $C_{10}H_9ClN_2O_4$
obliczono: C — 46,80, H — 3,53; Cl — 13,81 N — 10,91
znaleziono: C — 46,72, H — 3,59, Cl — 13,68, N — 10,95

Widmo IR: pasmo absorpcji charakterystyczne dla grupy karbonylowej oksazolidonu-2 w 1760 cm^{-1} .

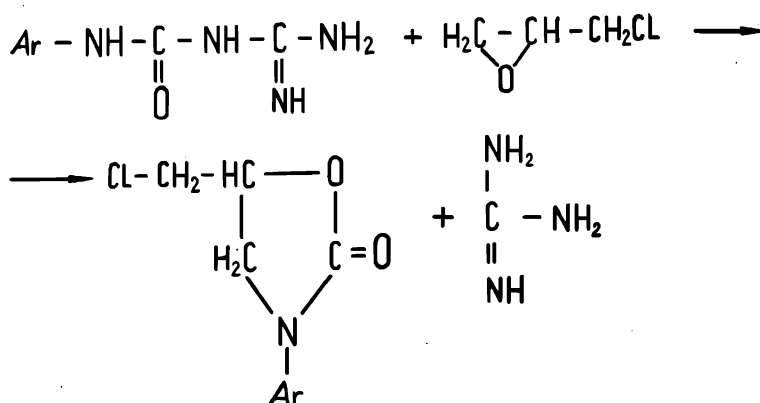
Widmo NMR: Multiplet z centrum $\tau = 4,9$ ppm odpowiada pojedynczemu protonowi sąsiadującemu z tlenem pierścienia oksazolidonu-2.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 3-arylo-5-chlorometylookszolidonów-2 o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym Ar oznacza pierścień arylo-
wy ewentualnie podstawiony grupą nitrową, **znamienny tym**, że N'-arylo-N''-amidynomocznik kondensuje się z epichlorohydryną.



Wzór



Schemat