



ONÁD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

223437
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³
C 07 D 487/08

(22) Prihlášené 02 02 82
(21) (PV 687-82)

(40) Zverejnené 30 11 82

(45) Vydané 15 03 86

[75]

Autor vynálezu

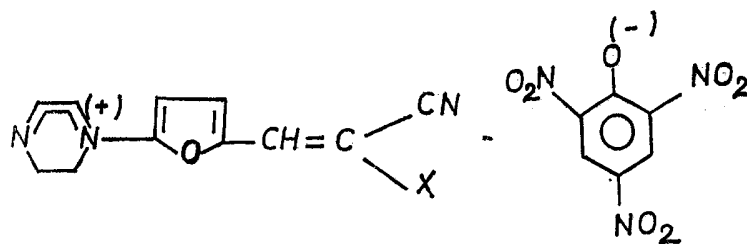
VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., KRÍŽ
MIROSLAV ing., BRATISLAVA, FULIEROVÁ ANNA ing., ŠULEKOVO

**[54] 3-[5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové pikráty]]-2-substituovaných
furylakrylonitrilov a spôsob ich prípravy**

1

2

Vynález sa týka 3-[5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánových pikrátov]]-2-substituovaných
furylakrylnitrilov všeobecného vzorca I



(I)

kde X znamená

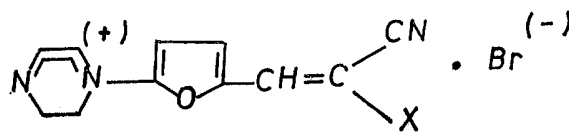
CN, CONH₂, COOCH₃ a COOCH₂CH₃ a spôsobu ich prípravy.

3-[5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové bromidy]]-2-substituovaných furylakrylnitrilov sú uvedené v čs. autorskom osvedčení čí. 221 188.

Zlúčeniny a spôsob ich prípravy podľa vynálezu nie sú v literatúre doposiaľ popísané.

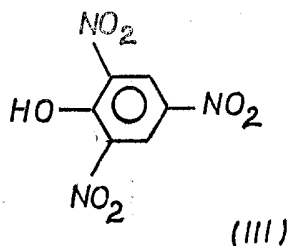
Podstata spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom, že 3-[5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové bromidy]]-2-substi-

tuovaných furylakrylnitrilov všeobecného vzorca II



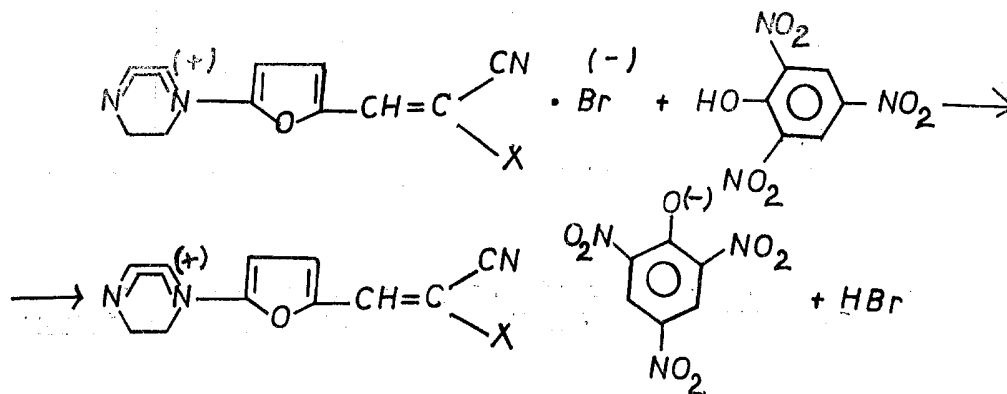
(II)

kde X znamená to isté ako vo vzorci I, reagujú s kyselinou pikrovou vzorca III



v prostredí vody alebo alkoholov C₁ až C₅ alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt -10 až 100 °C.

Reakcia prebieha podľa rovnice:



kde X je CN, CONH₂, COOCH₃, COOCH₂CH₃.

Výhody spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočívajú v tom, že syntézy sú jednoduché a produkty sa získajú vo vysokých výťažkoch a čistote. Zlúčeniny predstavujú novú skupinu aminofuránových derivátov, kde 1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánová skupina prináša cenné doposiaľ málo preskúmané vlastnosti z hľadiska iónovej štruktúry ako aj možnosti vytvárania bis-solov. Vysoká stabilita týchto zlúčenín a zo štruktúry vyplývajúce možnosti antibakteriálnej a antifungálnej vlastnosti týchto zlúčenín naznačujú perspektívnu možnosť využitia ako detergentné látky, syntetické medzi-produkty a farbivá.

Predmet vynálezu je ilustrovaný na nasledujúcich príkladoch prevedenia.

Príklad 1

1,2 g 1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánovej soli vzorca II, kde X znamená CN, rozpustí sa v 600 ml vody a po pridaní 1,15 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 50 ml etanolu sa intenzívne mieša 30 minút. Reakčná zmes sa nechá 1 deň stáť pri 40 °C. Vzniknutá žltá zrazenina sa odsaje a vysuší. Získalo sa 1 g (41 %) žltej kryštalickej látky.

¹H NMR spektrum (merané na prístroji Tesla BS-467, TMS v hexadeuteriometylsulfide):

$$\delta_{H_3} = 7,63 \text{ ppm},$$

$$\delta_{H_4} = 7,35 \text{ ppm},$$

$$\delta_{H_A} = 8,43 \text{ ppm},$$

$$\delta_{H_{arom}} = 8,61 \text{ ppm},$$

$$J_{3,4} = 4,00 \text{ Hz}.$$

IČ spektrum (merané na prístroji UR-20) KBr technikou:

$$\gamma_{C=N} = 2215 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C=C} = 1635 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C-O-C} = 1035 \text{ cm}^{-1}.$$

Príklad 2

1,3 g 1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánovej soli vzorca II, kde X znamená CONH₂, sa rozpustí v 300 ml metanolu a po pridaní 1,5 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 100 ml metanolu sa intenzívne mieša 30 minút pri 60 °C. Reakčná zmes sa nechá 1 deň stáť. Vzniknutá oranžovohnedá zrazenina sa odsaje a vysuší v exsíkátore nad P₂O₅. Získalo sa 1 g (40 %) oranžovohnedej kryštalickej látky so širokým bodom topenia 150 až 200° Celsia.

IČ spektrum (merané na prístroji UR-20) KBr technikou:

$$\gamma_{C=N} = 2190 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C=O} = 1665 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C=C} = 1620 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C-O-C} = 1035 \text{ cm}^{-1}.$$

UV spektrum (merané na prístroji Specord UV-Vis v metanoli):

$$\lambda_{\max} = 450 \text{ nm}.$$

Príklad 3

1,4 g 1-4-diaza(2,2,2)bicyklooktánovej soli vzorca II, kde X je $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, sa rozpustí v 500 ml i-propanolu a po pridaní 1,5 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 100 ml vody sa intenzívne mieša 30 minút. Reakčná zmes sa nechá 1 deň stáť, vzniknutá oranžová zrazenina vzorca I, kde X znamená $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, sa odsaje a vysuší v exsikátore

nad P_2O_5 . Získalo sa 1 g oranžovej kryštalickej látky.

IČ spektrum (merané na prístroji UR-20) KBr technikou:

$$\gamma_{C=N} = 2210 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C=O} = 1710 \text{ cm}^{-1},$$

$$\gamma_{C=C} = 1565 \text{ cm}^{-1},$$

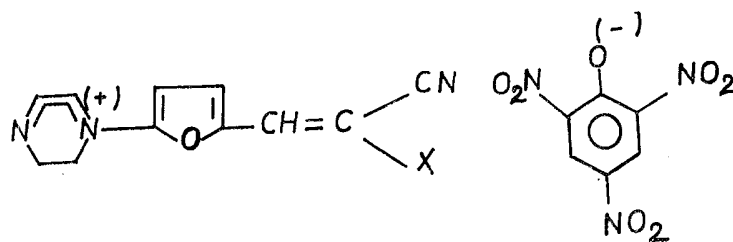
$$\gamma_{C-O-C} = 1040 \text{ cm}^{-1}.$$

UV spektrum (merané na prístroji Specord UV-Vis v metanoli):

$$\lambda_{\max} = 460 \text{ nm}.$$

PREDMET VYNÁLEZU

1. 3-[5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové pikráty]]-2-substituovaných furylakrylnitrilov všeobecného vzorca I

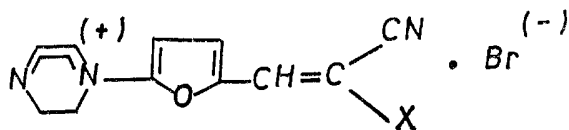


(I)

kde X znamená

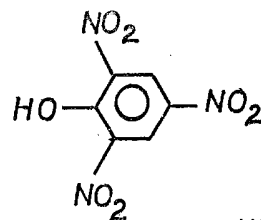
CN , CONH_2 , COOCH_3 a $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$.

2. Spôsob prípravy zlúčenín podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že 3-[5-[1,4-diaza(2,2,2)bicyklooktánové bromidy]]-2-substituovaných furylakrylonitrilov všeobecného vzorca II



(II)

kde X znamená to isté ako vo vzorci I, reagujú s kyselinou pikrovou vzorca III



(III)

v prostredí vody alebo alkoholov C_1 až C_5 alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt -10 až 100°C .