

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

265 777

(11) (B1)
(13)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 277/68

(22) Prihlášené 14 05 87
(21) PV 3464-87.0

(40) Zverejnené 14 03 89
(45) vydané 15 12 89

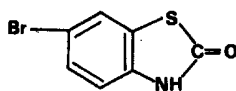
(75)
Autor vynálezu

SIDŮOVÁ EVA ing. CSC., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 6-bróm-2-benzotiazolinónu

(57) Účelom riešenia je spôsob prípravy 6-bróm-2-benzotiazolinónu. Reakcia sa uskutočňuje bromáciou 2-benzotiazolinónu N-brómsukcínimidom v chloroforme. 6-bróm-2-benzotiazolinón je rektívny medziprodukt pre syntézu herbicídov, fungicídov a baktéricídov.

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy 6-bróm-2-benzotiazolinónu vzorca



Uvedená zlúčenina bola pripravená bromáciou 2-benzotiazolinónu resp. 2-chlórbenzotiazolu elementárnym brómom, diazotáciou a Sandmayerovou reakciou zo 6-amino-2-benzotiazolinónu (Colonna, M., Publ. Ist. Chim. Univ. Bologna, 1 943,3; C. A. 41, 754 g (1947).) a alkalickou hydrolýzou 2,6-dibrómbenzotiazolu (Elderfield, R. C., Short, F. W., J. Org. Chem. 18 1 092 (1953).).

Teraz bol zistený jednoduchý a bezpečný spôsob prípravy uvedenej zlúčeniny, ktorý nevyžaduje manipuláciu s elementárnym brómom a vyznačuje sa tým, že sa nechá reagovať 2-benzotiazolinón s N-brómsukcínimidom v chloroforme za varu.

P r í k l a d 1

Príprava 6-bróm-2benzotiazolinónu

K homogénnej zmesi práškovitého 2-benzotiazolinónu (15,1 g, 0,1 mol) a N-brómsukcínimidu (17,8 g, 0,1 mol) sa pridal chloroform (50 cm³) a reakčná zmes sa zahriala do varu. Po rozpustení tuhého podielu sa reflux udržiaval ešte 5 minút, počas ktorej doby vypadával tuhý produkt. Po ochladnutí zmesi na teplotu miestnosti surový 6-bróm-2-benzotiazolinón sa odsal a premyl chloridom uhličitým.

Po vysušení sa produkt zahriala do varu s vodou (200 cm³) a ihneď sa odsal a premyl studenou vodou. Získal sa surový 6-bróm-2-benzotiazolinón s t. t. 225 až 230 °C v množstve 17,1 g (73,4 %).

Vzorka pre analýzu bola prekryštalizovaná z etanolu za použitia aktívneho uhlia, čím sa získal čistý 6-bróm-2-benzotiazolinón s t. t. 229 až 231 °C. Literatúra udáva 226 až 228 °C (Colonna, M., Publ. Ist. Chim. Univ. Bologna, 1 943,3.; C. A. 41, 754 g (1947)).

Pre C₇H₄BrNOS (230,09)

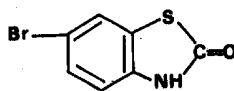
vypočítané %: C 36,54 H 1,75 N 6,09 S 13,93 Br 34,73

zistené %: 36,27 1,63 5,95 13,91 34,75

6-bróm-2-benzotiazolinón, pripravený podľa príkladu 1, sa používa ako reaktívny medzi-produkt pre syntézu herbicídov (Láčová, M., Sidčová, E., Konečný, V., Čs. AO 246 247 (1986)., D'Amico, J. J., Us pat. 4 185 990 (1980).) a regulátorov rastu rastlín (Monsanto Co., Jap. pat. 79 151 996 (1979)., D'Amico, J. J., Eur. pat Appl. 7,772 (1980).), ako aj ďalších zlúčenín s predpokladanou biologickou aktivitou.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 6-bróm-2-benzotiazolinónu vzorca



vyznačujúci sa tým, že sa nechá reagovať 2-benzotiazolinón s ekvivalentným množstvom N-brómsukcínimidu v chloroforme za varu 2 až 15 minút.