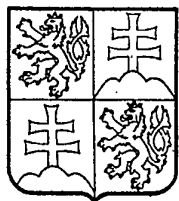


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATÍVNA
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

274 096

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 D 277/68

(21) PV 5699-89.N

(22) Prihlásené 09 10 89

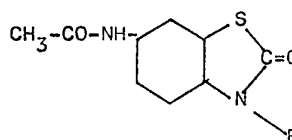
(40) Zverejnené 14 08 90

(45) Vydané 10 06 92

(75) Autor vynálezu SIDŔOVÁ EVA ing. CSc.,
KRÁĽOVÁ KATARÍNA RNDr. CSc.,
MITTERHAUSZEROVÁ ĽUDMILA ing. CSc., BRATISLAVA

(54) 6-Acetamido-3-alkyl-2-benzotiazolinóny

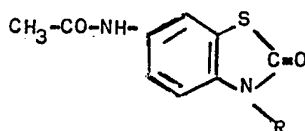
(57) Boli pripravené doteraz neznáme 6-acetamido-3-alkyl-2-benzotiazolinóny. Syn-
téza uvedených zlúčenín sa uskutočňuje
reakciou draselnej soli 6-acetamido-2-ben-
zotiazolinónu s reaktívnymi alkylhalogenid-
mi v zmesi etanolu a vody za varu. Nové
zlúčeniny sú charakterizované vzorcom I,
v ktorom R znamená etyl, n-butyl alebo ben-
zyl. Zlúčeniny regulujú rast rastlín.



Predmetom vynálezu sú 6-acetamido-3-alkyl-2-benzotiazolinóny.

3-Substituované deriváty 6-nitro-2-benzotiazolinónu prejavili účinnosť ako regulaťory rastu rastlín /D'Amico J.J. US pat. 4 282 029 /1981/, Sidčová, E., Blanárková, V., Mitterhauszerová, Ľ. a Kráľová, K., PV 8564-88/ a ako herbicidy /D' Amico J.J. US pat. 4 185 990 /1980//.

Teraz sme zistili, že doteraz neznáme zlúčeniny vzorca



kde R znamená etyl, n-butyl alebo benzyl majú stimulačný účinok na nárast čerstvej hmoty a na obsah syntetizovaného chlorofylu v nadzemnej časti kukurice /Zea mays L/, ďalej že majú regulačný účinok na rast a syntézu chlorofylu u zelených rias *Chlorella vulgaris*.

Súčasne bol zistený spôsob prípravy uvedených zlúčenín reakciou draselnej soli 6-acetamido-2-benzotiazolinónu s alkyljodidmi, resp. s benzylchloridom v zmesi etanolu a vody za varu.

Nasledujúce príklady bližšie osvetľujú, ale nijako neobmedzujú prípravu a vlastnosti zlúčenín podľa vynálezu.

Príklad 1

Príprava 6-acetamido-3-etyl-2-benzotiazolinónu

6-Acetamido-2-benzotiazolinón/ 6,3 g, 0,03 mol/ sa rozpustil v roztoku hydroxidu draselného /2,0 g, 0,03 mol/ v zmesi vody /10 cm³ / a etanolu /22 cm³/. K roztoku sa pridal etyljodid /5,5 g, 0,035 mol/, reakčná zmes sa refluxovala 3 hodiny a potom sa odstavila cez noc pri 5 °C. Z roztoku sa vylúčil surový produkt s t.t. 191 až 195 °C v množstve 6,35 g /89,7 %/.

Vzorka pre analýzu bola prekryštalizovaná zo zmesi etanolu a vody v pomere 2 : 1 za použitia aktívneho uhlia. Získal sa čistý 6-acetamido-3-etyl-2-benzotiazolinón s t.t. 192,5 až 195 °C.

M.h. = 236,30

Pre C₁₁H₁₂N₂O₂S

vypočítané % :	C 55,91	H 5,12	N 11,86	S 13,57
zistené % :	55,65	5,11	12,03	13,51

Príklad 2

Príprava 6-acetamido-3-n-butyl-2-benzotiazolinón

Príprava bola uskutočnená podľa príkladu 1 za použitia n-butyljodidu /6,5 g, 0,035 mol/ a za použitia 40 cm³ etanolu.

Po ukončení refluxu bola reakčná zmes odfarbená aktívnym uhlím. Získal sa čistý 6-acetamido-3-n-butyl-2-benzotiazolinón s t.t. 160 až 162,5 °C v množstve 6,2 g /78,3 %/.

M.h. = 264,35

Pre C₁₃H₁₆N₂O₂S

vypočítané % :	C 59,07	H 6,10	N 10,60	S 12,13
zistené % :	58,78	6,00	10,80	11,85

Príklad 3

Príprava 6-acetamido-3-benzyl-2-benzotiazolinónu

Príprava bola uskutočnená podľa príkladu 1 za použitia benzylchloridu /4,05 g, 0,032 mol/. Získal sa surový produkt s t.t. 179 až 183 °C v množstve 8,6 g /96,2 %/.

Vzorka pre analýzu bola prečistená tým spôsobom, že látka sa rozpustila v octane etylovom, odfarbila sa aktívnym uhlím a z filtrátu sa zrážal postupným pridávaním malých dávok petroléteru čistý 6-acetamido-3-benzyl-2-benzotiazolinón s t.t. 180 až 182 °C.

M.h. = 298,37

Pre $C_{16}H_{14}N_2O_2S$

vypočítané % :	C 64,41	H 4,73	N 9,39	S 10,75
zistené % :	64,20	4,79	9,41	10,79

Príklad 4

Vplyv zlúčenín podľa vynálezu na nárast čerstvej hmoty a obsah chlorofylu v nadzemnej časti kukurice /Zea mays L./

Tabuľka k príkladu 4

Vplyv zlúčením podľa vynálezu na nárast čerstvej hmoty a obsah chlorofylu v nadzemnej časti kukurice

Zlúčenina podľa vynálezu	Koncentrácia mol.dm ⁻³	Percentuálny nárast v porovnaní s kontrolou	
		obsah chlorofylu	hmotnosť zelenej časti klíčencov
	0/kontrola/	100,0 ± 5,7	100,0 ± 3,8
1	1.10 ⁻⁶	112,5 ± 6,5	98,2 ± 2,4
	1.10 ⁻⁷	121,2 ± 5,1	96,2 ± 3,7
	1.10 ⁻⁸	108,5 ± 6,8	114,8 ± 8,2
	1.10 ⁻⁹	112,4 ± 0,6	115,7 ± 7,3
		1.10 ⁻⁶	127,9 ± 3,3
2	1.10 ⁻⁷	110,8 ± 7,3	114,5 ± 1,0
	1.10 ⁻⁸	109,5 ± 8,5	123,1 ± 1,7
	1.10 ⁻⁹	111,5 ± 4,0	114,0 ± 6,0
		1.10 ⁻⁶	118,6 ± 7,3
3	1.10 ⁻⁷	109,0 ± 4,4	105,1 ± 0,6
	1.10 ⁻⁸	119,2 ± 6,2	118,6 ± 2,9
	1.10 ⁻⁹	106,0 ± 4,4	116,8 ± 0,3

Pri testovaní nárastu čerstvej hmoty, ako aj obsahu syntetizovaného chlorofylu v nadzemnej časti kukurice sa kukuričné semená predklíčovali za tmy vo váľcoch stočeného filtračného papiera navlhčeného destilovanou vodou po dobu 3 dní. Potom sa klíčence vložili do hydroponii obsahujúcich živný roztok podľa Hooglanda /Hoogland, D.R., Snyder, W.g., Hoogland's inorganic salt solution A-Z supplement v Hewitt, E.J./Ed/Sand and water culture methods used in the study of plant nutrition - Nutrition Commonwealth agric. Bur., Farnham Royal, str. 189 /1966/ samotný, resp. s prídavkom zlúčenín

podľa vynálezu v živnom roztoku a umiestnili sa do kultivačného boxu s režimom osvetlenia 14 hodín svetlo, 10 hodín tma. Vplyv zlúčenín podľa vynálezu sa testoval v koncentráciách $1 \cdot 10^{-6}$ až $1 \cdot 10^{-9}$ mol.dm⁻³. Po 6 dňoch kultivácie pri izbovej teplote sa stanovila hmotnosť zelenej časti kličencov a obsah chlorofylu.

Pri testovaných koncentráciách zlúčenín podľa vynálezu sa zaznamenal stimulačný účinok ako na nárast čerstvej hmoty, tak aj na obsah syntetizovaného chlorofylu v nadzemnej časti kukurice.

Príklad 5

Účinok zlúčením podľa vynálezu na rast a syntézu chlorofylu zelených rias

Riasy *Chlorella vulgaris* sa pestovali stacionárnou kultiváciou pri teplote 25 ± 1 °C pri svetelnom režime 16 hodín svetlo, 8 hodín tma v kultivačnom médiu podľa Šetlíka /Šetlík I. : Annual Report of Algolog. Lab. for 1967, 71-140, Třeboň 1968/. Testovaná látka sa pridávala do kultivačného média v roztoku dimetylformamidu /celkový obsah rozpúšťadla v kultivačnom médiu bol ≤ 1 %/ a ten istý objem rozpúšťadla sa pridával ku kontrolným vzorkám. Kultivačné banky sa inokulovali presným objemom homogénnej suspenzie rias. Po 7 dennej kultivácii sa objem kultivačného média doplnil destilovanou vodou na pôvodný objem /vyrovnanie odparu vody/ a v suspenzii buniek sa merala absorbanca pri 660 nm /úmerná množstvu buniek rias/ a obsah chlorofylu po jeho extrakcii dimetylformamidom z odcentrifugovaných buniek rias /Inskeep, W.P., Bloom, P.R. : Plant Physiol. 77/2/, 483-5 1985//.

Regulačná účinnosť na riasy sa sledovala v koncentračnom rozmedzí $1 \cdot 10^{-4}$ až $1 \cdot 10^{-11}$ mol.dm⁻³. Zatiaľ čo deriváty zlúčeniny podľa príkladu 1 a 3 vykázali iba stimulačný účinok v sledovanom rozsahu koncentrácií, u zlúčeniny podľa príkladu 2 sa pri koncentrácii $1 \cdot 10^{-4}$ M zistila inhibícia syntézy chlorofylu. Ovplyvnenie rastu a syntézy chlorofylu rias, vyjadrená v percentách hodnôt zistených v súčasne kultivovaných kontrolných vzorkách, je uvedené v tabuľke k príkladu 5.

Tabuľka k príkladu 5

Vplyv zlúčenín podľa vynálezu na rast a obsah syntetizovaného chlorofylu zelených rias

Zlúčenina podľa príkladu	Koncentrácia mol.dm ⁻³	K o n t r o l y	
		Obsah chlorofylu	Absorbanca pri 660 nm
1	$1 \cdot 10^{-4}$	97,7 \pm 2,9	93,5 \pm 8,4
	$1 \cdot 10^{-5}$	110,5 \pm 4,5	98,3 \pm 4,3
	$1 \cdot 10^{-7}$	115,4 \pm 1,2	105,5 \pm 1,6
	$1 \cdot 10^{-9}$	104,5 \pm 16,3	111,7 \pm 13,1
	$1 \cdot 10^{-11}$	113,1 \pm 4,8	108,3 \pm 2,9
2	$1 \cdot 10^{-4}$	73,2 \pm 1,6	95,9 \pm 1,1
	$1 \cdot 10^{-5}$	107,7 \pm 12,1	101,1 \pm 10,8
	$1 \cdot 10^{-7}$	96,0 \pm 8,4	107,9 \pm 9,3
	$1 \cdot 10^{-9}$	99,2 \pm 7,2	96,7 \pm 14,1
	$1 \cdot 10^{-11}$	104,0 \pm 9,5	108,6 \pm 4,6
3	$1 \cdot 10^{-4}$	110,0 \pm 11,7	113,0 \pm 26,0
	$1 \cdot 10^{-5}$	120,4 \pm 11,5	112,2 \pm 13,1
1	2	3	4

1	2	3	4
3	$1 \cdot 10^{-7}$	$109,4 \pm 11,4$	$115,9 \pm 6,6$
	$1 \cdot 10^{-9}$	$101,6 \pm 10,2$	$114,7 \pm 1,3$
	$1 \cdot 10^{-11}$	$92,3 \pm 2,3$	$95,6 \pm 5,4$

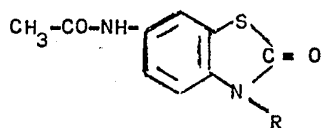
Významný je fakt, že zlúčeniny podľa vynálezu sú novej, doteraz neznámej štruktúry a majú regulačný účinok na rast a syntézu chlorofylu rias *Chorella vulgaris*.

Zvlášť významný je fakt, že zlúčeniny podľa vynálezu stimulujú nárast čerstvej hmoty a obsahu chlorofylu nadzemnej časti kukurice v koncentrácii $1 \cdot 10^{-6}$ až $1 \cdot 10^{-9}$ mol.dm⁻³.

Zlúčeniny podľa vynálezu možno používať ako účinnú zložku prípravkov pre stimuláciu rastu rastlín a zelených rias a to samostatne, alebo v zmesi s inými látkami, ďalej ako medziprodukt pre ďalšie syntézy.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. 6-Acetamido-3-alkyl-2-benzotiazolinónny vzorca



kde R znamená etyl, n-butyl alebo benzyl.

2. Spôsob prípravy zlúčeniny podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa nechá reagovať draselná soľ 6-acetamido-2-benzotiazolinónu s etyljodidom, n-butyljodidom alebo benzylchloridom v zmesi etanolu a vody za varu.