

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

233450

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 513/04

(22) Prihlášené 21 12 83
(21) (PV 9745-83)

(40) Zverejnené 17 07 84

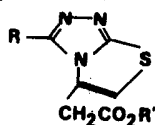
(45) Vydané 15 08 86

(75)
Autor vynálezu

VEVERKA MIROSLAV ing., BRATISLAVA

(54) Alkyl tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetáty a spôsob ich prípravy

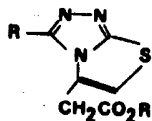
Vynález sa týka alkyl tiazolo(2,3-c)-s-
-triazol-5-yl acetátov všeobecného vzorca I



(I)

Uvedené látky sa používajú ako medzipro-
dukt pre prípravu polosyntetických antibio-
tík; pripravujú sa cyklizáciou 1-hetero-
aroyl-2-(2-tiazolyl)hydrazínov.

Vynález sa týka alkyl tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetátov všeobecného vzorca I

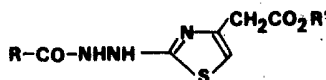


(I)

kde R' predstavuje C₁₋₄ alkyl a R predstavuje 2-furyl, 5-nitro-2-furyl, 5-fenyl-2-furyl, 5-(2-chlorfenyl)-2-furyl, 5-(4-chlorfenyl)-2-furyl, 5-(2,6-dichlorfenyl)-2-furyl, 2-tienyl a spôsobu ich prípravy.

Tieto nové, v literatúre doposiaľ neopísané zlúčeniny sa používajú ako medziprodukty v syntézach ďalších biologicky účinných látok, ako sú napríklad polosyntetické antibiotiká.

Látky všeobecného vzorca I sa podľa vynálezu pripravujú pôsobením kyslých činidiel, ktoré majú dehydratačné účinky, na 1-heteroaroyl-2-(2-tiazolyl)hydrazíny všeobecného vzorca II



(II)

kde R, R' značí to isté ako vo vzorci I, obecnými metódami, ako opisuje napríklad Pujari H. K. (Ind. J. Chem. 17B, 364 /1979/).

Postup prípravy zlúčenín podľa vynálezu sa uskutočňuje tak, že sa 1-heteroaroyl-2-(2-tiazolyl)hydrazín vzorca II nechá reagovať s minerálnymi kyselinami, ktoré majú dehydratačný účinok, ako napríklad kyselina polyfosforečná alebo oxichlorid fosforečný. Reakciu možno uskutočniť v rozpúšťadle inertnom za podmienok reakcie, ako je napríklad benzén, toluén alebo xylén pri teplote 60 °C až 180 °C v priebehu 0,5 až 6 hodín.

Látky vzorca I sa izolujú vyliatím reakčnej zmesi na ľad a extrakciou vhodným rozpúšťadlom alebo filtráciou vylúčeného produktu. Látky vzorca I sa čistia konvenčnými postupmi, napr. kryštalizáciou alebo chromatografiou.

Východzie 1-heteroaroyl-2-(2-tiazolyl)hydrazíny vzorca II sa pripravujú reakciou príslušných tiosemikarbazidov s alfa-halogén karbonylovými zlúčeninami, ako uvádza napríklad G. Vernin (The Chemistry of Heterocyclic Compounds Vol. 34, pp. 249, J. Wiley Sons, 1979).

Podrobnosti jednotlivých spôsobov prípravy sú uvedené v nasledujúcich príkladoch provedenia bez toho, že by sa na tieto výlučne obmedzovali.

P r í k l a d 1

Etyl 3-(2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát

Etyl 2-(2-furoyl)hydrazino-4-tiazolyl acetát 1 g a 8 ml oxichloridu fosforečného sa refluxuje počas 3 hodín. Reakčná zmes sa ochladí a vyleje na ľad. Vylúčená látka sa vykryštalizuje z benzénu. Získa sa 0,6 g produktu s t. t. 131 až 133 °C.

P r í k l a d 2 až 7

Analogicky podľa príkladu 1 boli pripravené nasledujúce etyl tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetáty.

Etyl 3-(5-fenyl-2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.
T. t. 149 až 151 °C. I. č. spektrum (nujol) $\nu_{\max} = 1\,730\text{ cm}^{-1}$.

Etyl 3-(5-(4-chlorfenyl)-2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.
T. t. 145 až 146 °C. I. č. spektrum (nujol) $\nu_{\max} = 1\,730\text{ cm}^{-1}$.

Etyl 3-(5-(2,6-dichlorfenyl)-2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.
T. t. 186 až 188 °C. I. č. spektrum (nujol) $\nu_{\max} = 1\,730\text{ cm}^{-1}$.

Etyl 3-(5-(2-chlorfenyl)-2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.
T. t. 144 až 147 °C. I. č. spektrum (nujol) $\nu_{\max} = 1\,735\text{ cm}^{-1}$.

Etyl 3-(5-nitro-2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.
T. t. 166 až 167 °C. I. č. spektrum (nujol) $\nu_{\max} = 1\,730\text{ cm}^{-1}$.

Etyl 3-(2-tienyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.
T. t. 148 až 150 °C. I. č. spektrum (nujol) $\nu_{\max} = 1\,730\text{ cm}^{-1}$.

P r í k l a d 8

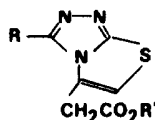
Etyl 3-(5-nitro-2-furyl)-tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetát.

0,5 g látky získanej postupom podľa príkladu 1 sa rozpustí v 3 ml kyseliny sírovej a pri teplote 15 °C sa pridáva 0,6 ml dymavej kyseliny dusičnej a 1,3 ml kyseliny sírovej. Reačná zmes sa mieša ešte 20 minút a vyleje na ľad. Vylúčená látka sa prekryštalizuje z etyl acetátu.

Získa sa 0,4 g produktu s t. t. 166 až 167 °C.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

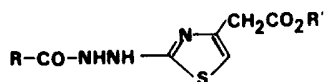
1. Alkyl tiazolo(2,3-c)-s-triazol-5-yl acetáty všeobecného vzorca I



(I)

kde R' predstavuje C_{1-4} alkyl a R predstavuje 2-furyl, 5-nitro-2-furyl, 5-fenyl-2-furyl, 5-(2-chlorfenyl)-2-furyl, 5-(4-chlorfenyl)-2-furyl, 5-(2,6-dichlorfenyl)-2-furyl, 2-tienyl.

2. Spôsob prípravy zlúčenín všeobecného vzorca I podľa bodu I vyznačujúci sa tým, že sa 1-heteroaroyl-2-(2-tiazolyl)hydrazín všeobecného vzorca II



(II)

kde R' a R je ako v hore uvedenom vzorci I, cyklizuje pôsobením kyslých činidiel vyznačujúcich sa dehydratačným účinkom, ako napríklad kyselina polyfosforečná, oxychlorid fosforečný.