

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București

ROMANIA



(11) Nr. brevet: **108238 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 07 C 323/32

(12)

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **146677**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **03.01.91**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
31.03.94 BOPI nr. 3/94

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 3361816

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **Institutul de Cercetări Chimice Farmaceutice, Centrul Cluj-Napoca, RO**

(73) Titular: **S.C. Terapia S.A., Cluj-Napoca, RO**

(72) Inventatori: **Vlaicu Florica-Elena, Majdik Cornelia, Leuca Dorina, Colțea Petronela, RO**

(54) Procedeu de preparare a 2-nitro-5-clorfenilbenziltioeterului

(57) **Rezumat:** Invenția constă în aceea că se realizează substituția clorului din poziția 2, din 2,4-dicloronitrobenzen cu benziltioalcool, în prezența hidroxidului de potasiu solid, la 40°C

și se obține 2-nitro-5-clorfenilbenziltioeterul de puritate avansată, cu o dozare 90% și cu un randament de 77%.

Revendicări: 1

RO 108238 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a 2-nitro-5-clorfenilbenziltioeterului (2-nitro-5-clorfenilbenzilsulfura), plecând de la 2,4-diclor-nitrobenzen, compus utilizat ca intermediar în sinteze de agenți terapeutici.

Este cunoscut că 2-nitro-5-clorfenilbenziltioeterul se prepară prin substituția clorului, din poziția 2 din 2,4-diclor-nitrobenzen cu benziltioalcoolul, în prezența unei soluții alcoolice de hidroxid de potasiu sau prin substituția clorului din 2,4-diclor-nitrobenzen prin folosirea clorurii de benzil și a tioureei în prezența hidroxidului de potasiu (US nr.3361816).

Procedeele prezentate cu următoarele dezavantaje: randamente relativ mici, datorită substituției clorului și din poziția *para*, obținerea unui produs brut de calitate necorespunzătoare și metode de prelucrare laborioase.

Procedeul constă în aceea că reacția 2,4-diclor-nitrobenzenului cu benziltioalcoolul la un raport molar 1:1 se realizează în prezența hidroxidului de potasiu solid, la o temperatură de 40°C.

Invenția prezintă avantaje, prin faptul că asigură adăugarea hidroxidului de potasiu în formă solidă, realizarea reacției în condiții specifice substanței, cu obținerea unui produs brut, lipsit de produs secundar, format prin substituția și a clorului din poziția *para*.

Randamentul atins în mod constant este de 77%.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției.

La o soluție obținută prin solvirea a 390 g de 2,4-diclor-nitrobenzen și 4,5 l de benziltioalcool se adaugă 117 g de hidroxid de potasiu rotulis în porțiuni. Adăugarea se face păstrându-se temperatura la 40°C. După terminarea adăugării, reacția se perfectează încă o oră. Amestecul se răcește și precipitatul format se filtrează. Precipitatul se suspendă în apă, pentru eliminarea clorurii de potasiu și se filtrează 2-nitro-5-clorfenilbenziltioeterul. Se obține un produs de calitate corespunzătoare, punct de topire 125...127°C, dozare 90% (gaz-cromatografic) cu un randament de 77%.

Revendicare

Procedeu de preparare a 2-nitro-5-clorfenilbenziltioeterului din 2,4-diclor-nitrobenzen și benziltioalcool, în mediu de izopropanol, la un raport 1:1, în prezența hidroxidului de potasiu, caracterizat prin aceea că hidroxidul de potasiu se adaugă în stare solidă, la o temperatură de 40°C.

Președintele comisiei de examinare: ing. Cornelia Orășeanu
Examinator: ing. Elena Marin

