



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

226918
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
(C 07 D 307/34)

(22) Prihlášené 02 02 82

(21) [PV 695-82]

(40) Zverejnené 26 08 83

(45) Vydané 15 05 86

(75)

Autor vynálezu

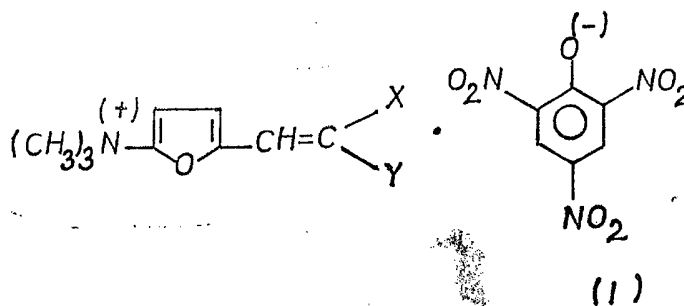
VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc.,
BRATISLAVA, FULIEROVÁ ANNA ing., ŠTÚROVO, KRÍŽ MIROSLAV ing.,
BRATISLAVA

[54] Pikráty 2-furyleténových derivátov a spôsob ich prípravy

1

2

Vynález sa týka pikrátov 2-furyleténových derivátov všeobecného vzorca I

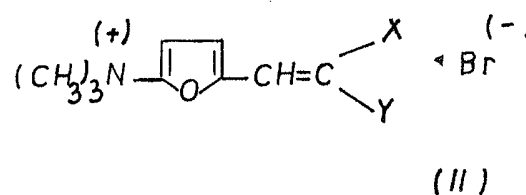


kde

X znamená COOCH_3 , COCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$ a
Y znamená COOCH_3 , COCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$
a spôsobu ich prípravy.

Látky podľa vynálezu a spôsob ich prípravy nie sú doteraz v literatúre popísané. Iba 5-trimetylamóniové bromidy 2-furyleténových derivátov sú popísané v AO 221 187 tých istých autorov.

Podstata spôsobu prípravy látok podľa vynálezu spočíva v tom, že sa 5-trimetylamóniumbromidy 2-furyleténových derivátov všeobecného vzorca II

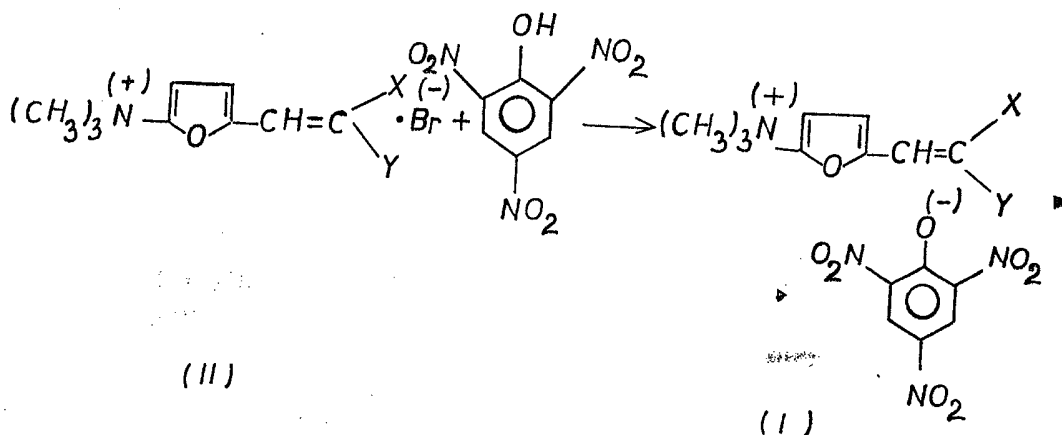


kde

X a Y znamená to isté ako v prípade vzorca I, reagujú s kyselinou pikrovou v pro-

stredí vody alebo alkoholov C₁ až C₅, alebo v ich zmesiach v rozmedzí teplôt -10 až 140 °C.

Reakcia prebieha podľa rovnice:



kde X a Y je hore uvedené.

Výhoda spôsobu prípravy trimetylamóniových solí podľa vynálezu spočíva v tom, že syntézy sú jednoduché, pričom sa vychádza z pomerne dostupných surovín.

Látky podľa vynálezu môžu slúžiť ako medziprodukty pre syntézu nových furanových derivátov.

Príklad 1

3 g amóniovej soli všeobecného vzorca II, kde X znamená COOCH₂CH₃ a Y znamená COCH₃ sa rozpustí v 50 ml vody a prefiltruje. Do takto pripraveného roztoku sa pridá 2,3 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 200 ml vody a 50 ml etanolu. Vylúčená žltá zrazenina sa odsaje a vysuší v exikátore nad P₂O₅. Získa sa 3 g (60 %) pikrátu ako žltej kryštalickej látky o t. t. 184 až 185 °C.

IČ spektrum merané na spektrofotometri US-20 KBr technikou:

$$\begin{aligned}\gamma_{\text{C=O}} &= 1700 \text{ cm}^{-1}, 1690 \text{ cm}^{-1}; \\ \gamma_{\text{C=C}} &= 1640 \text{ cm}^{-1}; \\ \gamma_{\text{C-O-C}} &= 1020 \text{ cm}^{-1}.\end{aligned}$$

UV spektrum (merané na prístroji UV-VIS v metanoli):

$$\lambda_{\text{max}} = 293 \text{ nm}.$$

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

$$\begin{aligned}\delta_{\text{H}} &= 7,17 \text{ ppm}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{S}} &= 7,06 \text{ ppm } J_{3,4} = 4 \text{ Hz}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{A}} &= 7,41 \text{ ppm}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{A}} &= 8,59 \text{ ppm}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{arom H}} &\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\delta_{\text{H}} &= 4,28 \text{ ppm}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{OCH}_2} &= 1,29 \text{ ppm}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{CH}_3} &= 2,53 \text{ ppm}; \\ \delta_{\text{H}}^{\text{COCH}_3} &= 3,63 \text{ ppm}. \\ \delta_{\text{H}}^{\text{N(CH}_3)_3} &\end{aligned}$$

Príklad 2

3 g amóniovej soli všeobecného vzorca II, kde X znamená COCH₃ a Y znamená COCH₃ sa rozpustí v 200 ml vody a do takto pripraveného roztoku sa pridá 2,5 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 200 ml vody a 50 ml metanolu. Vylúčená žltá kryštalickej látka sa odfiltruje a vysuší v exikátore nad P₂O₅. Získa sa 2 g pikrátu všeobecného vzorca I, kde X je COCH₃ a Y je CHCO₃ o t. t. 90 až 95 °C (rozklad).

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

$$\begin{aligned}\nu_{\text{C=O}} &= 1695, 1685 \text{ cm}^{-1}, \\ \nu_{\text{C=C}} &= 1640 \text{ cm}^{-1}, \\ \nu_{\text{C-O-C}} &= 1040 \text{ cm}^{-1}.\end{aligned}$$

UV spektrum (merané na prístroji UV-VIS v metanoli):

$$\lambda_{\text{max}} = 307 \text{ nm}.$$

Príklad 3

4,5 g amóniovej soli všeobecného vzorca II, kde X znamená COOCH₃ a Y znamená COCH₃, sa rozpustí v 100 ml vody. Do takto pripraveného roztoku sa pridá 4 g kyseliny pikrovej rozpustenej v 300 ml vody a 100 ml etanolu. Vylúčená žltá zrazenina sa odsaje a vysuší v exikátore nad P₂O₅. Získa sa 4,5 g (58 %) pikrátu ako žltej kryštalickej látky o t. t. 170 až 172 °C.

IČ spektrum merané na spektrofotometri UR-20 KBr technikou):

$$\begin{aligned}\nu_{\text{C=O}} &= 1700, 1690 \text{ cm}^{-1}, \\ \nu_{\text{C=C}} &= 1640 \text{ cm}^{-1} \\ \nu_{\text{C-O-C}} &= 1020 \text{ cm}^{-1}.\end{aligned}$$

UV spektrum (merané na prístroji UV-VIS v metanoli):

$$\lambda_{\text{max}} = 291 \text{ nm}.$$

Analýza pre $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_{11}$ (480,4)

vypočítané:

$$47,50 \% \text{ C } 4,19 \% \text{ H } 11,65 \% \text{ N}$$

nájdene:

$$47,02 \% \text{ C } 4,00 \% \text{ H } 11,25 \% \text{ N}$$

Príklad 4

Z 4,5 g amóniovej soli všeobecného vzor-

ca II, kde X znamená COOC_2H_5 a Y znamená COOC_2H_5 sa pripraví analogicky ako v predošlom príklade. Získa sa 3,5 g pikrátu ako žltej kryštalickej látky o t. t. 152 až 157 °C.

IČ spektrum merané na spektrofotometri UR-20 KBr technikou):

$$\begin{aligned}\nu_{\text{C=O}} &= 1705, 1690 \text{ cm}^{-1}, \\ \nu_{\text{C=C}} &= 1642 \text{ cm}^{-1}, \\ \nu_{\text{C-O-C}} &= 1020 \text{ cm}^{-1}.\end{aligned}$$

Analýza pre $\text{C}_{21}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_{12}$ (524,4):

vypočítané:

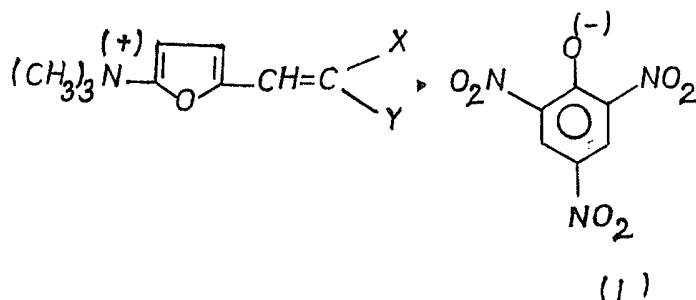
$$48,05 \% \text{ C }, 4,57 \% \text{ H }, 10,61 \% \text{ N },$$

nájdene:

$$47,88 \% \text{ C }, 4,44 \% \text{ H } 10,22 \% \text{ N}.$$

PREDMET VYNÁLEZU

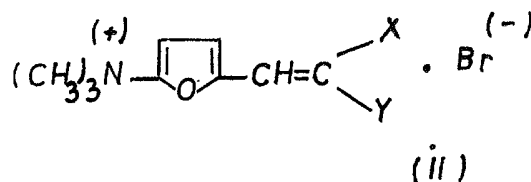
1. Pikráty 2-furyleténových derivátov vše-obecného vzorca I



kde

X znamená COOCH_3 , COCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$ a
Y znamená COOCH_3 , COCH_3 , $\text{COOCH}_2\text{CH}_3$.

2. Spôsob prípravy látok podľa bodu 1 vy-
značujúci sa tým, že sa 5-trimetylamónium-
bromidy 2-furyleténových derivátov všeobec-
ného vzorca II



kde

X a Y znamenajú to isté ako vo vzorci I,

reagujú s kyselinou pikrovou v prostredí
vody alebo alkoholov C_1 až C_5 alebo v ich
zmesiach v rozmedzí teplôt -10 až 140°C .