

DIE REAKTION VON PYROBORTETRAACETAT MIT ANTHRANYLSAURE
UND 3,3'-DICARBOXIBENZIDIN

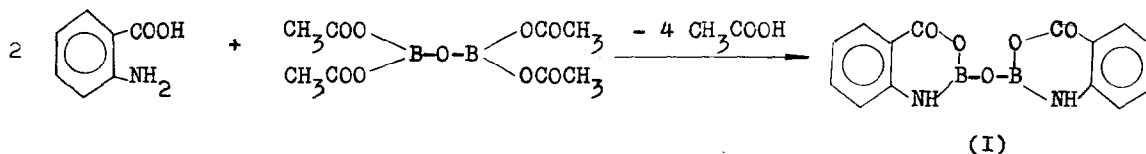
Stefan Cihodaru und Cezar Ungurenasu

Institut für Makromolekulare Chemie " P.Poni ", Jassy, Rumänien

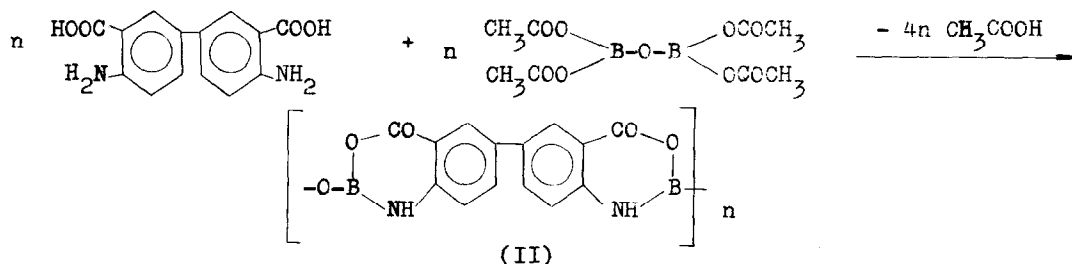
(Received in Germany 22 April 1968; received in UK for publication 25 April 1968)

Eine Benzboroxazin-Verbindung wurde von Pailer und Fenzl¹ durch die Reaktion der Anthranylsäure mit $C_6H_5B(OH)_2$ hergestellt. Die Anthranylsäure bildet auch, mit Tripropylborane eine Benzboroxazin-Derivat.²

Wir fanden, dass die Anthranylsäure, in Benzol gelöst, sehr leicht, unter N_2 mit einer benzolischen Lösung des Pyrobortetraacetats reagiert und die Verbindung (I) bildet:



Ähnlich reagiert das Pyrobortetraacetat mit 3,3'-dicarboxibenzidin in Benzol unter Polymerbildung:



Die Verbindung (I) erhält man durch Einführung von 0,55 g (0,002 Mol) Pyrobortetraacetat in 200 ml Benzol, in eine Lösung aus 0,55 g (0,004 Mol) Anthranylsäure in 200 ml Benzol. Nach dem Abdestillieren des azeotropen Benzol-Essigsäure-Gemisches bis auf die Hälfte des Volumens, bildet sich ein hellgelber Niederschlag der mit Benzol und dann mit Petroläther gewaschen, unter Vakuum getrocknet wird. Zers.-P 318°. Die Elementar-Analyse entspricht der Formel (I).

(Gef. C 54,23; H 3,51; N 9,07; B 7,20; Ber. C 54,72; H 3,27; N 9,10; B 7,03)
IR-Spektrum (in KBr): 3300 cm^{-1} (ν -NH); 1700 cm^{-1} (=CO); 1400-1500 cm^{-1} (B-N);
1300-1400 cm^{-1} (B-O).

Das Polymere (II) wird durch allmähliches Hinzufügen einer Lösung von 0,30 g (0,0011 Mol) Pyrobortetraacetat in 100 ml Benzol zu einer Lösung von 0,27 g (0,001 Mol) 3,3'-dicarboxibenzidin und 5 ml DMSO in 100 ml Benzol erhalten. Das hellgrau Produkt (II) wird nach dem Waschen mit Benzol und Petroläther bei 200°/5 mm Hg getrocknet. Die Elementar-Analyse entspricht der Formel (II). (Gef. C 52,77; H 3,37; N 8,83; B 6,50) Ber.(C 54,95; H 2,63; N 9,1; B 7,07). Zers.P 429°. IR-Spektrum (in KBr): 3300 cm^{-1} (ν -NH); 1700 cm^{-1} (=CO) 1400-1500 cm^{-1} (B-N); 1300-1400 cm^{-1} (B-O). Die Verbindungen (I) und (II) sind wesentlich unbeständigen. Mit Wasser erfolgt Bildung von Anthranylsäure oder 3,3'-dicarboxibenzidin.

BIBLIOGRAPHIE

1. M.Pailer und W.Fenzl, Monatsch., 92, 1294, (1961)
2. K.Lang, K.Nuetzel, F.Schubert, Chem. Abstr., 58, 1488a, (1963)