



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

195370

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 18 08 78
/21/ /PV 5402-78/

(10) Zverejnené 28 04 79

(45) Vydané 15 05 82

(51) Int. Cl.³
C 07 D 277/60

(75)

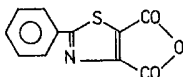
Autor vynálezu

GREGÁŇ FRIDRICH RNDr., DEVÍNSKY FERDINAND ing., BRATISLAVA
a DOLEŽEL MICHAL, OLMOUC

(54) Spôsob prípravy 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxanhydridu

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxanhydridu vzorca



Podľa známeho postupu sa táto zlúčenina pripravuje pôsobením chloridu tionylu na monodraselnú soľ kyseliny 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxylovej. Literatúra, ktorá popisuje túto syntézu, uvádza výťažky 53 %, t. t. 187,2 až 191,2 °C /rozmedzie teploty topenia/ poukazuje na znečistený produkt. Zistilo sa, že týmto postupom sa dá pripraviť produkt vo výťažku len 12 až 15 %. Uvedenú nevýhodu odstraňuje postup podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa nechá reagovať monodraselná soľ kyseliny 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxylovej s 20 % molárnym prebytkom chloridu tionylu v 1,2-dimetoxyetáne za prítomnosti pyridínu pri teplote 80 °C. Získa sa produkt vo výťaž-

2

ku 32 až 35 % podstatne vyššej čistoty, ako podľa známej metódy prípravy.

P r í k l a d

Do zmesi 28,7 g /0,10 mol/ monodraselnej soli kyseliny 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxylovej, 14,3 g /0,12 mol/ chloridu tionylu a 150 ml suchého 1,2-dimetoxyetánu sa za miešania pridá v priebehu 20 min roztok 7,9 g /0,1 mol/ suchého pyridínu v 10 ml suchého 1,2-dimetoxyetánu tak, aby teplota reakčnej zmesi bola 80 °C. Potom sa zmes pri uvedenej teplote ešte 5 min mieša, za horúca sa odfiltruje, filtrát sa ochladí, vylúčené kryštály žltej farby sa odfiltrujú, premyjú éterom a vysušia. Kryštalizácia z dichlórétanu, svetložlté ihličky vo výťažku 32 až 35 % teórie, t. t. 201 až 202 °C.

IČ - spektrálne charakteristiky:
 $\nu_{\text{as}}/\text{CO}/ 1789 \text{ cm}^{-1}$; $\nu_{\text{s}}/\text{CO}/ 1853 \text{ cm}^{-1}$.
Okrem IČ - spektier bola zlúčenina charakterizovaná prvkovou elementárnou analýzou a ^1H - NMR spektrami.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxanhydridu pôsobením chloridu tionylu na monodraselnú soľ kyseliny 2-fenyltiazol-4,5-dikarboxylovej vyznačujúci sa tým,

že reakcia sa uskutočňuje v rozpúšťadle 1,2-dimetoxyetáne, za prítomnosti pyridínu s 20 % molárnymi prebytkom chloridu tionylu pri teplote varu rozpúšťadla.