



SZABADALMI LEÍRÁS

176603

Bejelentés napja: 1977. XII. 14.

(RE—619)

Elsőbbsége: Csehszlovákia:
1976. XII. 15. (PV 8191—76)

Közzététel napja: 1980. VIII. 28.

Megjelent: 1981. XII. 31.

Nemzetközi osztályozás:

C 07 D 307/73

Feltalálók:

Végh Daniel kutatómérnök, Pozsony,
Kovács Jaroslav professzor, Pozsony,
Csehszlovákia

Szabadalmas:

Rektorát Slovenskej vysokej školy
technickej v. Bratislave, Pozsony,
Csehszlovákia

Eljárás (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammónium-bromid előállítására

1

A találmány tárgya eljárás az új I képletű (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammónium-bromid előállítására.

A szakirodalomból nem ismeretesek 5-nitro-2-furil-vinilén-csoportot tartalmazó alifás terciér aminok. Ezek a típusú vegyületek viszont hasznosíthatók kiindulási anyagként az antibakteriális hatású 5-nitro-2-furil-etilén-származékok szintézisében. Ezért célul tűztük ki 5-nitro-2-furil-vinilén-csoportot tartalmazó vegyületek előállítását.

Kísérleteink során azt találtuk, hogy egy ilyen csoportot tartalmazó vegyület, mégpedig az I képletű (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammónium-bromid könnyen előállítható.

E vegyületet tehát a találmány értelmében úgy állítjuk elő, hogy a II képletű 1-(5-nitro-2-furil)-2-bróm-etilént trimetil-aminnal reagáltatjuk -10°C és $+50^{\circ}\text{C}$ közötti hőmérsékleten valamilyen közömbös szerves oldószerben, például benzolban, toluolban, xilolban, dietiléterben, acetonban, dimetil-formamidban, egy 1—4 szénatomos alifás alkoholban, dioxánban, tetrahidrofuranban, kloroformban vagy szén-tetrakloridban, vagy pedig ilyen oldószerek elegyében.

A találmány szerinti eljárás egyszerű, gazdaságos és viszonylag könnyen végrehajtható.

A találmányt közelebbről az alábbi kiviteli példákkal kívánjuk megvilágítani.

2

1. példa

0— 15°C -on 11 g (0,05 mól) 1-(5-nitro-2-furil)-2-bróm-etilén 150 ml benzollal készült oldatához vízmentes trimetil-amint adunk, majd a kapott reakcióelegyet szobahőmérsékleten néhány órán át állni hagyjuk. Az (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammónium-bromid ekkor kivált kristályairól az anyalúgot leszívjuk, majd a kristályokat dietiléterrel átmossuk. A kapott kristályok olvadáspontja $175\text{—}185^{\circ}\text{C}$. A kristályos anyagot ezután metanol és dietiléter elegyből átkristályosítjuk, amikor is 12 g (87%) mennyiségben a $178\text{—}181^{\circ}\text{C}$ olvadáspontú végterméket kapjuk.

15

2. példa

0 $^{\circ}\text{C}$ -on állandó keverés közben 11 g (0,05 mól) 1-(5-nitro-2-furil)-2-bróm-etilén 150 ml dietiléterrel készült oldatához cseppenként hozzáadunk 3 g (0,05 mól) trimetil-amint, majd a reakcióelegyet az adagolás hőmérsékletén 10 órán, ezután pedig szobahőmérsékleten 5 órán át állni hagyjuk. 13 g mennyiségben sárgásbarna, $170\text{—}195^{\circ}\text{C}$ olvadáspontú kristályos anyag csapódik ki. E csapadékot dietiléterrel átmossuk, ezután pedig az 1. példában ismertetett módon átkristályosítjuk. Így 12,4 g (89%) mennyiségben az 1. példában említett olvadáspontú végterméket kapjuk.

30

Az I képletű (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammó-

nium-bromid olvadáspontja tehát 178—181 °C, molekulásúlya 277,12 és a $C_9H_{13}BrN_2O_3$ összegképletre elemzési eredményei az alábbiak:

számított: C%=39,00, H%=4,73, N%=10,11,

Br%=17,32;

talált: C%=38,89, H%=4,75, N%=10,15,

Br%=17,45.

Az I képletű vegyület általunk feltételezett szerkezetét a spektrálanalízis, illetve az infravörös és ibolyántúli, valamint 1H -NMR spektroszkópiai vizsgálatok igazolták.

Az ibolyántúli spektrumot a Carl Zeiss jénai, NDK-beli cég által gyártott, SPECORD UV VIS nevű spektrofotométerrel vettük fel, oldószerként etanolt és vizet használva. A termék az alábbi jellegzetes csúcsokat mutatja:

Etanol

Víz

$\lambda_{max}=225$ nm ($\log_{\epsilon}=4,11$) $\lambda_{max}=227$ nm ($\log_{\epsilon}=4,21$)

$\lambda_{max}=257$ nm ($\log_{\epsilon}=3,65$) $\lambda_{max}=259$ nm ($\log_{\epsilon}=3,69$)

$\lambda_{max}=333$ nm ($\log_{\epsilon}=4,17$) $\lambda_{max}=346$ nm ($\log_{\epsilon}=4,18$)

A termék infravörös spektrumát a Carl Zeiss cég UR—20 márkanévű spektrofotométerével vettük fel kálium-bromid pasztillában. Az alábbi jellegzetes csúcsok észlelhetők a spektrumban: 3030, 1672, 1584, 1532, 1485, 1470, 1407, 1360, 1310, 1260, 1245, 1208, 1042, 1030, 1010, 980, 945 és 925 cm^{-1} .

A termék 1H -NMR spektrumát a Tesla brüni csehszlovákiai cég BS 487C jelzésű spektrométerével

vettük fel dimetil-szulfoxidban, belső standardként trimetil-szilánt használva. A kapott eredmények az Ia képletre az alábbiak:

H_3 =dublett 7,05

5 H_4 =dublett 7,76

H_B =szingulett 7,38

H_D =szingulett 7,36

A találmány szerinti eljárással előállított (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammonium-bromid vízben jól oldódik és hajlamos más reagensek vizes oldataival reakcióba lépni. E vegyület — miként említettük — kiindulási anyagként használható számos antibakteriális hatású 5-nitro-2-furil-etilén-származék előállításában, tekintettel arra, hogy az utóbbiak szintézisét egyszerűbbé és olcsóbbá teszi.

Szabadalmi igénypont

20 Eljárás az I képletű (5-nitro-2-furil-vinilén)-trimetil-ammonium-bromid előállítására, azzal jellemezve, hogy a II képletű 1-(5-nitro-2-furil)-2-bróm-etilént —10 °C és +50 °C közötti hőmérsékleten trimetil-aminnal reagáltatjuk egy szerves oldószerben, célszerűen benzolban, toluolban, xilolban, dietiléterben, acetonban, dimetil-formamidban, egy 1—4 szénatomos alifás alkoholban, dioxánban, tetrahydrofuranban, kloroformban vagy szén-tetrakloridban, vagy pedig ilyen oldószerek elegyében.

1 db ábraoldal

176603
 Nemzetközi osztályozás:
 C 07 D 307/73

