

URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

60087

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 02.VI.1966 (P 133 204)

Pierwszeństwo 23.III.1966 Niemiecka
Republika
Federalna

Opublikowano 1.VI.1970

Kl. 12 p, 4/01

MKP C 07 d

93/08

UKD

Współtwórcy wynalazku: Heinz Kuch, Günther Seidl, Irmgard Hoffmann

Właściciel patentu: Farbwerke Hoechst AG vormals Meister Lucius
u. Brüning, Frankfurt n/Menem (Niemiecka Repu-
blika Federalna)

Sposób wytwarzania pochodnych 4H-3,1-benzotiazyny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pochodnych 4H-3,1-benzotiazyny o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza atom wodoru, rodnik alkilowy, cykloalkilowy, alkenylowy, cykloalkenylowy, aryłowy, aralkilowy lub niskocząsteczkową grupę dwualkiloaminoalkilową, przy czym w tej ostatniej grupie grupa dwualkiloaminowa może także tworzyć pierścień, ewentualnie poprzez atom tlenu, siarki lub poprzez grupę iminową podstawioną grupą metylową lub benzyłową, a R_1 i R_2 są jednakowe lub różne i oznaczają atomy wodoru lub chlorowca oraz grupy metoksyłowe, trójf-luorometylowe lub nitrowe oraz ich soli z kwasami nieorganicznymi lub organicznymi.

Według wynalazku związki o wzorze 1 wytwarza się przez poddawanie związków o wzorze ogólnym 2, w którym R, R_1 i R_2 mają podane powyżej znaczenie, reakcji z siarkowodorem lub z siarczkami nieorganicznymi.

Jako substancje wyjściowe stosuje się na przykład 2-amino-4-fenylo-4H-3,1-benzoksazynę, 2-amino-4-fenylo-6-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-metyloamino-4-fenylo-4H-3,1-benzoksazynę, 2-etyloamino-4-fenylo-6-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-benzyloamino-4-fenylo-6-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-etyloamino-4-fenylo-5-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-metyloamino-4-fenylo-6-bromo-4H-3,1-benzoksazynę, 2-etyloamino-4-(p-metoksyfenylo)-6-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-etyloamino-4-(p-chlorofenylo)-6-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-etyloamino-4-(o-

2

fluorofenylo)-6-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-etyloamino-4-fenylo-7-chloro-4H-3,1-benzoksazynę, 2-benzyloamino-4-fenylo-6-metoksy-4H-3,1-benzoksazynę.

5 Reakcję związków o wzorze 2 z siarkowodorem lub siarczkami nieorganicznymi, jak siarczki metali alkalicznych lub siarczki fosforu, korzystnie pięciosiarczek fosforu, lub z ich mieszaninami, prowadzi się w temperaturze 50°—200°C, korzystnie 80—160°C, ewentualnie z zastosowaniem rozpuszczalnika organicznego, takiego jak pirydyna, węglowodór aromatyczny, jak benzen, toluen lub ksylen, lub chlorowany węglowodór alifatyczny lub aromatyczny, jak czterochlorek węgla, 15 czterochloroetan lub chlorobenzen. W zależności od temperatury wrzenia stosowanego rozpuszczalnika oraz od temperatury reakcji zwłaszcza przy zastosowaniu siarkowodoru, reakcję przeprowadza się ewentualnie pod ciśnieniem.

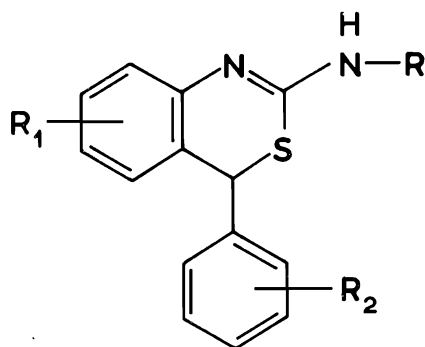
20 Przykład: 2-etyloamino-4-fenylo-6-chloro-4H-3,1-benzotiazyna. 14 g 2-etyloamino-4-fenylo-6-chloro-4H-3,1-benzoksazyny ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną mieszając w ciągu 2 25 godzin w 100 ml pirydyny z podwójną ilością (wagowo) pięciosiarczku fosforu. Po ochłodzeniu dodaje się 500 ml rozcieńczonego roztworu sodowego i kontynuuje się mieszanie w ciągu 1 godziny w temperaturze pokojowej. Następnie odsącza się, 30 przemywa się bezbarwny osad dokładnie wodą,

suszy i przekrystalizowuje z mieszaniny benzenu i eteru naftowego. Uzyskuje się w ten sposób 11 g (73% wydajności teoretycznej) 2-etyloamino-4-fenylo-6-chloro-4H-3,1-benzotiazyny w postaci bezbarwnych kryształów o temperaturze topnienia 118—120°C; nie stwierdzono obniżenia temperatury topnienia w mieszaninie z preparatem porównawczym wytworzonym na innej drodze.

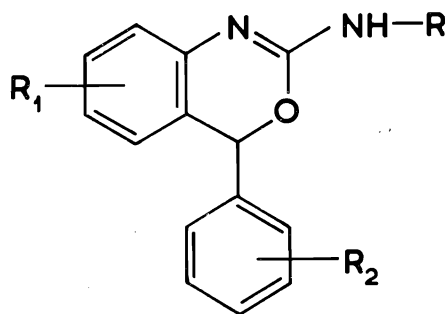
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pochodnych 4H-3,1-benzotiazyny o wzorze ogólnym 1, w którym R oznacza

atom wodoru, rodnik alkilowy, cykloalkilowy, alkenyloowy, cykloalkenyloowy, arylowy, aryloalkilowy lub niskocząsteczkową grupę dwualkiloaminoalkilową, przy czym w tej ostatniej grupie grupa dwualkiloaminowa może tworzyć pierścień, ewentualnie poprzez atom tlenu lub siarki lub przez grupę iminową podstawioną grupą metylową lub benzylową, a R_1 i R_2 są jednakowe lub różne i oznaczają atomy wodoru lub chlorowca, a także grupy metoksylowe, trójfluorometylowe lub nitrowe, **znamienny tym**, że związek o wzorze ogólnym 2, w którym R, R_1 i R_2 mają podane powyżej znaczenie, poddaje się reakcji z siarkowodorem lub z siarczkami nieorganicznymi.



WZÓR 1



WZÓR 2