



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 198 710

(11) (B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

(61)

(23) Výstavná priorita.

(22) Prihlášené 31 03 78

(21) PV 2054 - 78

(51) Int. Cl. ³
C 07 D 307/38
C 07 H 9/24
A 61 K 31/345

(40) Zverejnené 17 09 79

(45) Vydané 30 11 82

(75)

Autor vynálezu VÉGH DANIEL CSc. ing. a KOVÁČ JAROSLAV DrS. prof. ing., BRATISLAVA

(54) 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforan a spôsob jeho prípravy

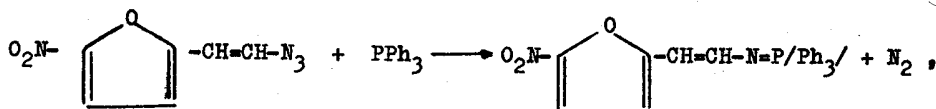
1

Vynález sa týka 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforanu a spôsobu jeho prípravy.

5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforán podľa literatúry nebol doteraz pripravený.

Podstata spôsobu prípravy 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforánu podľa vynálezu spočíva v tom, že sa na 5-nitro-2-furylvinylénazid pôsobí trifenyfosfínom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické kvapalné uhľovodíky benzén, toluén, étery ako dietyléte, tetrahydrofurán, dioxán, dichlórmétán, chloroform, octan etylový alebo ich zmesi v rozmedzí teplôt -5 až +70°C.

Reakcia prebieha podľa schémy:



kde Ph je fenyl.

Výhody spôsobu prípravy 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforánu podľa vynálezu spočívajú okrem iného v tom, že syntéza je jednostupňová z pomerne dostupných surovín, získaný produkt vo výťažku 70-90% je vysoko čistý a izolácia je veľmi jednoduchá.

Predmet vynálezu ilustrujú ale neobmedzujú nasledujúce príklady.

Pr í k l a d 1

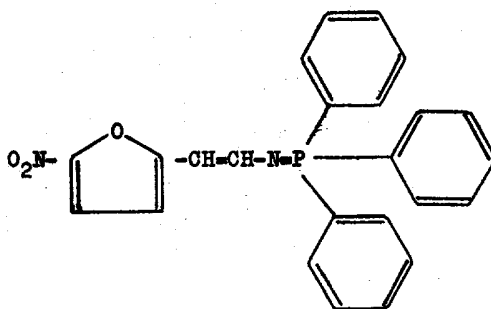
K zmesi 1,8 g /0,01 mól/ 5-nitro-2-furylvinylénazidu v 30 ml éteru sa pridáva 2,62 g trifenylfosfínu v 30 ml éteru za intenzívneho miešania reakčnej zmesi. Priebeh reakcie je indikovaný intenzívnou červenou farbou roztoku vznikajúceho 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylyfosforanu a silným unikaním dusíka z reakčnej zmesi. Po odparení rozpúšťadla na polovičný objem sa získá 3,3 g /80%/ kovovolesklej purpurovočervenej kryštalickej zlúčeniny o b.t. 137-140°C. Po kryštalizácii z éteru získava sa 3,1 g /75%/ analyticky čistého 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylyfosforanu o b.t. 144-146°C.

Pr í k l a d 2

K zmesi 3,6 g /0,02 mól/ 5-nitro-2-furylvinylénazidu v 15 ml éteru a 15 ml tetrahydrofuránu sa pridáva 5,24 g trifenylfosfínu v 100 ml tetrahydrofuránu za intenzívneho miešania reakčnej zmesi. Po 30 minút intenzívneho miešania pri teplote miestnosti reakčná zmes sa 10 minút refluxuje pri bode varu rozpúšťadla. Po odparení rozpúšťadla za vákua sa získá 7,6 g /90 %/ 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylyfosforanu ako purpurovočervenej kovovolesklej kryštalickej zlúčeniny o b.t. 144-146°C.

Pr í k l a d 3

K zmesi 3,6 g /0,02 mól/ 5-nitro-2-furylvinylénazidu v 100 ml benzénu a 10 ml éteru sa pridáva 5,24 g trifenylfosfínu v 50 ml éteru za intenzívneho miešania pri teplote miestnosti. Po 30 minút intenzívneho miešania pri teplote miestnosti reakčná zmes sa 30 minút refluxuje pri bode varu rozpúšťadla. Po oddestilovaní rozpúšťadla za vákua sa získá 8 g /94%/ 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylyfosforanu o b.t. 144-146°C. 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylyfosforan podľa vynálezu je zlúčenina vzorca



Sumárny vzorec zlúčeniny je $C_{24}H_{19}N_2O_3P$. Molekulová hmotnosť je 415,5 a bod topenia 144-146°C.

Elementárna analýza

	%C	%H	%N
Vypočítané	69,56	4,42	6,75
Nájdene	69,32	4,28	6,57

Štruktúra 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylfosforanu podľa vynálezu bola dokázaná spektrálnymi metódami a to IČ, UV, a ^1H NMR spektroskopiou.

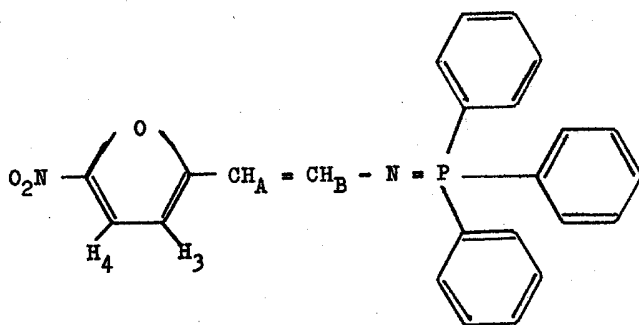
UV spektrá sa merali na spektrofotometri /UV VIS fy Zeiss Jena/. Ako rozpúšťadlo bol použitý metanol. Zlúčenina vykazuje absorpčný pás pri: λ_{max} 497 nm /log ϵ = 4,39/

IČ spektrá boli merané na spektrofotometri /UR-20 fy Zeiss Jena/ v trichlormetane. IČ spektrum vykazuje tieto charakteristické pásy:

$$\nu_{\text{NO}_2} \quad 1320 \text{ cm}^{-1}, \quad 1370 \text{ cm}^{-1}, \quad 1555 \text{ cm}^{-1}, \quad \nu_{\text{C}=\text{C}} \quad 1615 \text{ cm}^{-1}$$

^1H NMR spektrum bolo merané na spektrofotometri /BS-487C fy Tesla Brno/.

^1H NMR spektrum bolo získané meraním látky v deuterochloroforme za použitia tetrametylsilánu ako interného štandardu.



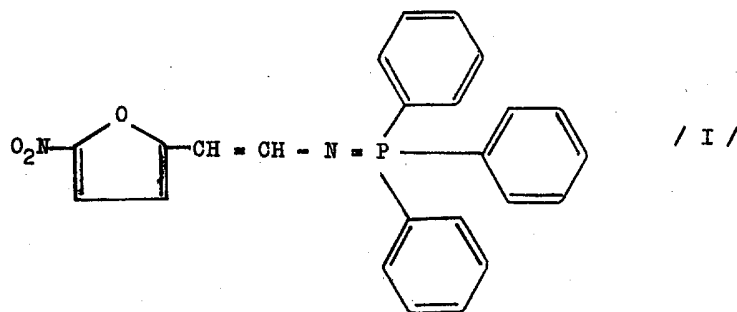
Z izomer		E izomer	
H_3 dublet	5,50 ppm	dublet	5,95 ppm
	$J_{3,4} = 4,05 \text{ Hz}$		$J_{3,4} = 4,05 \text{ Hz}$
H_4 dublet	7,29 ppm	dublet	7,25 ppm
H_A dublet	7,14 ppm	dublet	7,97 ppm
	$J_{A,B} = 7,2 \text{ Hz}$		$J_{A,B} = 12,5 \text{ Hz}$
H_B dublet	6,83 ppm	dublet	5,92 ppm

Pre aromatické protóny 7,56 ppm /pre 15 protónov/.

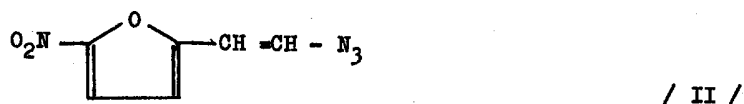
5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenylfosforán podľa vynálezu vykazuje vysokú biologickú aktivitu voči G^- baktériám ako Escherichia coli 50 $\mu\text{g/ml}$. Látka podľa vynálezu predstavuje novú skupinu 5-nitro-2-furánových zlúčenín so širokou možnosťou syntetického využitia ako kľúčového medziproduktu pre syntézu nových 5-nitro-2-furánových zlúčenín.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforan vzorca I



2. Spôsob prípravy 5-nitro-2-furylvinylén-N-iminotrifenyfosforanu podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa na 5-nitro-2-furylvinylénazid vzorca II



pôsobí trifenyfosfínom v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické kva-
palné uhľovodíky benzén, toluén, étery ako dietyléter, tetrahydrofurán, dioxán,
dichlórmétán, chloroform, octan etylový alebo ich zmesí v rozmedzí teplot -5 až
+70°C.