

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



URZĄD
PATENTOWY
RP

OPIS PATENTOWY 150 533

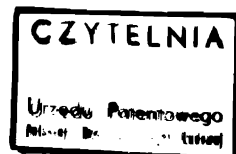
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 87 12 04 /P. 269275/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 89 06 12

Opis patentowy opublikowano: 90 07 31



Int. Cl.⁵ C07D 249/20

Twórca wynalazku: Zbigniew Golubski

Uprawniony z patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław /Polska/

SPOSÓB OTRZYMYWANIA NOWEGO 2-[2'-HYDROKSY-3'-/4''-METYLOFENYLO/ SULFONAMIDOMETYLO-5'-METYLOFENYLO]-2H-BENZOTRIAZOLU-1,2,3

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowego 2-[2'-hydrokso-3'-/4''-metylofenylo/sulfonamidometylo-5'-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o wzorze 1, nadającego się do stosowania jako stabilizator cieplny do tworzyw sztucznych.

Dotychczas nie jest znany sposób otrzymywania nowego 2-[2'-hydrokso-3'-/4''-metylofenylo/sulfonamidometylo-5'-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o wzorze 1.

Istota wynalazku polega na tym, że 1 mol 2-/2'-hydrokso-5'-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 poddaje się reakcji z 0,5 - 3 molami N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu w kwasie siarkowym o stężeniu od 40 do 96%, w temperaturze 0-60°C.

Istota wynalazku polega również na tym, że 1 mol 2-/2'-hydrokso-5'-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 poddaje się reakcji z 0,5-3 molami N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu w kwasie polifosforowym, w temperaturze 20-150°C.

Istota wynalazku polega ponadto na tym, że 1 mol 2-/2'-hydrokso-5'-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 poddaje się reakcji z 0,5-3 molami N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu w roztworze pięciotlenku fosforu w kwasie metanosulfonowym w stosunku od 1:5 do 1:50, w temperaturze 0 - 60°C.

Zasadnicza korzyść wynikająca ze stosowania sposobu według wynalazku to otrzymywanie nowego 2-[2'-hydrokso-3'-/4''-metylofenylo/sulfonamidometylo-5'-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o wzorze 1.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładzie wykonania i na schemacie reakcji.

P r z y k ł a d I. W kolbie zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne umieszcza się 30 cm³ stężonego /d = 1,84/ kwasu siarkowego i podczas energicznego mieszania dodaje się porcją 2 g /8,87 mmola/ 2-/2'-hydrokso-5'-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3, w wyniku czego

otrzymuje się czerwono-brązowy, przezroczysty roztwór. Do tak otrzymanego roztworu podczas ciągłego mieszania dodaje się 1,8 g /8,87 mmola/ N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu o temperaturze topnienia 136-137 C /H₂O/, który ulega szybkiemu rozpuszczeniu bez widocznego efektu egzotermicznego. Otrzymaną mieszaninę reakcyjną, zabezpieczoną od wilgoci, miesza się w temperaturze pokojowej przez 22 godziny, a następnie wylewa na 250 g lodu.

Wydzielony osad odsącza się, przemywa na sączku wodą do uzyskania pH=7 przesącza, a następnie suszy się w próżni nad pięciotlenkiem fosforu. Otrzymuje się 3,6 g /100%/ surowego produktu. W celu oczyszczenia 3,6 g surowego produktu rozpuszcza się w 40 cm³ chloroformu i nanosi na kolumnę wypełnioną 250 g żelu krzemionkowego firmy Merc typu NM-60 o wielkości ziarna poniżej 0,08 mm i eluuje chloroformem zbierając frakcję o R_f⁺ = 0,39. Po odparowaniu chloroformu otrzymuje się 3 g /83,3%/ czystego chromatograficznie jednorodnego 2-[2°-hydroksy-3°-/4°°-metylofenylo/sulfonamidometylo-5°-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o temperaturze topnienia 180-181,5°C /CHCl₃/.

Dla wzoru: C₂₁H₂₀N₄O₃S/408,47/ %C obliczony 61,25 otrzymany 61,82; %H obliczony 4,93 otrzymany 4,90; %N obliczony 13,71 otrzymany 13,71; %S obliczony 7,85 otrzymany 8,33. IR /KBr/: 3300/-OH i -NH/, 2922/C-CH₃/, 1600/C=N_{rozc}/, 1569,1497,1454/C=C_{arom}/, 1508/-NH-zgin./, 1416/-CH₂-N</, 1328, 1160/-SO₂-NH/ cm⁻¹.

¹H NMR /CDCl₃, TMS_{zew}, roztwór nasycony: δ = 2,35, /s, 6H, -CH₃/; 4,2/d, 2H, J_{HH} = 7 Hz, CH₂/; 5,56/ t /1:2:1/, 1H, J_{HH} = 6Hz, NH/; 6,82-7,86,/m /szeroki/, 10H, Ar/; 11,25ppm/s, 1H, -OH/. TLC: SiO₂-GF₂₅₄/CHCl₃/, R_f⁺ = 0,39 /jedna plama/.

P r z y k ł a d II. W kolbie zaopatrzonej w mieszkadło magnetyczne umieszcza się 50 g kwasu polifosforowego i po podgrzaniu do temperatury 80°C dodaje się porcjami podczas mieszania 2 g /8,87 mmola/ 2-/2°-hydroksy-5°-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3, w wyniku czego otrzymuje się jasnobrązowy roztwór. Do tak otrzymanego roztworu dodaje się w jednej porcji 1,8 g /8,87 mmola/ N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu, który ulega szybkiemu rozpuszczeniu. Otrzymaną mieszaninę reakcyjną utrzymuje się w temperaturze 80-90°C przez 4 godziny, a następnie po ochłodzeniu do temperatury pokojowej wylewa do 400 cm³ wody. Wydzielony osad odsącza się, przemywa na sączku wodą do pH=7 przesącza i suszy w próżni nad pięciotlenkiem fosforu. Otrzymuje się 3,1 g /86,2%/ czystego 2-[2°-hydroksy-3°-/4°°-metylofenylo/sulfonamidometylo-5°-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o temperaturze topnienia 180-181°C. Otrzymany związek posiada analogiczne dane jak związek w przykładzie I.

P r z y k ł a d III. Do 50 cm³ pięciotlenku fosforu w kwasie metanosulfonowym, o stosunku P₂O₅:CH₃SO₃H = 1:10 części wagowych, dodaje się w temperaturze pokojowej 5 g /22,175 mmola/ 2-/2°-hydroksy-5°-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 i 4,5 g /22,2 mmola/ N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu, w wyniku czego otrzymuje się jasno-brązowy roztwór. Roztwór ten miesza się w temperaturze pokojowej przez 12 godzin, a następnie wylewa do 750 cm³ wody. Wydzielony osad odsącza się, przemywa wodą do pH=7 przesącza i suszy w próżni nad pięciotlenkiem fosforu. Otrzymuje się 7,1 g /98,6%/ surowego produktu. Po krystalizacji z chloroformu otrzymuje się 7 g /97,2%/ 2-[2°-hydroksy-3°-/4°°-metylofenylo/sulfonamidometylo-5°-metylo]-2H-benzotriazolu - 1,2,3. Otrzymany związek posiada analogiczne dane analityczne jak związek w przykładzie I.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

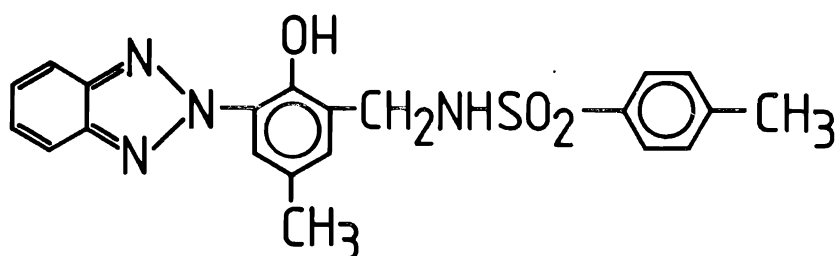
1. Sposób otrzymywania nowego 2-[2-hydroksy-3°-/4°°-metylofenylo/sulfonamidometylo-5°-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o wzorze 1, z n a m i e n n y t y m, że 1 mol 2-/2°-hydroksy-5°-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 poddaje się reakcji z 0,5-3 molami N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu w kwasie siarkowym o stężeniu od 40 do 96%, w temperaturze 0-60°C.

2. Sposób otrzymywania nowego 2-[2°-hydroksy-3°-/4°°-metylofenylo/sulfonamidometylo-5°-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o wzorze 1, z n a m i e n n y t y m, że 1 mol

2-/2'-hydroksy-5'-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 poddaje się reakcji z 0,5-3 mola-
mi N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu w kwasie polifosforowym, w temperaturze
20-150°C.

3. Sposób otrzymywania nowego 2-[2'-hydroksy-3'-/4''-metylofenylo/sulfona-
midometylo-5'-metylofenylo]-2H-benzotriazolu-1,2,3 o wzorze 1, z n a m i e n n y t y m,
że 1 mol 2-/2'-hydroksy-5'-metylofenylo/-2H-benzotriazolu-1,2,3 poddaje się reakcji z
0,5-3 molami N-hydroksymetylo-p-toluenosulfonamidu w roztworze pięciotlenku fosforu w
kwasie metanosulfonowym w stosunku od 1:5 do 1:50, w temperaturze 0-60°C.

Wzór 1



Schemat

