



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

218191
(11) (B1)

(22) Prihlášené 23 07 81
(21) (PV 5617-81)

(40) Zverejnené 28 05 82

(45) Vydané 15 09 84

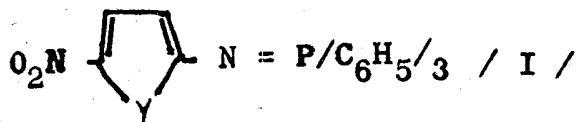
(51) Int. Cl.³
C 07 D 307/73
C 07 D 333/36
C 07 F 9/28

(75) Autor vynálezu VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) N-iminotrifenyfosforany 5-nitro-2-furánu a 5-nitro-2-tiofénu a spôsob ich prípravy

Vynález rieši spôsob prípravy N-iminotrifenyfosforanov 5-nitro-2-furánu a 5-nitro-2-tiofénu, ktoré sa pripravujú z 5-nitro-2-furylazidu a 5-nitro-2-trinylazidu ich reakciou s trifenyfosfínom vzorca $P(C_6H_5)_3$ v prostredí organických rozpúšťadiel zo skupiny aromatických uhľovodíkov, éterov, esterov kyselín a ďalej v tioféne, acetonitrile, dichlórmétáne alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 10 až 100 °C.

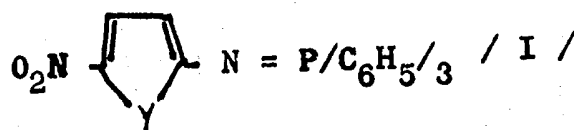
Pripravené látky majú všeobecný vzorec I



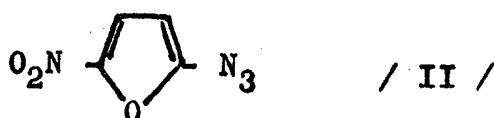
kde Y je síra alebo kyslík.

Vynález sa týka N-iminotrifenylfosforanov 5-nitro-2-furánu a 5-nitro-2-tiofenu a spôsobu ich prípravy.

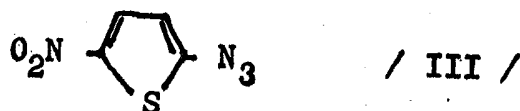
Zlúčeniny podľa vynálezu neboli doteraz pripravené. Predmetom vynálezu sú N-iminotrifenylfosforany 5-nitro-2-furánu a 5-nitro-2-tiofenu všeobecného vzorca I



kde Y je kyslík alebo síra. Zlúčeniny sa podľa vynálezu vyrábajú spôsobom, ktorého podstatou je reakcia 5-nitro-2-furylazidu vzorca II



alebo 5-nitro-2-tienylazidu vzorca III

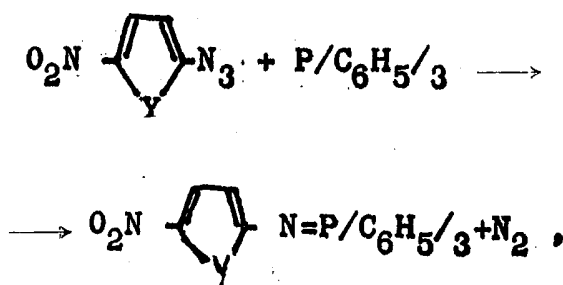


s trifenylfosfénom vzorca IV



v prostredí organických rozpúšťadiel zo skupiny aromatických uhľovodíkov ako sú benzen, toluén, xylény, éterov ako sú dietyléter, dimetoxetán, tetrahydrofurán, dioxán, furán, esterov kyselín ako sú octan etylový, octan metylový, ďalej v tiofene, acetonitrile, dichlórmetáne alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 10 až 100 °C.

Reakcia prebieha podľa rovnice:



kde Y je O alebo S.

Výhodou spôsobu prípravy N-iminotrifenylfosforanov 5-nitro-2-furánu a 5-nitro-2-tiofenu podľa vynálezu spočíva v tom, že syntézy sú jednostupňové z pomerne dostup-

ných surovín a získajú sa produkty vo vysokých výťažkoch a čistote. Syntetizované zlúčeniny predstavujú novú skupinu aminofuránových a aminotiofénových derivátov so širokou možnosťou syntetického využitia ako biologicky aktívnych preparátov, syntetických intermediátov, syntetických farieb atď.

Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú, nasledujúce príklady:

Príklad 1

15,4 g 5-nitro-2-azidofuránu sa rozpustilo v 200 ml éteru a 26,5 g trifenylfosfinu sa pridalo v 100 ml éteru po kvapkách za intenzívneho miešania. Po pridaní sa približne 30 minút reakčná zmes (intenzívne červená) postupne ohreje k varu za intenzívneho miešania. Vylúčená oranžovočervená kryštalická látka sa odfiltruje. Získa sa 35 g oranžovočervenej kryštalickej látky o t.t. 192—197 °C, 5-nitro-2-furyl-N-iminotrifenylfosforanu.

Príklad 2

8,5 g 5-nitro-2-azidotiofenu sa rozpustilo v 200 ml tetrahydrofuránu a za intenzívneho miešania sa pridalo 14 g trifenylfosfinu v 100 ml éteru pri teplote miestnosti. Po pridaní (15 minút) sa reakčná zmes 15 minút zahrieva k varu a po oddestilovaní 150 ml rozpúšťadla sa získalo 17,5 g 5-nitro-2-N-iminotrifenylfosforantiofenu ako oranžovej kryštalickej látky o t.t. 179—181 °C.

Pre $\text{C}_4\text{H}_2\text{N}_2\text{O}_3$ (molekulová hmotnosť 154,1) pripraveného podľa príkladu 1 bolo elementárnou analýzou stanovené:

	% C	% H	% N
vypočítané	27,42	1,38	38,37
stanovené	27,05	1,50	38,70

¹ H NMR spektrum (bolo namerané na prístroji Tesla BS — 467, TMS v CDCl_3):

$$\delta = 6,01 \text{ ppm } \delta = 7,34 \text{ ppm } J_{3,4} = 3,8 \text{ Hz}$$

$\text{H}_3 \qquad \qquad \text{H}_4$

Pre $\text{C}_4\text{H}_2\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$ (molekulová hmotnosť 170) pripraveného podľa príkladu 2, bolo elementárnou analýzou stanovené:

	% C	% H	% N	% S
vypočítané	24,71	1,24	34,58	19,75
stanovené	24,02	1,50	34,05	19,55

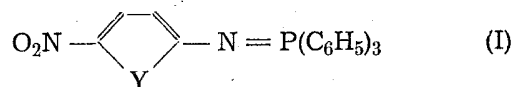
¹ H NMR spektrum (bolo namerané na prístroji Tesla BS — 467 v benzéne — d₆, TMS):

$$\delta = 5,60 \text{ ppm } \delta = 7,10 \text{ ppm } J_{3,4} = 4,5 \text{ Hz}$$

$\text{H}_3 \qquad \qquad \text{H}_4$

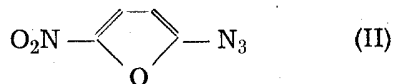
PREDMET VYNÁLEZU

1. N-Iminotrifenyfosforany 5-nitro-2-furánu a 5-nitro-2-tiofenu všeobecného vzorca I

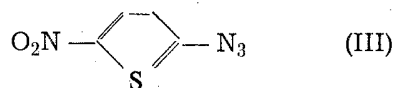


kde Y je kyslík alebo síra.

2. Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1 vyznačujúca sa tým, že sa 5-nitro-2-furylazid vzorca II



alebo 5-nitro-2-tienylazid vzorca III



reaguje s trifenyfosfínom vzorca IV



v prostredí organických rozpúšťadiel zo skupiny aromatických uhľovodíkov ako sú benzén, toluén, xylény, éterov ako sú dietyléter, dimetoxyetán, tetrahydrofurán, dioxán, furán, esterov kyselín ako sú octan etylový, octan metylový, ďalej v tiofene, acetonitrile, dichlórmétane alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt 10 až 100 °C.