



ÚRAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

226936  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 07 D 307/34

(22) Prihlášené 07 07 82  
(21) (PV 5171-82)

(40) Zverejnené 27 05 83

(45) Vydané 15 05 86

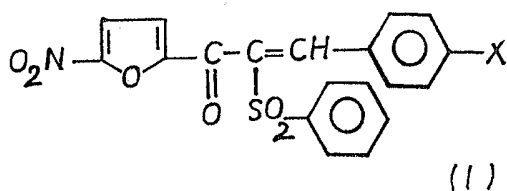
(75)  
Autor vynálezu

JURÁŠEK ADOLF doc. ing. CSc., POLAKOVIČOVÁ DANA ing. CSc., KOVÁČ  
JAROSLAV prof. ing. DrSc., EBRINGER LIBOR prof. RNDr. DrSc.,  
BRATISLAVA

(54) 1-(5-Nitro-2-furoyl)-1-fenylsulfonyl-2-(4-X-fenyl)etylény a spôsob ich prípravy

1

Vynález sa týka 1-(5-nitro-2-furoyl)-1-fenylsulfonyl-2-(4-X-fenyl)etylénov všeobecného vzorca I

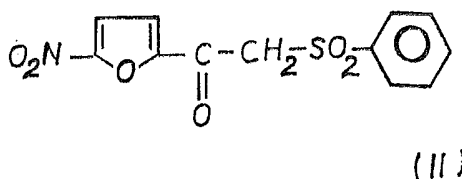


kde

X je H, CH<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>O, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N, F, Cl, NO<sub>2</sub>, VN a spôsobu ich prípravy.

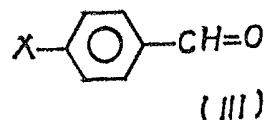
1-(5-Nitro-2-furoyl)-1-fenylsulfonyl-2-(4-X-fenyl)etylény podľa vynálezu neboli doposiaľ pripravené.

Podstata spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom, že sa fenyl-2-(5-nitro-2-furyl)-2-oxoethylsulfón vzorca II



2

reaguje s aromatickými aldehydmi vzorca III



kde

X = H, CH<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>O, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N, F, Cl, NO<sub>2</sub>, CN v prostredí éterov, výhodne suchého éteru, dibutyléteru, dioxánu alebo ich zmesí za prítomnosti chloridu titaničitého a pyridínu pri teplote 0 °C až teplote varu rozpúšťadiel.

Výhody spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočívajú v tom, že sa vychádza z pomerne dostupných surovín a látky sa získavajú vo vysokých výťažkoch a čistote.

Príklad 1

0,1 Mol (11 ml) chloridu titaničitého v 25 ml chloridu uhličitého sa prikvapáva pri teplote 0 °C za miešania a vylúčenia vlhkosti k 200 ml tetrahydrofuránu. Vzniklá žltá vložkovitá zrazenina sa premiešava ešte 30 minút a potom sa k nej postupne prí-

dajú roztoky 0,05 mol príslušného aldehydu a 0,05 mol (14,7 g) fenyl-2-(5-nitro-2-furyl)-2-oxoethylsulfónu v 25 ml tetrahydrofuránu. Po ďalších 30 minútach sa k suspenzii pomaly prikvapkáva roztok 0,2 mol (16 ml) pyridínu v 30 ml tetrahydrofuránu a v miešaní sa pokračuje ešte 6–10 hodín pri 0 °C v závislosti od reaktivity aldehydu. Potom sa k reakčnej zmesi pridá 50 ml vody a 50 ml éteru, oddelí sa éterická vrstva a vodná sa extrahuje ešte trikrát 50 ml éteru. Spojené éterické roztoky sa pretrepú s 50 ml nasýteného roztoku chloridu sodného, vodou a vysušia bezvodým  $\text{MgSO}_4$ . Po odstránení rozpúšťadla, produkty sa čistia kryšta-

lizáciou z vhodného rozpúšťadla, s výhodou etanolu alebo kyseliny octovej, respektíve sa čistia chromatograficky. Výťažok reakcie je 60–90%ný.

#### Príklad 2

Ako v príklade 1, ale ako rozpúšťadlo sa použije dioxán alebo dibutyléter a pracuje sa pri teplote 0 až 20 °C. Výťažky reakcie sa pohybujú od 50–80 % teórie.

Tabuľka 1 udáva fyzikálne konštanty a údaje elementárnej analýzy a tabuľka 2 údaje infračervených spektier látok podľa vynálezu.

Tabuľka 1

1-[5-Nitro-2-furoyl]-1-fenylsulfonyl-2-[4-X-fenyl]etylény

| Zlúčenina<br>X            | Mol. vzorec<br>(m . h)                                   | T. t. °C<br>%<br>(výťažok, | % C   | vypočítané/nájdene |      |      |
|---------------------------|----------------------------------------------------------|----------------------------|-------|--------------------|------|------|
|                           |                                                          |                            |       | % H                | % N  | % S  |
| Ia                        | $\text{C}_{19}\text{H}_{13}\text{NO}_6\text{S}$          | 130–131 <sup>a</sup>       | 59,52 | 3,42               | 3,65 | 8,36 |
| H                         | (383,3)                                                  | (75)                       | 59,21 | 3,38               | 3,61 | 8,31 |
| Ib                        | $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{NO}_6\text{S}$          | 190–192 <sup>b</sup>       | 60,46 | 3,81               | 3,52 | 8,07 |
| $\text{CH}_3$             | (387,3)                                                  | (67)                       | 60,55 | 3,85               | 3,38 | 8,09 |
| Ic                        | $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{NO}_7\text{S}$          | 157–159 <sup>a</sup>       | 58,12 | 3,66               | 3,39 | 7,76 |
| $\text{CH}_3\text{O}$     | (413,3)                                                  | (67)                       | 57,88 | 3,52               | 3,36 | 7,66 |
| Id                        | $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ | 192–194 <sup>a</sup>       | 59,15 | 4,25               | 6,57 | 7,52 |
| $(\text{CH}_3)_2\text{N}$ | (426,4)                                                  | (58)                       | 58,73 | 4,19               | 6,50 | 7,28 |
| Ie                        | $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{FNO}_6\text{S}$         | 163–165 <sup>b</sup>       | 58,86 | 3,02               | 3,49 | 7,99 |
| F                         | (401,3)                                                  | (89)                       | 58,15 | 3,25               | 3,36 | 8,85 |
| If                        | $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{ClNO}_6\text{S}$        | 194–195 <sup>b</sup>       | 54,62 | 2,90               | 3,35 | 7,66 |
| Cl                        | (417,7)                                                  | (87)                       | 54,50 | 2,84               | 3,18 | 7,60 |
| Ig                        | $\text{C}_{19}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8\text{S}$ | 223–225 <sup>b</sup>       | 53,28 | 2,82               | 6,54 | 7,49 |
| $\text{NO}_2$             | (428,3)                                                  | (92)                       | 53,21 | 2,84               | 6,29 | 7,39 |
| Ih                        | $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ | 146–148 <sup>b</sup>       | 58,83 | 2,96               | 6,86 | 7,85 |
| CN                        | (408,3)                                                  | (90)                       | 58,47 | 2,87               | 6,80 | 7,74 |

<sup>a</sup> kryštalizované z etanolu, <sup>b</sup> z kyseliny octovej

Tabuľka 2

IČ spektrá zlúčenín Ia–Ih ( $\text{cm}^{-1}$ )

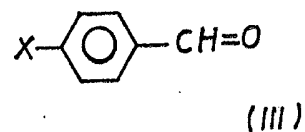
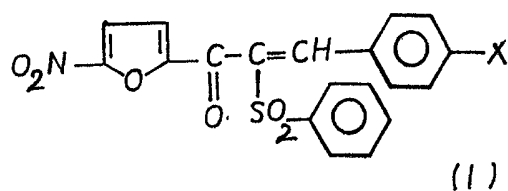
| Zlúč. | $\sim \text{C}=\text{O}$ | $\sim \text{C}=\text{C}$ | $\sim \text{NO}_2$ as | $\sim \text{NO}_2$ s | $\sim \text{SO}_2$ as | $\sim \text{SO}_2$ s | $\begin{array}{c} \gamma \text{C} \quad \text{C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{O} \end{array}$ |
|-------|--------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Ia    | 1678                     | 1618                     | 1554                  | 1349                 | 1324                  | 1155                 | 1023                                                                                                 |
| Ib    | 1677                     | 1610                     | 1554                  | 1349                 | 1324                  | 1154                 | 1027                                                                                                 |
| Ic    | 1675                     | 1612                     | 1554                  | 1349                 | 1325                  | 1153                 | 1025                                                                                                 |
| Id    | 1671                     | 1618                     | 1552                  | 1349                 | 1325                  | 1155                 | 1027                                                                                                 |
| Ie    | 1677                     | 1610                     | 1553                  | 1348                 | 1326                  | 1155                 | 1023                                                                                                 |
| If    | 1678                     | 1614                     | 1553                  | 1349                 | 1323                  | 1154                 | 1027                                                                                                 |
| Ig    | 1678                     | 1604                     | 1553                  | 1349                 | 1325                  | 1154                 | 1024                                                                                                 |
| Ih    | 1677                     | 1621                     | 1553                  | 1349                 | 1320                  | 1155                 | 1026                                                                                                 |

Látky podľa vynálezu môžu slúžiť ako medziprodukty pre syntézu ďalších aminofuránových derivátov.

## PREDMET VYNÁLEZU

1. 1-(5-Nitro-2-furoyl)-1-fenylsulfonyl-2-(4-X-fenyl)etylénový obecného vzorca I

reaguje s aromatickými aldehydmi vzorca III



kde

kde

X je H, CH<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>O, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N, F, Cl, NO<sub>2</sub>, CN.  
2. Spôsob prípravy 1-(5-nitro-2-furoyl)-1-fenylsulfonyl-2-(4-X-fenyl)etylénov podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa fenyl-2-(5-nitro-2-furyl)-2-oxoetyl sulfón vzorca II

X = H, CH<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>O, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N, F, Cl, NO<sub>2</sub>, CN v prostredí éterov, výhodne suchého éteru, dibutyléteru alebo ich zmesí, tetrahydrofuranu, dioxánu za prítomnosti chloridu titaničitého a pyridínu pri teplote 0 °C až teplote varu rozpúšťadiel.

