



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OSVĚTY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

223442

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 11 03 82

(21) (PV 1658-82)

(40) Zverejnené 15.09.82

(45) Vydané 15 03 86

(51) Int. Cl.³
C 07 D 491/048
//A.61 K 31/41

(75)
Autor vynálezu

KRUTOŠÍKOVÁ ALŽBETA doc. ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing.
DrSc., DANDÁROVÁ MILOSLAVA ing. CSc., BRATISLAVA

(54) 2-(4-Tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrol a spôsob jeho prípravy

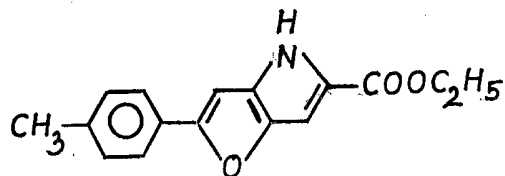
1

2

Vynález spadá do odboru organickej syntézy a rieši prípravu novej látky 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu, ktorý môže slúžiť ako východzia látka na syntézu nových furopyrolových derivátov.

Podstata spôsobu prípravy látky podľa vynálezu spočíva v tom, že sa etylester kyseliny 2-azido-3-[5-(4-tolyl)-2-furyl]akrylovej zahrieva v prostredí xylénu, toluénu, n-heptánu alebo ich zmesiach pri teplotách 90 až 130 °C.

Látka podľa vynálezu je charakterizovaná vzorcom



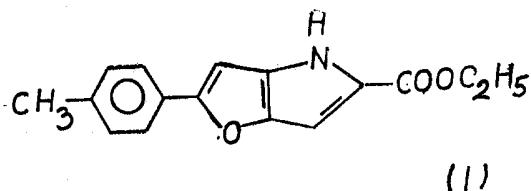
Vynález sa týka 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu a spôsobu jeho prípravy.

V literatúre sú popísané furokondenzované zlúčeniny, z ktorých pripravené furo[2,3-d]pyridazínové deriváty sa vyznačujú biologickou aktivitou (J. Pharm. Soc. Japan **94**, 922, 1974). Tiež furoindoly sa ukázali byť zaujímavými pre ich psychotropné účinky (Japan Kokai 74, 125, 396, J. Heterocyclic Chem. **14**, 975, 1977). Podobne niektoré pyrolové deriváty sa vyznačujú antihypertenzívnou účinnosťou (J. Med. Chem. **15**, 1352, 1976).

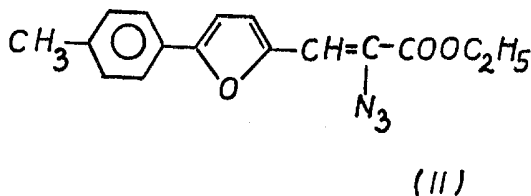
2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrol, ktorý môže slúžiť ako východzia látka na syntézu nových furopyrolových derivátov nebol doteraz pripravený.

Predmetom vynálezu je 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrol a spôsob jeho prípravy.

Podstata spôsobu prípravy 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu vzorca I



spočíva v tom, že sa etylester kyseliny 2-azido-3-[5-(4-tolyl)-2-furyl]akrylovej vzorca II (čs. autorské osvedčenie č. 222 095).



zohrieva v prostredí xylénu, toluénu, n-heptánu alebo ich zmesí pri teplotách 90 až 130 °C.

Predmet vynálezu v ďalšom ilustrujú, ale neobmedzujú nasledovné príklady:

Príklad 1

Etylester kyseliny 2-azido-3-[5-(4-tolyl)-2-furyl]akrylovej (1 g) sa rozpustí v toluéne (100 ml) a zahrieva sa pod spätným chladičom pri teplote varu zrozpúšťadla, za miešania 15 min. Rozpúšťadlo sa oddestiluje vo vákuu a získaný 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrol sa kryštalizuje z benzénu. Výťažok je 0,84 g, t. j. 93 %, teplota topenia je 110 až 181 °C.

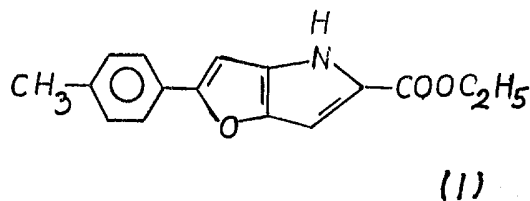
Príklad 2

Etylester kyseliny 2-azido-3-[5-(4-tolyl)-

-2-furyl]akrylovej (1 g) sa rozpustí v xyléne (100 ml) a zahrieva sa pri teplote 130 °C, počas 10 min. Ďalší postup je ako v príklade 1. Získa sa 0,83 g (92 %) 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu s t. t. 180 až 181 °C.

Výhoda spôsobu prípravy 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu podľa vynálezu spočíva predovšetkým v nenáročnej príprave z dostupných surovín, reakcia prebieha s vysokým výťažkom, pričom sa jedná o zlúčeninu, z ktorej sa môžu pripraviť ďalšie nové deriváty.

2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrol je zlúčenina štruktúrneho vzorca:



Sumárny vzorec zlúčeniny:
 $C_{16}H_{15}NO_3$.

Molekulová hmotnosť:
269,3.

Teplota topenia:
180 až 181 °C.

Elementárna analýza:

vypočítané množstvo:
71,35 % C, 5,61 % H, 5,20 % N,

nájdene množstvo:
71,25 % C, 5,58 % H, 5,52 % N.

Štruktúra 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu podľa vynálezu bola dokázaná spektrálnymi metódami IR, UV, 1H -NMR.

IR: ν_{max} (KBr) [cm^{-1}]:
3460 (NH), 1695 (CO).

UV: λ_{max} [nm] ($\log \epsilon$):
342 (4,79), 233 (3,84).

1H -NMR (DMSO- d_6):
6,89 (1H, dd, C6-H),
6,62 (1H, dd, C3-H),
4,37 (2H, q-O-CH $_2$),
1,38 (3H, t, CH $_3$),
7,61, 7,18 (4H, d, H $_{arom}$), $J_{3,6} = 0,8$.

Spektrálne merania

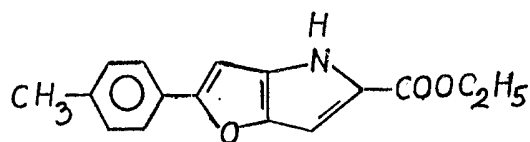
IR spektrá sa namerali na spektrofotometri SPECORD 71-IR (Carl Zeiss — Jena) v KBr tabletkách (300 mg/1 g KBr), elektró-

nové absorpčné spektrá na spektrofotometri UV VIS (Zeiss Jena) ^1H -NMR spektrá sa namerali na 80 MHz spektrofotometri Tesla

BS 487 C v hexadeuterodimetylsulfoxide pri 25 °C za použitia hexametyldisiloxanu ako interného štandardu.

PREDMET VYNÁLEZU

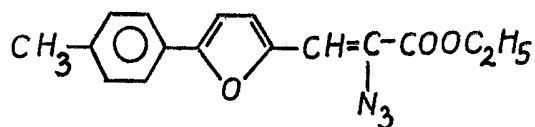
1. 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro-[3,2-b]pyrol vzorca I



(I)

2. Spôsob prípravy 2-(4-tolyl)-4H-5-etoxykarbonylfuro[3,2-b]pyrolu vzorca I podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa etylester

kyseliny 2-azido-3-[5-(4-tolyl)-2-furyl]akrylovej vzorca II



(II)

zahrieva v prostredí xylénu, toluénu, n-heptánu, alebo ich zmesi pri teplotách 90 až 130 °C.