

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

265 000

(11) (B1)

[13]

(51) Int. Cl.⁴
C 07 F 9/54

(22) Prihlášené 19 05 88
(21) PV 3372-88.R

(40) Zverejnené 15 12 88
(45) Vydané 15 12 89

(75)
Autor vynálezu

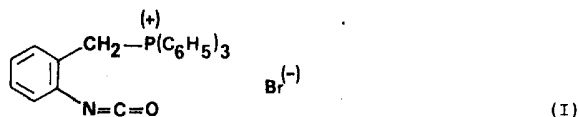
GONDA JOZEF RNDr. CSc., KRISTIAN PAVOL prof. ing. DrSc., KOŠICE

(54) 2-Izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromid a spôsob jeho prípravy

(57) Riešenie sa týka novej látky 2-
-izokyanatobenzyltrifenylfosfónium bromidu.
Pripravuje sa pôsobením trifenylyfosfínu
na 2-brómmetylfenylizokyanát v prostredí
aprotického rozpúšťadla pri teplote 10 až
110 °C. Novú zlúčeninu možno použiť pri
syntéze päť a šesťčlenných dusíkatých
heterocyklov.

CS 265 000 B1

Vynález sa týka 2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromidu vzorca I



a spôsobu jeho prípravy.

Funkcionalizované izokyanáty predstavujú veľmi reaktívne intermediáty vhodné pre syntézu acyklických aj heterocyklických zlúčenín s biologickou účinnosťou; ďalšie reakčné centrum ako napr. halogén, násobná väzba, ktoré sú vhodne umiestnené v molekule izokyanátu, umožňujú vytvoriť z týchto látok syntetické ekvivalenty bioorganických heterocyklov a ich analógov.

Štúdiom literatúry sa ukázalo, že 2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromid je novou, v literatúre doteraz neopísanou zlúčeninou.

Podstata spôsobu prípravy 2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromidu podľa vynálezu spočíva v tom, že sa na 2-brómmetylfenylizokyanát vzorca II



pôsobí trifenylfosfínom v prostredí aprotického organického rozpúšťadla, výhodne hexánu, dietyléteru alebo toluénu, v rozmedzí teplôt 10 až 110 °C.

2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromid predstavuje nový typ funkcionalizovaného izokyanátu vhodného pre syntézu päť a šesťčlenných dusíkatých heterocyklov (napr. derivátov alkylidénnoxindolu). Výhodou spôsobu jeho prípravy je skutočnosť, že pri reakcii nedochádza k porušeniu N=C=O skupiny.

Predmet vynálezu ilustrujú ale neobmedzujú nasledovné príklady:

P r í k l a d 1

Zmes 21,2 g (0,1 mol) 2-brómmetylfenylizokyanátu a 26,2 g (0,1 mol) trifenylfosfínu sa zahrieva v 500 ml bezvodého éteru do varu pod spätným chladičom. Po 1 hodine sa spätný chladič vymení za zostupný a éter sa pomaly oddestiluje. Zvyšok v banke bol rozotretý na prášok, premytý éterom a kryštalizovaný zo suchého acetonitrilu. Výťažok 91 %, t. t. 231 až 232 °C.

P r í k l a d 2

Zmes 21,2 g (0,1 mol) 2-brómmetylfenylizokyanátu a 26,2 g (0,1 mol) trifenylfosfínu v 250 ml bezvodého toluénu sa zahrieva do varu 1 hodinu pod spätným chladičom. Toluén sa odparí za zníženého tlaku a zvyšok sa kryštalizuje z acetonitrilu alebo acetónu. Výťažok 87 %, t. t. 231 až 232 °C.

Získaný 2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromid je kryštalická látka, t. t. 231 až 232 °C (acetonitril).

Sumárny vzorec: $C_{26}H_{20}BrNOP$

Molekulová hmotnosť: 474,2

Elementárna analýza:	% C	% H	% N
Množstvo vypočítané:	65,82	4,43	2,95
Množstvo nájdené:	65,01	4,39	2,89

Štruktúra zlúčeniny podľa vynálezu bola dokázaná s ektrálnymi metódami IČ a ^1H NMR.

IČ spektrum: ν , cm^{-1} (CHCl_3) 2 265 ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$)

^1H NMR spektrum: δ , ppm (CDCl_3), 5,4 d 2H (CH_2 , J (PH = 14 Hz), 6,78 až 7,91 m 19H (H-arom.).

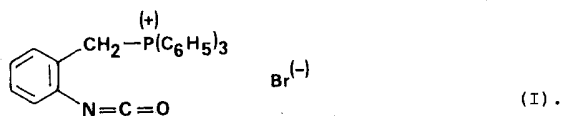
Spektrálne merania

Infračervené spektrá sa namerali na spektrofotometri Specord IR 75 (Carl Ziess Jena).

^1H NMR spektra boli namerané na 80 MHz spektrofotometri Tesla BS 487.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromid vzorca I



2. Spôsob prípravy 2-izokyanátobenzyltrifenylfosfónium bromidu podľa bodu 1 vzorca I vyznačený tým, že sa na 2-brómmetylfenylizokyanát vzorca II



pôsobí trifenylfosfínom v prostredí aprotického organického rozpúšťadla, výhodne hexánu, dietyléteru alebo toluénu, v rozmedzí teplôt 10 až 110 °C.