



ŘÁD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

223438
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 307/34

(22) Prihlášené 02 02 82
(21) (PV 690-82)

(40) Zverejnené 30 11 82

(45) Vydané 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

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

(54) Spôsob prípravy 5-trimetylamóniových bromidov 2-furyleténových derivátov

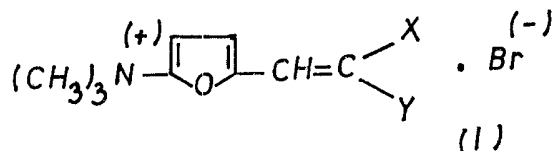
1

2

Vynález sa týka spôsobu prípravy 5-trimetylamóniových bromidov 2-furyleténových derivátov.

Podstata spočíva v tom, že 5-N,N-dimetylamino-2-furyleténové deriváty reagujú s metylbromidom v prostredí organických rozpúšťadiel v rozmedzí teplôt 10 až 150 °C a tlaku 100 až 1000 kPa.

Látky podľa vynálezu sú charakterizované všeobecným vzorcom:

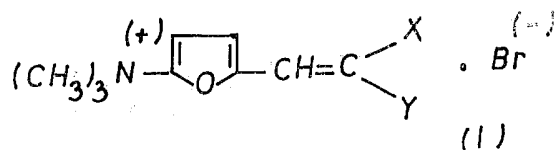


kde

X je COOCH₃, COCH₃, COOCH₂CH₃,

Y je COOCH₃, COCH₃, COOCH₂CH₃.

Vynález sa týka spôsobu prípravy 5-trimetylamóniových bromidov 2-furyleténových derivátov všeobecného vzorca I

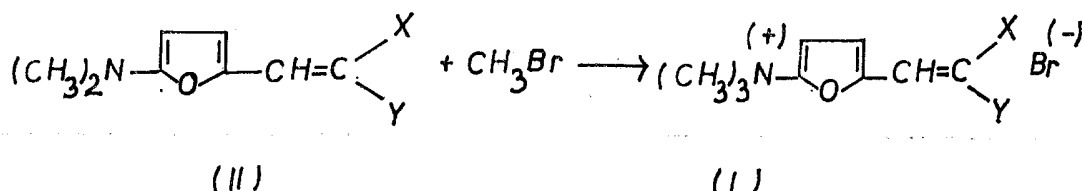


kde

X znamená $COOCH_3$, $COCH_3$, $COOCH_2CH_3$,
Y znamená $COOCH_3$, $COCH_3$, $COOCH_2CH_3$.

Doterajší spôsob prípravy týchto látok ako je uvedený v čs. autorskom osvedčení č. 221 187, spočíva v tom, že 5-bróm-2-furyleténové deriváty reagujú s trimetylamínom v prostredí organických rozpúšťadiel.

Podstata nového, doteraz nepopsaného alternatívneho spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom, že 5-N,N-dimetyl-amino-2-furyleténové deriváty vzorca II



kde X a Y je hore uvedené.

Výhoda spôsobu prípravy podľa vynálezu spočíva v tom, že výsledné produkty sa získavajú vo vysokých výťažkoch a čistote.

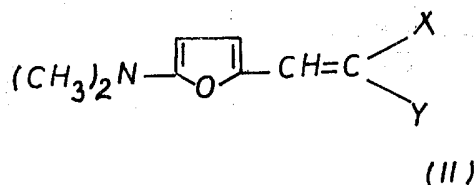
Získané produkty predstavujú novú skupinu aminofuránových derivátov s predpokladanou možnosťou ďalšieho syntetického využitia pre prípravu biologicky aktívnych preparátov, syntetických intermediátov, syntetických farieb a povrchovo aktívnych látok.

Príklad 1

3 g 5-(N,N-dimetyl-amino)furfurylidéndietylésteru sa rozpustí v 30 ml dioxánu a 10 g metylbromidu pri $+80$ až $100^\circ C$ a zahrieva sa pri 80 až $100^\circ C$ 45 hodín. Potom sa oddestiluje rozpúšťadlo a prebytočný metylbromid a zvyšok sa suspenduje do éteru. Nerozpustná zrazenina sa odfiltruje. Získá sa 3 g trimetylamóniovej soli všeobecného vzorca I, kde X je $COOCH_3$ a Y je $COOCH_3$.

Príklad 2

4,6 g 5-(N,N-dimetyl-amino)-2-furylidén-



kde X a Y znamená to isté ako vo vzorci I, reagujú s metylbromidom v prostredí organických rozpúšťadiel zo skupiny aromatických kvapalných uhľovodíkov ako benzén, toluén, xylén, nitrobenzén, éterov ako dietyléter, 1,2-dimetoxyetán, dioxán, tetrahydrofuran, ďalej v prostredí dimethylformamidu, dimetylsulfoxidu, kyslíčnika siričitého, acetonitrilu, acetónu, hexánu, heptánu, octanu etylového v rozmedzí teplôt 10 až $150^\circ C$ a tlaku 100 až 1000 kPa.

Reakcia prebieha podľa nasledovnej rovnice:

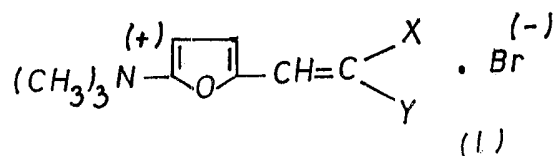
acetolacetónu a 20 ml metylbromidu sa zahrieva pri $100^\circ C$ a 1000 kPa 100 hodín pri intenzívnom miešaní v zatavenej ampule. Po otvorení a oddestilovaní metylbromidu zvyšok sa suspenduje do 100 ml éteru. Nerozpustná zrazenina sa odfiltruje a premyje so suchým éterom. Zvyšok sa suší v exsikatore nad P_2O_5 . Získá sa 4 g trimetylamóniovej soli všeobecného vzorca I, kde X je $COCH_3$ a Y je $COCH_3$.

Príklad 3

3 g 5-(N,N-dimetyl-amino)furfurylidéndietylésteru sa rozpustí v 35 ml xylénu, pridá sa 10 g metylbromidu. Zmes sa zahrieva v zatavenej trubici pri 150 až $160^\circ C$ 80 hodín. Potom sa oddestiluje metylbromid a zvyšok suspenduje do éteru. Nerozpustná zrazenina sa odfiltruje. Získá sa 3,1 g trimetylamóniovej soli všeobecného vzorca I, kde X je $COOCH_3$ a Y je $COOCH_3$.

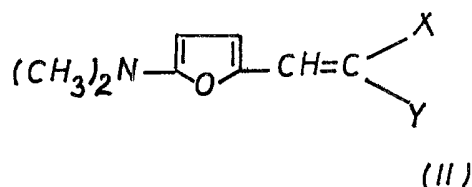
P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 5-trimetylamóniových bromidov 2-furyleténových derivátov všeobecného vzorca I



kde

X znamená $COOCH_3$, $COCH_3$, $COOCH_2CH_3$,
Y znamená $COOCH_3$, $COCH_3$, $COOCH_2CH_3$,
vyznačujúci sa tým, že 5-N,N-dimetylamino-2-furyleténové deriváty všeobecného vzorca II



kde X a Y znamená to isté ako vo vzorci I, reagujú s metylbromidom v prostredí organických rozpúšťadiel zo skupiny aromatických kvapalných uhľovodíkov ako benzén, toluén, xylén, nitrobenzén, éterov ako dietyléter, 1,2-dimetoxyetán, dioxán, tetrahydrofurán, ďalej v prostredí dimetylformamidu, dimetylsulfoxidu, kyslíčnika siričitého, acetonnitrilu, acetónu, hexánu, heptánu, octanu etylového v rozmedzí teplôt 10 až 150 °C a tlaku 100 až 1000 kPa.