

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

SLUŻBOWY

66623

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 26.VIII.1969 (P 135 538)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.IV.1973

Kl. 12p,3

MKP C07d 85/28

UKD

Współtwórcy wynalazku: Zofia Łukasiewicz, Tadeusz Urbański

Właściciel patentu: Polska Akademia Nauk (Instytut Chemii Organicznej), Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania 3-arylookszolidonów-2

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 3-arylookszolidonów-2 o wzorze ogólnym przedstawiony na rysunku, w którym Ar oznacza pierścień aryłowy ewentualnie podstawiony grupą nitrową lub chlorowcem.

Pochodne oksazolidonu-2 wykazują czynność biologiczną i są stosowane jako środki o działaniu przeciwwskażeniowym, antyseptycznym, przeciwzapalnym, przeciwbólowym i uspokajającym. Pochodne oksazolidonu-2 są także stosowane jako stymulatory wzrostu roślin oraz jako substancje owadobójcze i grzybobójcze.

Istnieje bardzo dużo różnych sposobów otrzymywania pochodnych oksazolidonu-2, przy czym w każdej z tych metod stosuje się inne substancje wyjściowe.

Jednym ze znanych sposobów wytwarzania pochodnych oksazolidonu-2 podstawionych w pozycji 3 jest sposób polegający na reakcji β -chlorowcoalkoholi z mocznikiem lub na reakcji epoksydów z mocznikiem. W niemieckim opisie patentowym nr 1.157.627 przedstawiono inny jeszcze sposób, który polega na ogrzewaniu w temperaturze podwyższonej około 190°C mocznika z 3-(o-metoksyfenoksy)-1,2-propandiolem lub 3-(o-metoksyfenoksy)-propanem.

Sposoby dotychczasowe umożliwiają otrzymywanie pochodnych oksazolidonu-2 z niedużą wydajnością, a przede wszystkim wymagają stosowania produktów wyjściowych uzyskiwanych za pomocą

2

skomplikowanych procesów chemicznych, co stanowi główną niedogodność znanych rozwiązań.

Stwierdzono, że wspomnianych niedogodności unika się, jeśli kondensuje się N'-arylo-N"-amidynomoczniki z chlorowcohydryną etylenową. Proces według wynalazku przebiega zgodnie z podanym schematem, gdzie Ar ma wyżej podane znaczenie, a X oznacza chlorowiec, zwłaszcza chlor.

Substancję wyjściową, którą stanowi odpowiedni amidynomocznik otrzymuje się w znany sposób, który jest operacją prostą i polega na ogrzewaniu odpowiedniej aminy z cyanoguanidyną w rozcieńczonym kwasie solnym. Produkt otrzymany z tej reakcji, bez dalszego oczyszczania stosuje się jako substancję wyjściową w sposobie według wynalazku. Należy zaznaczyć, że zarówno cyanoguanidyny, jak też aminy potrzebne do przygotowania substancji wyjściowej są na ogół łatwo dostępne i trwałe pod względem chemicznym.

Według wynalazku mieszaninę reakcyjną, którą stanowi N'-arylo-N"-amidynomocznik i chlorowcohydrynę etylenową, ogrzewa się aż do uzyskania klarownego roztworu, następnie całość oziębia się i rozcieńcza rozpuszczalnikami na przykład wodą, przy czym produkt gotowy wydziela się w postaci kryształów.

Sposób według wynalazku ilustrują następujące przykłady, które jednakże nie ograniczają zakresu wynalazku.

Przykład I. 7,9 g (0,035 mola) N'-(p-nitrofenylo)-N''-amidynomocznika ogrzewa się z 75 ml chlorohydryny etylenowej w temperaturze wrzenia w ciągu 4 godzin, aż do uzyskania klarownego roztworu. Po oziębieniu dodaje się 290 ml wody. Wydzielone kryształy 3-(p-nitrofenylo)-oksazolido-

Przykład II. W taki sam sposób jak w przykładzie I stosując tylko odpowiednie substancje wyjściowe otrzymano 3-fenylooksazolidon-2 oraz 3-(p-chlorofenylo)-oksazolidon-2. W tablicy podano temperatury topnienia tych związków oraz wyniki analizy elementarnej.

Tablica

Ar	Temperatura °C	Wzór sumaryczny związku	Analiza elementarna									
			Obliczono %					Znaleziono %				
			C	H	O	N	Cl	C	H	O	N	Cl
fenyl	118—119,5	C ₉ H ₉ O ₂ N	66,25	5,56	19,61	8,58	—	66,42	6,01	—	8,81	—
p-chloro-fenyl	120—121,5	C ₉ H ₈ O ₂ NCl	54,70	4,08	16,19	7,08	17,95	54,98	4,39	—	7,58	18,37

nu-2 w ilości 5,3 g stanowią 70,2% wydajności teoretycznej. Po krystalizacji z etanolu temperatura topnienia wynosi 156—157°C.

Analiza: dla wzoru C₉H₈N₂O₄

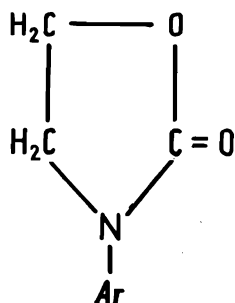
obliczono: C-51,95; H-3,87; N-13,46

znaleziono: C-51,68; H-3,73; N-13,22

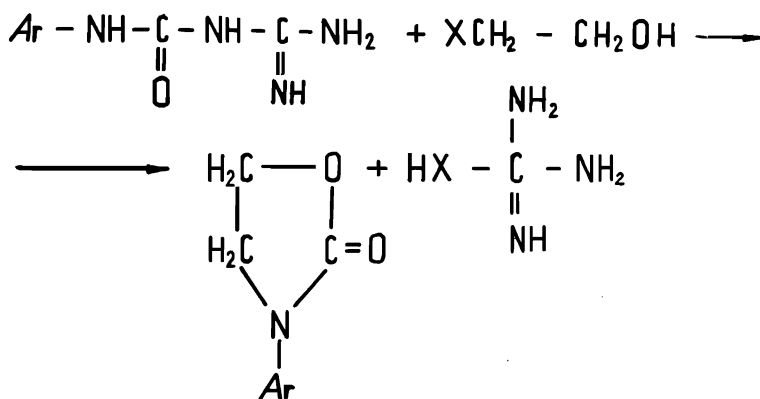
Widmo IR: pasmo absorpcji charakterystyczne dla grupy karbonylowej oksazolidonu-2 w 1760 cm⁻¹

Zastrzeżenie patentowe

20 Sposób otrzymywania 3-arylooksazolidonów-2 o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym Ar oznacza pierścień aryłowy ewentualnie podstawiony grupą nitrową lub chlorowcem, **znamienny tym**, że N'-arylo-N''-amidynomoczniki kondensuje się z chlorowcohydryną etylenową.



Wzór



Schemat