



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

205 170
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 04 04 79

(21) PV 2291-79

(40) Zverejnené 31 03 80

(45) Vydané 01 07 83

(51) Int. Cl.³ C 07 D 307/48
C 07 D 307/66

(75)

Autor vynálezu

VÉGH DANIEL ing.CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof.ing.DrSc. a
DANDÁROVÁ MILOSLAVA ing.CSc., BRATISLAVA

(54)

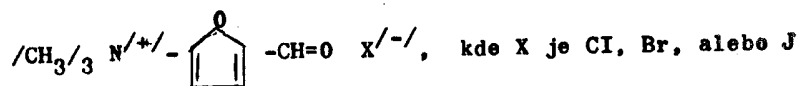
5-trimetylamóniové soli 2-furánkarbaldehydu a spôsob ich prípravy

1

Vynález se týka 5-trimetylamóniových solí 2-furánkarbaldehydu a spôsobov ich prípravy.

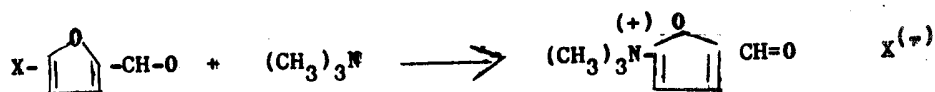
5-trimetylamóniové soli 2-furánkarbaldehydu doteraz neboli popísané.

Podstatu vynálezu tvoria 5-trimetylamóniové soli 2-furánkarbaldehydu vzorca



Podstata spôsobu prípravy 5-trimetylamóniových solí 2-furánkarbaldehydu podľa vynálezu spočíva v tom, že 5-halogén-2-furánkarbaldehyd, kde halogén je chlór, bróm alebo jód, reaguje s trimetylaminom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické uhľovodíky napr. benzén, toluén, chlórbenzén, nitrobenzén v éteroch ako dietyléter, tetrahydrofurán, dioxán, dimetoxyetán, ďalej v octane etylovom, acetonitrile, rírouhlíku v alkoholoch ako metanol, etanol, propanol, izopropanol alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 5 až 50 °C a tlaku 133 až 1 330 kPa.

Reakcia prebieha podľa schémy:



kde X=Cl, Br, I.

Látky podľa vynálezu možno pripraviť aj spôsobom, ktorého podstata spočíva v tom, že 5-dimetylamino-2-furánkarbaldehyd reaguje s metylchloridom, metylbromidom alebo s metyljodidom v prostredí organických rozpúšťadiel, ako sú aromatické uhľovodíky napr. benzén, toluén, chlórbenzén, nitrobenzén v éteroch ako dietyléter, tetrahydrofurán, dioxán, dimetoxetán, v alkoholoch ako metanol, etanol, propanol, izopropanol, ďalej v octane etylovom, acetonitrile, sírouhľiku, dimetylformamide, dimetylsulfoxide alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 5 až 200 °C a tlaku 133 až 1 330 kPa.

Reakcia prebieha podľa schémy:



kde X=CH, Br, I

Výhoda spôsobov prípravy podľa vynálezu spočíva okrem iného v tom, že syntézy sú jednostupňové a získané produkty sú vo vysokých výťažkoch a vysokej čistote. Kvartérna amóniová skupina na aromatickom jadre je výbornou odstupujúcou skupinou a svojím iónovým charakterom umožňuje dobrú rozpustnosť zlúčením vo vode a dáva veľké nádeje v syntetickej a priemyselnej praxi pre prípravu vo vode rozpustných antibakteriálnych látok typu azometínov, 2-vinyl, 2-etyl-5-kvartérnych amóniových solí furánu, ktoré môžu byť použité vo forme prášku, roztoku, sprayu a suspenzií. Kvartérne deriváty majú myorelaxačný účinok a teda účinok spôsobujú uvoľnenie svalstva.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledujúce príklady.

Príklad 1

1,6g /0,01 mól/ 5-bróm-2-furaldehydu (dokonale čistého a zbaveného HBr) sa rozpúšťa v 100 ml éteru a do takto pripravenej zmesi pri 3 °C zavádza 1,5g trimetylamínu. Po uzavretí reakčná zmes za neprítomnosti svetla sa premiešava 48 hodín. Po vylúčení svetlensitivej kryštalickej látky sa získa 1,55g (75%) 5-trimetylamóniumbromidu -2-furaldehydu o t.t. 130-145 °C (rozklad) (metanol, eter)

Príklad 2

16g /0,01 mól/ 5-brómfuraldehydu sa rozpúšťa v 100 ml metanolu a za intenzívneho premiešavania prileje 20g trimetylamínu v 50 ml metanolu a zahrieva sa na 30-50 °C v autoklávu 10 hodín. Po odfiltrovaní kryštalickej zlúčeniny sa získalo 16,6g 70% 5-trimetylamóniumbromidu 2-furaldehydu.

Príklad 3

13g /0,01 mól/ 5-chlórfuraldehydu sa rozpúšťa v 100 ml dimetoxetánu a za intenzívneho miešania prileje 20g trimetylamínu v 10 ml benzénu a zahrieva sa na 40 °C v autoklávu 1 hodinu. Po odfiltrovaní kryštalickej látky sa získalo 15g (80%) 5-trimetylamóniumchloridu-2-furaldehydu.

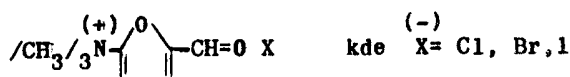
Príklad 4

1,55g /0,01 mól/ 5-dimetylamino-2-furalu sa rozpustí v 30 ml tetrahydrofuránu a pridá sa za intenzívneho premiešavania 15g metyljodidu. Po uzavretí nádoba sa vyteperuje na 40 °C a pri tejto teplote sa udržiava 48 hodín. Získa sa 1,4g (50%) 5-trimetylamóniumjodidu 2-furaldehydu.

Príklad 5

15,5g /0,01 mól/ 5-dimetylamino-2-furalu a 50g metyljodidu a 10 ml dimetoxetánu sa refluxuje pri teplote varu 5 hodín. Vylúčená kryštaliclá látka sa odfiltruje a premyla s éterom. Získalo sa 21g 5-trimetylamóniumjodidu-2-furaldehydu o t.t. 144-157 °C (75%).

5-trimetylamóniumhalogenidy-2-furalu sú zlúčeniny vzorca



Sumárne vzorce zlúčenin $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{NO}_2\text{Br}$; $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$ i $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{INO}_2$

Molekulové hmotnosti : 234,1 189,5 281,1

Teploty topenia : 130-145 °C 130-140 °C 144-157 °C

Štruktúra 5-trimetylamóniumhalogenidov-2-furalu, podľa vynálezu bola dokázaná ^1H NMR spektroskopiou a IČ spektroskopiou.

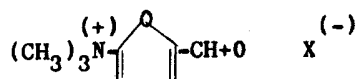
^1H NMR spektrum sa meralo na spektrometri Tsla BS v deuterio dimetylsulfoxide za použitia interného štandardu tatratisilánu. Spektrum vykazuje tieto charakteristické pásy

		^1H NMR		IČ C=O (cm^{-1})
Pre $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$	9,65 ppm	7,68 ppm	7,28 ppm	1688-1690
$\text{C}_8\text{H}_{12}\text{BrNO}_2$	9,69 ppm	7,68 ppm	7,28 ppm	1687-1690
$\text{C}_8\text{H}_{12}\text{INO}_2$	9,67 ppm	7,69 ppm	7,29 ppm	1687-1690

IČ spektrá sa merali na spektrofotometri UR-20 fy Zeise Jena KBr technikou.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1 5-Trimetylamóniové soli 2-furánkarbaldehydu vzorca



kde X= Cl, Br, I

2 Spôsob prípravy 5-trimetylamóniových solí 2-furánkarbaldehydu podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že 5-halogén-2-furánkarbaldehydy vzorca



reagujú s trimetylaminom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické uhľovodíky napr. benzén, toluén, chlórbenzén, nitrobenzén v éteroch ako dietyléter, tetrahydrofuran, dioxán, dimetoxetán v alkoholoch ako metanol, etanol, propanol, izopropanol, ďalej v octane etylovom, acetonitrile, sírouhľiku alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 5 až 50 °C a tlaku 133 až 1 330 kPa.

3 Spôsob prípravy 5-trimetylamóniových solí-2-furánkarbaldehyd u podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že 5-dimetylaminofural vzorca



reaguje s metylchloridom, resp. metylbromidom alebo metyljodidom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické uhľovodíky napr. benzén, toluén, chlórbenzén, nitrobenzén v éteroch ako dietyléter, tetrahydrofuran, dioxán, dimetoxetán v alkoholoch ako metanol, etanol, propanol, izopropanol ďalej v octane etylovom, acetonitrile, sírouhľiku, dimetylformamide, dimetylsulfoxide alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 5 až 200 °C a tlaku 133 až 1330 kPa.