



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

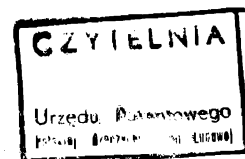
Zgłoszono: 24.04.80 (P. 223761)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 02.10.81

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1984

Int. Cl.³ C07F 9/38
C07D 221/16
C07D 237/26



Twórcy wynalazku: Jan Sylwester Wieczorek, Bogdan Boduszek, Roman Gancarz,
Grażyna Żukiewicz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania nowych estrów kwasów 9-hydroksy-azafluorenofosfonowych-9

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania nowych estrów kwasów 9-hydroksy-azafluorenofosfonowych-9, o ogólnym wzorze 1 przedstawionym na rysunku, na którym N oznacza atom azotu w pierwszej pozycji albo w czwartej pozycji albo w pozycjach czwartej i piątej pierścienia azafluorenowego, R₁ oznacza grupę hydroksylową, a R₂ oznacza prostą albo rozgałęzioną grupę alkilową o 1-4 atomach węgla. Estry te znajdują zastosowanie jako regulatory wzrostu roślin.

Sposób według wynalazku polega na tym, że azafluorenon, o ogólnym wzorze 2 przedstawionym na rysunku, na którym N oznacza atom azotu w pozycji pierwszej albo w pozycjach czwartej albo w pozycjach czwartej i piątej pierścienia azafluorenowego, poddaje się reakcji z fosforem dwualkilowym w obecności trójetyloaminy jako katalizatora. Korzystny stosunek molowy azafluorenonu do fosforu dwualkilowego wynosi od 1 : 0,75 do 1 : 2,5, a trójetyloaminy do azafluorenonu od 1 : 1 do 1 : 2.

Estry wytworzone sposobem według wynalazku wykazują aktywność biologiczną, co potwierdziły testy przeprowadzone na roślinie *Spirodella polyrrhiza*. Hamowanie wzrostu rośliny odbywa się z różną intensywnością, uzależnioną od stężenia stosowanego roztworu i rodzaju estru.

Przedmiot wynalazku jest objaśniony w przykładach wytwarzania estru dwuetylowego kwasu 9-hydroksy-4-azafluorenofosfonowego-9, estru dwuetylowego kwasu 9-hydroksy-4,5-dwuaazafluorenofosfonowego-9 i estru dwumetylowego kwasu 9-hydroksy-1-azafluorenofosfonowego-9.

Przykład I. 1,81 g 4-azafluorenonu, 1,40 g fosforu dwuetylowego, 1,01 g trójetyloaminy i 20 ml toluenu miesza się w temperaturze pokojowej, kontrolując przebieg reakcji za pomocą chromatografii cienkowarstwowej. Proces mieszania prowadzi się do całkowitego przereagowania substratów. Następnie odsąca się wykrystalizowany osad i suszy. Otrzymuje się 2,2 g estru dwuetylowego kwasu 9-hydroksy-4-azafluorenofosfonowego-9, o temperaturze topnienia 376K-377K. Wodny roztwór tego estru o stężeniu $2,9 \cdot 10^{-4}$ mol/litr hamuje wzrost *Spirodella polyrrhiza*, wyrażony liczbą członów rośliny, świeżą i suchą masą, w 50% względem kontroli.

Przykład II. Stosując 1,82 g 4,5-dwuaazafluorenonu, 2,2 g fosforu dwumetylowego, 1,50 g trójetyloaminy i 20 ml toluenu, postępuje się identycznie jak opisano w przykładzie pierwszym. W

wyniku tego otrzymuje się 2,48 g estru dwumetylowego kwasu 9-hydroksy-4,5-dwuafluorenofosfonowego-9, o temperaturze topnienia 420K–423K. Wodny roztwór tego estru o stężeniu $1,2 \cdot 10^{-4}$ mol/litr hamuje wzrost *Spirodella polyrhiza* w 50% względem kontroli.

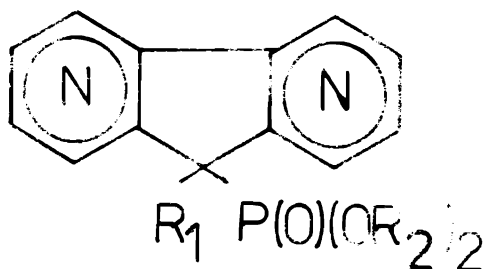
Przykład III. Stosując 1,81 g 1-azafluorenonu, 1,65 g fosforynu dwumetylowego, 2,02 g trójetiloaminy i 20 ml toluenu, postępuje się identycznie jak opisano w przykładzie pierwszym. Otrzymuje się 2,61 g estru dwumetylowego kwasu 9-hydroksy-1-azafluoreno-fosfonowego-9, o temperaturze topnienia 424K–426K. Wodny roztwór tego estru o stężeniu $5,8 \cdot 10^{-4}$ mola/litr hamuje wzrost *Spirodella polyrhiza* w 50% względem kontroli.

Zastrzeżenia patentowe

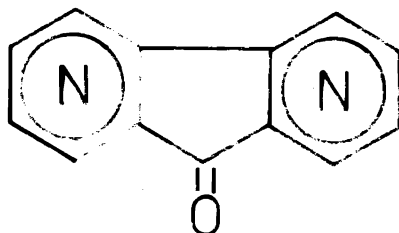
1. Sposób wytwarzania nowych estrów kwasów 9-hydroksy-azafluorenofosfonowych-9, o ogólnym wzorze 1, w którym N oznacza atom azotu w pierwszej pozycji albo w czwartej pozycji albo w pozycjach czwartej i piątej pierścienia azafluorenowego, R_1 oznacza grupę hydroksylową, R_2 oznacza prostą albo rozgałęzioną grupę alkilową 1–4 atomach węgla, **znamienny tym**, że azafluorenon o ogólnym wzorze 2, w którym N ma podane wyżej znaczenie, poddaje się reakcji z fosforynem dwualkilowym w obecności trójetiloaminy.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosunek molowy azafluorenonu do fosforynu dwualkilowego wynosi od 1:0,75 do 1:2,5.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosunek molowy trójetiloaminy do azafluorenonu wynosi od 1:1 do 1:2.



Wzór 1



Wzór 2