



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

203651

(11) (B1)

/22/ Prihlášené 04 04 79
/21/ /PV 2289-79/

(51) Int. Cl.³
C 07 D 307/72
A 61 K 31/345

(40) Zverejnené 31 03 80

(45) Vydané 15 10 82

(75)

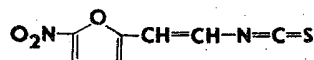
Autor vynálezu

VĚGH DANIEL ing. CSc. a KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanát a spôsob jeho prípravy

Vynález sa týka 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu a spôsobu jeho prípravy.

5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanát doteraz nebol pripravený. Podstatu vynálezu tvorí 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanát vzorca I



Podstata spôsobu prípravy 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu podľa vynálezu spočíva v tom, že 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforan reaguje so sírouhlíkom v prostredí organických rozpúšťadiel, ako sú aromatické kvapalné uhľovodíky, napr. benzén, toluén, v éteroch ako dietyléter, dimetoxetán, tetrahydrofurán, dioxán, v octane etylovom, acetonitrile, sírouhlíku alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 5 až 200 °C a tlaku 133 až 1 330 kPa.

Reakcia prebieha podľa schémy:



Výhoda spôsobu prípravy 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu podľa vynálezu spočíva okrem iného v tom, že syntéza je jednostupňová z pomerne dostupných surovín a získaný produkt sa získa vo vysokej čistote. 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanát predstavuje novú skupinu 5-nitro-furanových zlúčenín so širokou možnosťou syntetického využitia ako kľúčového medziproduktu pre syntézu nových nitrofuránových zlúčenín a ako antibakteriálny preparát vo forme prášku, roztoku, sprayu a suspenzií.

V molekule 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu sú spojené v jeden celok dve biologicky vysoko aktívne fragmenty 5-nitro-2-furyletylénový a tiokyanátový fragment čo veľmi priaznivo vplýva na spektrum biologickej účinnosti derivátu.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledujúce príklady.

P r í k l a d 1

4,14 g / $1 \cdot 10^{-2}$ mól/ 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforanu sa rozpustí v 30 ml sírouhlíku a pod dusíkom nechá stáť 100 hodín. Po oddestilovaní rozpúšťadla zvyšok sa čistí chromatograficky na stĺpci silikagelu /150-250 mesh, eluent benzen, chloroform/. Získa sa 0,98 g /45% 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu ako žltej kryštalickej zlúčeniny o t. t. 87-90 °C /hexán/.

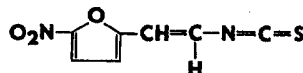
P r í k l a d 2

4,14 g / $1 \cdot 10^{-2}$ mól/ 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforanu sa rozpustí v 50 ml toluénu a 50 ml sírouhlíku a zahrieva sa pod inertnou atmosférou /dusík resp. argón/ 50 hodín pri 100 °C. Rozpúšťadlo sa oddestiluje za vákua a zvyšok sa extrahuje 1 000 ml hexánu. Po odparení sa získa 1,17 g /60% 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu o t. t. 87-92 °C.

P r í k l a d 3

4,14 g / $1 \cdot 10^{-2}$ mól/ 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforanu sa dá do 100 ml autoklávu za prídania 35 ml sírouhlíku a zahrieva sa pri 100 °C a 1 330 kPa pod argónom 6 hodín. Po oddestilovaní rozpúšťadla a čistení na stĺpci silikagelu ako v príklade 1 sa získa 1,56 g /80% 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu o t. t. 87-91 °C.

5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanát podľa vynálezu je zlúčenina vzorca



Sumárny vzorec zlúčeniny $C_7H_4N_2O_3S$. Molekulová hmotnosť je 196 a teplota topenia 87-91 °C

Elementárna analýza	% N	% S
Vypočítané:	14,27	16,34
Nájdene:	14,05	16,15

Štruktúra 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu podľa vynálezu bola dokázaná spektrálnymi metódami, a to IČ, 1H , NMR a hmotnostnou spektroskópiou.

IČ spektrá sa merali na spektrofotometri /UR-20 fy Zeiss Jena/ v $CHCl_3$

IČ spektrum vykazuje tieto charakteristické pásy; 1010, 1336, 1552, 2120-2135 cm^{-1}

1H NMR spektrum sa meralo na spektrometri /Tesla BS/ v deuteriochloroforme za použitia inertného standardu tetrametylsilánu. Spektrum vykazuje charakteristické pásy 6,99; 7,36 a 6,17; 6,39 /ppm/.

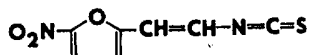
Hmotnostné spektrum sa meralo [na prístroji MS 902/fy AEI] s použitím priameho napúšťacieho systému pri energii elektrónov 70 eV.

MS spektrum vykazuje tieto fragmenty:

M^+ 196 - 100 %, 180 - 25 %, 166 - 15 %, 138 - 15 %, 122 - 40 %, 95 - 30 %, 84 - 40 %, 63 - 55 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

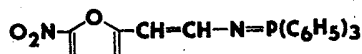
1. 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanát vzorca I



/I/

2. Spôsob prípravy 5-nitro-2-furylvinylénizotiokyanátu podľa bodu 1, vyznačený tým, že 5-nitro-2-furylvinylén-N-aminotrifenyfosforan vzorca

/II/



reaguje so sírouhlíkom v prostredí organických rozpúšťadiel, ako sú aromatické kvapalné uhľovodíky, napr. benzén, toluén, v éteroch ako dietyléter, dimetoxyetán, tetrahydrofurán, dioxán v octane etylovom, acetonitrile, sírouhlíku alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 5 až 200 °C a tlaku 133 až 1 330 kPa.