

502/90

0392M

A

KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY

14930

56836--

Kivonat

Eljárás tiazolidin<sup>3</sup>származékok acilezésére

ICI AMERICAS INC., Wilmington, Delaware, US

*nemzetközi*

A bejelentés napja: 1989. 10. 27. (PCT/US89/04827)

Elsőbbsége: 1988. 11. 14. (270,913) US

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US89/04827

A találmány szerinti eljárással (I) általános képletű vegyületeket állítanak elő - a képletben

R halogén-alkil-csoportot,

R<sup>1</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot és

R<sup>2</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot jelent -,

oly módon, hogy egy (II) általános képletű vegyületet - a képletben R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> a fenti jelentésű - puffer jelenlétében, amely valamilyen gyenge bázis vagy sav sója lehet, (III) általános képletű sav<sup>4</sup>halogeniddel - a képletben X halogénatom és R a fenti jelentésű - reagáltatnak ~~körülbelül~~ 0 °C és ~~körülbelül~~ 15 °C közötti hőmérsékleten, ahol a puffer a (II) általános képletű vegyület mennyiségére számítva ~~körülbelül~~ 50 • ~~körülbelül~~ 250 mol% mennyiségben van jelen, hogy a pH-t ~~körülbelül~~ 5 és ~~körülbelül~~ 12 között tartsa.

508/90

0392M

A

KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY

14600

Képviselő:

GÖDÖLLE, KÉKES, MÉSZÁROS & SZABÓ  
Szabadalmi Ügyvivői Munkaközösség  
Mészáros Enikő  
szabadalmi ügyvivő

56836-3

NR705 C07D 277/04

Eljárás tiazolidin-származékok acilezésére

ICI AMERICAS INC., Wilmington, Delaware, US

Feltalálók: KERLINGER Nancy, Lafayette, California, US  
GLESS Richard D., Oakland, California, US

A bejelentés napja: 1989. 10. 27. (~~PCT/US89/04827~~)

Elsőbbsége: 1988. 11. 14. (270,913) US

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US89/04827.

A nemzetközi közzététel száma: WO 90/05725

A találmány tárgya eljárás tiazolidin-származékok acil-halogenidekkel történő acilezésére, bizonyos bázisok jelenlétében.

Az (I) általános képletű, szubsztituált tiazolidin-származékok, amelyeknek a képletében

R halogén-alkil-csoportot és

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot jelent,

különböző herbicidekkel együtt alkalmazva antidotumként hatnak, megvédik a haszonnövényeket a károsodástól. Ilyen vegyületeket ismertetnek például az US 4,319,031 számú

szabadalmi leírásban. Bizonyos növények, így haszonnövények megvédhetők a tiokarbamát-típusu herbicidek önmagukban vagy más herbicidekkel együtt történő alkalmazásakor tapasztalható károsító hatástól, ha a talajhoz egy (I) általános képletű vegyület nem-fitotoxikus, antidotum hatást kifejtő mennyiségét adják.

Az irodalom szerint ezeket a szubsztituált tiazolidin-származékokat úgy állítják elő, hogy egy olyan (I) általános képletű vegyületet, amelynek a képletében a  $-C(O)-R$  csoport helyett hidrogénatom áll, vagy

a) egy  $X-C(O)-R$  általános képletű sav-halogeniddel reagáltatnak - a képletben X halogénatomot jelent - nátrium-hidroxid vagy más lúgos anyag jelenlétében (Schotten-Baumann reakció), vagy

b) egy  $X-C(O)-R$  általános képletű sav-halogeniddel hoznak reakcióba - a képletben X halogénatomot jelent - valamilyen bázis, így trietil-amin jelenlétében.

Ezeknek a reakcióknak a hátránya azonban az, hogy alacsony a kitermelés, az a) reakció esetén körülbelül 65 % vagy ennél kisebb, a b) reakció esetén 50 % alatti.

Ismert továbbá egy eljárás más diklór-acetamidok előállítására (GB 692,165 számú szabadalmi leírás, Chem. Abstracts, (1954.), 48., 8260g), amely szerint klorált vizes nátrium-karbonátban nátrium-cianiddal reagáltatnak. Ha azonban ezt az eljárást a fenti tiazolidin-származékok előállítására kívánjuk alkalmazni, csak kismennyiségű kivánt diklór-acetil-tiazolidin keletkezik, a fő termék diacetil-diszulfid.

A találmány eljárást biztosít acilezett, szubsztituált tiazolidin-származékok meglepően magas kitermeléssel történő előállítására oly módon, hogy a kiindulási anyagot valamilyen puffer-vegyület jelenlétében acil-halogeniddel reagáltatjuk. A találmány szerinti eljárás egy további foganatosítási módja szerint a terméket tovább tisztítjuk egy erős bázissal való mosással.

Közelebbről, a találmány tárgya eljárás (I) általános képletű vegyületek előállítására - a képletben R halogén-alkil-csoportot,

R<sup>1</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot és

R<sup>2</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot jelent -

oly módon, hogy egy (II) általános képletű vegyületet - a képletben R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> a fenti jelentésű - puffer jelenlétében (III) általános képletű sav-halogeniddel reagáltatunk, a képletben X halogénatom és R a fenti jelentésű.

A találmány szerinti eljárásban pufferként minden olyan anyag használható, amely biztosítja azt, hogy a reakcióelegy pH-értéke ne változzon és amely a pH-értéket a kívánt tartományban tartja. Ilyen pufferanyagok általában gyenge savak vagy bázisok sói, ilyenek a foszfátok, karbonátok, borátok, acetátok és az ammónium-sók. A találmány szerinti eljárásban alkalmazható pufferek közé tartozik a nátrium-karbonát, nátrium-hidrogén-karbonát, kálium-karbonát, nátrium-foszfát, nátrium-ortofoszfát, kálium-foszfát, kalcium-hidroxid, borax és hasonlók, a pufferek körét azonban nem kívánjuk ezekre korlátozni. Minthogy a találmány szerinti eljárásban az előnyös pH-tartomány lúgos, a puffert előnyösen a bázikus pufferek közül választjuk.

A puffer a reakcióelegyben olyan mennyiségben van jelen, amely az elegy pH-értékét a kívánt pH-tartományban tartja. Az egyes esetekben alkalmazott mennyiséget nagyrészt a gyártóberendezés szükséglete szabja meg. A mennyiség meghatározásához figyelembe vett tényezők közé tartozik a puffer ára, a visszanyerési költségek, a kívánt pH-tartomány és a rendszer kapacitása. Eltekintve ezektől a megfontolásoktól, a puffer mennyisége nem kritikus és széles határokon belül változtatható. Az a legelőnyösebb, ha olyan puffermennyiséget használunk, amely a (II) általános képletű tiazolidin kiindulási anyagra számítva körülbelül 50 és körülbelül 250 mol% közötti, előnyösen körülbelül 80 és körülbelül 200 mol% közötti.

Azt tapasztaltuk, hogy optimális eredményeket 12-es vagy ennél alacsonyabb pH-értéken érünk el. Ha a pH-érték a reakció jelentős része alatt körülbelül 12 fölötti, a pH-érték növekedésével a kitermelés csökken. Így az előnyös pH-

tartomány körülbelül 2 és körülbelül 12 közötti, előnyösen körülbelül 5 és körülbelül 11 közötti, különösen körülbelül 7 és körülbelül 10 közötti.

Az eljárást széles hőmérséklettartományban sikeresen megvalósíthatjuk. A reakcióhőmérséklet körülbelül  $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$  és körülbelül  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  között változhat. A hőmérséklet szabályozása azonban gyakran kívánatos, minthogy körülbelül  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  alatti hőmérsékleten magas kitermelés érhető el. Az előnyös reakcióhőmérséklet-tartomány körülbelül  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  és körülbelül  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$  közötti, előnyösen körülbelül  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$  és körülbelül  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  közötti. A hőmérsékletszabályozást az irodalomból ismert szokásos módokon, külső hűtéssel valósíthatjuk meg, például jégfürdő, hűtőkigyó, hűtőköpeny és hasonlók segítségével.

Az eljárás megvalósításakor alkalmazott nyomás nem kritikus, de az eljárás széles nyomástartományban megvalósítható, csak a gazdaságossági szempontokat és a szerkezeti anyagokat kell figyelembe venni. Az a legkényelmesebb azonban, ha a reakciót közelítőleg légköri nyomáson végezzük.

Maximális hatásfok elérése céljából a reagáltatást előnyösen főlőslegben lévő sav-halogeniddel végezzük. Míg a főlősleg mennyisége kizárólag gazdaságossági kérdés, így a nyersanyagköltségeknek és a visszanyerés költségeinek a kérdése, a reagáltatást a legelőnyösebben körülbelül legfeljebb 35 % sav-halogenid főlősleggel valósítjuk meg.

Bár a reakció lejátszódik további vízmennyiség beadagolása nélkül, azaz annak a víznek a jelenlétében, ami a (II) általános képletű kiindulási anyagban lehet jelen, általában előnyös, ha a kezelés megkönnyítése és a reagensek érintkezésének a megjavítása céljából a reakciót víz jelenlétében végezzük, ez nagyobb hozamokat eredményez és kisebb mennyiségű sav-halogenid kiindulási anyagra van szükség. A reakcióelegyben jelenlevő víz mennyisége nem kritikus, 1 g tiazolidin kiindulási anyagra számítva körülbelül 0,1 és körülbelül 20,0 g közötti, előnyösen körülbelül 1,0 és 5,0 g közötti lehet.

A találmány szerinti eljárás megvalósításakor sokféle oldószert alkalmazhatunk. Bármilyen közömbös oldószert használhatunk, például az alábbiakat: alifás vegyüle-

teket, például hexánt vagy oktánt, aromás vegyületeket, például benzolt toluolt, xilolt vagy mezitilént, klórozott alifás vagy aromás vegyületeket, például metilén-kloridot, etilén-dikloridot vagy klór-benzolt, étereket, például 1,2-dimetoxi-etánt, dietil-étert, tetrahidrofuránt vagy 1,4-dioxánt, ketonokat, például acetont vagy metil-izobutilketont és nitrileket, például acetonitrilt vagy butironitrilt, az oldószeres körét azonban nem kívánjuk ezekre korlátozni.

A találmány szerinti reakcióval acilezett tiazolidin-származékokat a szokásos módokon nyerhetjük ki a reakcióelegyből.

A találmány szerinti eljárás egy előnyös foganatosítási módja szerint a terméket tisztító lépésként egy erős bázissal mossuk. Így a reakció teljessé válása után az acilezett tiazolidin-származékokat tovább kezelhetjük egy erős bázissal, így nátrium-hidroxiddal, ammónium-hidroxiddal vagy kálium-hidroxiddal, ily módon nagyon tiszta végterméket kapunk.

A leírásban és az igénypontokban használt "halogén-alkil-csoport" kifejezés olyan egyenes vagy elágazó szénláncu alkilcsoportra vonatkozik, amely egy vagy több halogénatommal van helyettesítve. Ilyen halogénatom előnyösen a bróm-, klór- és fluoratom.

A találmány szerinti eljárás különösen alkalmas olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyeknek a képletében

- R            1-10 szénatomos halogén-alkil-csoportot,  
 R<sup>1</sup>          hidrogénatomot vagy 1-4 szénatomos alkilcsoportot és  
 R<sup>2</sup>          hidrogénatomot vagy 1-4 szénatomos alkilcsoportot képvisel.

A fenti vegyületcsoporton belül bizonyos vegyületek különösen előnyösek.

R jelentésében előnyösek az 1-5 szénatomos, egyenes vagy elágazó szénláncu, 1-3 halogénatommal szubsztituált csoportok. Előnyös halogénatom a bróm- és klóratom.

R<sup>1</sup> jelentésében előnyös a metil- és etilcsoport.

R<sup>2</sup> jelentésében előnyös a hidrogénatom, metil- és etilcsoport.

A találmány szerinti eljárást az alábbi példákkal szemléltetjük. Ezek a példák csak a szemléltetésre szolgálnak, a találmány oltalmi körét nem korlátozzák.

1. példa

2,2-Dimetil-N-diklór-acetil-1,3-tiazolidin előállítás

84,4 g (0,80 mol) nátrium-karbonát, 204 ml (11,4 mol) víz és 1,56 liter (14,7 mol) toluol elegyét jégfürdőben 2 °C-ra hűtjük és hozzáadunk 146,5 g (1,00 mol) 80 t% tisztaságú vizes 2,2-dimetil-1,3-tiazolidint (117,2 g hatóanyag). Ezután a reakcióelegyhez gyors keverés közben 65 perc alatt fecskendően át hozzáadunk 162,1 g (1,10 mol, Aldrich) diklór-acetil-kloridot, miközben az elegy hőmérsékletét 2 és 3 °C között tartjuk. A reakció folyamán gáz fejlődik, további szilárd anyag keletkezik és a szerves fázis halvány sárgára színeződik. 7,4 perc alatt ugyanolyan sebességgel további 12,3 g (0,083 mol) diklór-acetil-kloridot adunk a reakcióelegyhez. Az elegyet 20 percen át keverjük, majd további 13,7 g (0,093 mol) diklór-acetil-kloridot adagolunk be ugyanolyan sebességgel. A reakcióelegyet 1 órán keresztül tovább keverjük, ezután 25 °C-ra melegítjük oly módon, hogy a jégfürdőt 35 °C hőmérsékletű fürdőre cseréljük. A felmelegítés hatására az előzőleg elkülönülő folyadékfázis emulziót képez, amely diszpergálódik, amikor 300 ml vizet adunk az elegyhez a szerves szilárd anyagok feloldása céljából. A fázisokat elválasztjuk és a toluolos oldatot két alkalommal, 80-80 ml 20 %-os vizes nátrium-hidroxid-oldattal mossuk. Az N,S-bisz(diklór-acetil)-ciszteamin melléktermék %-os mennyiségét 10,8 %-ról 1 % alá csökkentjük (HPLC módszerrel meghatározva). Ezután a toluolos oldatot 167 ml 3n sósav-oldattal mossuk. A fázisokat elválasztjuk és a szerves fázist csökkentett nyomáson 3 óra alatt bepároljuk, így 210,7 g 94,0 t% tisztaságú terméket kapunk (86,8 % korrigált kitermelés), amelynek az olvadáspontja 100-108 °C (C. táblázat, 1. számú vegyület).

## 2. példa

2,2-Dimetil-N-diklór-acetil-1,3-tiazolidin előállítására különböző szervetlen bázisokkal és oldószerekkel és összehasonlításként egy erős bázissal, nátrium-hidroxiddal

6,0 g (0,051 mol) 2,2-dimetil-1,3-tiazolidin, 100 ml oldószer és 70 ml víz elegyéhez hozzáadjuk a vizsgálandó bázist. Ezután a reakcióelegyhez erőteljes keverés közben 67 perc alatt hozzáadjuk 9,8 g (0,067 mol) diklór-acetil-klorid (DCAC) 10 ml oldószerral felhígított oldatát, miközben a reakcióelegy hőmérsékletét körülbelül 2-5 °C-on tartjuk. A reakcióelegyet az adagolás befejezése után további 10 percen át keverjük, majd szükség esetén a szilárd anyagok eltávolítása céljából leszűrjük. A szerves fázist elválasztjuk, a vizes fázist 40 ml metilén-kloriddal mossuk és az egyesített szerves extraktumokat magnézium-szulfát fölért megszárítjuk, majd betöményítjük. Így technikai tisztaságú terméket kapunk (techn. kitermelés). A korrigált 2,2-dimetil-1,3-tiazolidin kitermelést (korr. kitermelés) a technikai tisztaságú termék elemzési eredményéből számítjuk ki. Kiindulási anyagként 80,3 t% tisztaságú, vizes 2,2-dimetil-1,3-tiazolidint használunk, ha mást nem adunk meg. Az eredményeket az alábbi A. táblázatban adjuk meg.

A. táblázat

Bázis (mol%)	DCAC (mol%)	Oldószer	Hőfok (°C)	pH-tartomány	Techn. kiterm.	Tömeg%	Korr. kiterm.
Na <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (180)	130	toluol	2-5	4,5-9	101,5	85,6	86,9
NaHCO <sub>3</sub> (180)	130	toluol	2-4	7-8,5	98,5	86,5	85,2
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (180)	130	toluol	2-5	9-12	100,9	85,7	86,5
Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> (180)	130	toluol	2-4	11-14	91,6	86,4	79,1
NaOH (180)	130	toluol	2-5	12-14	49,7	88,9	44,2
K <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> <sup>a</sup> (220)	131	EDC <sup>b</sup>	1-3	7-12	99,7	79,2	87,0
Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> <sup>a</sup> (165)	131	hexán/ aceton	2-4	10-12	90,8	78,1	78,1

## Megjegyzés:

<sup>a</sup> 90,8 t% tisztaságú 2,2-dimetil-1,3-tiazolidint használunk

<sup>b</sup> EDC = etilén-diklorid

## 3. példa

2,2-Dimetil-N-diklór-acetil-1,3-tiazolidin előállítására bázisként trietil-amint használva

Ez a példa az US 3,989,503 számú szabadalmi leírásban szereplő eljárás (3. példa) megismétlése, az ott megadott kitermelés 25 %.

50 ml etilén-dikloridban feloldunk 7,5 g (0,064 mol) 2,2-dimetil-1,3-tiazolidint és 9,0 g (0,089 mol) trietil-amint. A keletkező oldatot jégfürdőben 3 °C-ra hűtjük, és mágneses keverővel való keverés közben 80 perc alatt fecskendőn át hozzáadunk 20 ml etilén-dikloriddal felhígított 10,3 g (0,07 mol) diklór-acetil-kloridot, miközben az elegy hőmérsékletét 2-4 °C-on tartjuk. Az adagolás befejezése után a reakcióelegyet további 15 percen át keverjük. Ezután 2 x 20 ml vízzel és 2 x 20 ml 5 %-os vizes sósavoldattal mossuk, magnézium-szulfát fölötte megszáritjuk és 40 °C hőmérsékleten és 2,67 kPa nyomáson betöményítjük. Így 76 %-os technikai kitermeléssel kapjuk a barna színű, gumiszerű terméket. Ez az anyag 52,1 t% tisztaságú, ez 39,6 % kitermelésnek felel meg.

## 4. példa

Ez a példa is a 3. példában szereplő reakciót mutatja be, azonban az irodalomból ismert Schotten-Baumann reakció tipikus körülményei között valósítjuk meg, bázisként nátrium-hidroxidot használva 2,2-dimetil-N-diklór-acetil-1,3-tiazolidin előállítására.

50 ml toluolban feloldunk 7,5 g (0,064 mol) 2,2-dimetil-1,3-tiazolidint és 16 ml 20 %-os vizes nátrium-hidroxid-oldatot (0,096 mol). A keletkező oldatot jégfürdőben 4 °C-ra hűtjük és mágneses keverővel való keverés közben 80 perc alatt fecskendőn keresztül hozzáadunk 10,3 g (0,07 mol) diklór-acetil-kloridot, miközben az elegy hőmérsékletét 4-5 °C-on tartjuk. Az adagolás befejezése után a reakcióelegyet további 15 percen át keverjük, majd 2 x 30 ml vízzel mossuk, magnézium-szulfát fölötte megszáritjuk és 40 °C hőmérsékleten és 2,67 kPa nyomáson betöményítjük. Így 83,8 % technikai kitermeléssel kapjuk a terméket sárgásbarna színű, gumiszerű anyag alakjában. Ez az anyag az elemzés szerint 77,7 t%

tisztaságu, ez 65,1 %-os kitermelésnek felel meg.

5. példa

Ez a példa egy puffer, a kálium-karbonát hatását mutatja az irodalomból ismert nátrium-hidroxid bázis alkalmazásával szemben 2,2-dimetil-N-diklór-acetil-1,3-tiazolidin előállításakor. A példa a hőmérséklet és a bázis (puffer vagy nátrium-hidroxid) mennyiségének a hatását is szemlélteti.

Az 1. példa szerinti módon eljárva (azonban a nátrium-hidroxidos tisztító lépés nélkül) 2,2-dimetil-1,3-tiazolidint kálium-karbonát vagy nátrium-hidroxid jelenlétében diklór-acetil-kloriddal reagáltatunk, a mennyiségeket és a hőmérséklet értékeket az alábbi B. táblázatban adjuk meg. Az eredmények statisztikai elemzése azt mutatja, hogy a kálium-karbonát alkalmazásának a hatására jelentősen megnőtt a kitermelés és alacsonyabb reakcióhőmérséklet alkalmazása mindegyik bázis esetében valamivel növelte a kitermelést.

B. táblázat

Bázis	Hőmérséklet (°C)	Bázis (mol%)	Techn. kiterm.	Tömeg%	Korr. kiterm.
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	80	99,9	87,7	87,6
NaOH	4	200	89,5	87,4	78,2
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	25	80	98,1	83,8	82,2
NaOH	26	200	86,6	76,5	66,3
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	5	150	101,2	87,2	88,2
NaOH	5	300	86,3	85,8	74,0
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	25	150	95,0	85,0	80,8
NaOH	26	303	72,3	90,5	65,5

6. példa

Az 1. példa szerinti módon eljárva szubsztituálatlan, 2-monoszubsztituált vagy 2,2-diszubsztituált 1,3-tiazolidineket reagáltattunk a megfelelő sav-halogenidekkel, így a C. táblázatban felsorolt, halogénezett acilcsoporttal rendelkező 1,3-tiazolidin-származékokat kaptuk.

## C. táblázat

## (I) általános képletű vegyületek

Vegyület száma	<u>R</u>	<u>R<sup>1</sup></u>	<u>R<sup>2</sup></u>
1.	Cl <sub>2</sub> CH-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
2.	Cl <sub>3</sub> C-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
3.	Br <sub>2</sub> CH-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
4.	CH <sub>3</sub> CHBr-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
5.	BrCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
6.	BrCH <sub>2</sub> CHBr-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
7.	ClCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
8.	CH <sub>3</sub> CH(Cl)CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
9.	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CHBr-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
10.	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CHBr-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
11.	BrCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
12.	Cl <sub>2</sub> CH-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
13.	CH <sub>3</sub> CHBr-	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
14.	BrCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
15.	ClCH <sub>2</sub> -	-CH <sub>3</sub>	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>
16.	Cl <sub>2</sub> CH-	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
17.	Br <sub>2</sub> CH-	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
18.	BrCH <sub>2</sub> CHBr-	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	-CH <sub>3</sub>
19.	Cl <sub>2</sub> CH-	-H	-H

Vegyület száma	<u>R</u>	<u>R'</u>	<u>R''</u>
20.	BrCH <sub>2</sub> -	H-	H-
21.	CH <sub>2</sub> CHBr-	H-	H-
22.	BrCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	H-	H-
23.	BrCH <sub>2</sub> CHBr-	H-	H-
24.	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CBr-	H-	H-
25.	ClCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	H-	H-

Bár a találmányt a fentiekben részletesen leirtuk, az eljáráson természetesen számos módosítást végezhetünk anélkül, hogy a találmány oltalmi körétől eltérnénk. A példák tehát csak szemléltetésül szolgálnak, az oltalmi kört nem korlátozzák.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására - a képletben

R halogén-alkil-csoportot,

R<sup>1</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot és

R<sup>2</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot jelent -,

azzal j e l l e m e z v e , hogy egy (II) általános képletű vegyületet - a képletben R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> a fenti jelentésű - puffer jelenlétében, amely valamilyen gyenge bázis vagy sav sója lehet, (III) általános képletű sav-halogeniddel - a képletben X halogénatom és R a fenti jelentésű - reagáltunk körülbelül 0 °C és körülbelül 15 °C közötti hőmérsékleten, ahol a puffer a (II) általános képletű vegyület mennyiségére számítva körülbelül 50 - körülbelül 250 mol% mennyiségben van jelen, hogy a pH-t körülbelül 5 és körülbelül 12 között tartsa.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e , hogy pufferként valamilyen gyenge bázis sóját alkalmazzuk.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e , hogy sóként karbonátot vagy foszfátot alkalmazunk.

4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal j e l l e m e z v e , hogy a reagáltatást körülbelül 2 °C és körülbelül 10 °C közötti hőmérsékleten végezzük.

5. Eljárás az (I) általános képletű vegyületek előállítására és tisztítására - a képletben

R halogén-alkil-csoportot,

R<sup>1</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot és

R<sup>2</sup> hidrogénatomot vagy rövidszénláncu alkilcsoportot jelent -,

azzal j e l l e m e z v e , hogy

egy (II) általános képletű vegyületet - a képlet-

ben R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> a fenti jelentésű - puffer jelenlétében, amely valamilyen gyenge bázis vagy sav sója lehet, (III) általános képletű sav-halogeniddel - a képletben X halogénatom és R a fenti jelentésű - reagáltatunk körülbelül 0 °C és körülbelül 15 °C közötti hőmérsékleten, ahol a puffer a (II) általános képletű vegyület mennyiségére számítva körülbelül 50 és körülbelül 250 mol% mennyiségben van jelen, hogy a pH-t körülbelül 5 és körülbelül 12 között tartsa és

a nyersterméket egy erős bázissal mossuk, amely nátrium-hidroxid, ammónium-hidroxid vagy kálium-hidroxid lehet.

6. Az 1. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyeknek a képletében

R 1-10 szénatomos halogén-alkil-csoport,

R<sup>1</sup> hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport és

R<sup>2</sup> hidrogénatom vagy 1-4 szénatomos alkilcsoport,

azzal j e l l e m e z v e , hogy megfelelően helyettesített kiindulási anyagokat alkalmazunk.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyeknek a képletében

R 1-5 szénatomos halogén-alkil-csoport, amely 1-3 halogénatommal van helyettesítve és a halogénatom bróm- vagy klóratom,

azzal j e l l e m e z v e , hogy megfelelően helyettesített kiindulási anyagokat alkalmazunk.

8. A 7. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyeknek a képletében

R<sup>1</sup> metil- vagy etilcsoport és

R<sup>2</sup> hidrogénatom, metil- vagy etilcsoport,

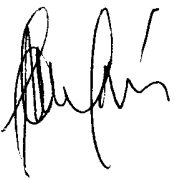
azzal j e l l e m e z v e , hogy megfelelően helyettesített kiindulási anyagokat alkalmazunk.

9. A 8. igénypont szerinti eljárás olyan (I) általános képletű vegyületek előállítására, amelyeknek a képletében


R diklór-metil-csoport és

14500  
56036-7

R<sup>1</sup> és R<sup>2</sup> metilcsoport,  
azzal j e l l e m e z v e , hogy megfelelően helyettesi-  
tett kiindulási anyagokat alkalmazunk.

1 oldal alra  


A meghatalmazott

  
GÖDÖLLE, KÉKES, MÉSZÁROS & SZABÓ  
Szabadalmi Ügyvívői Munkaközösség  
Mészáros Enikő  
szabadalmi ügyvívő

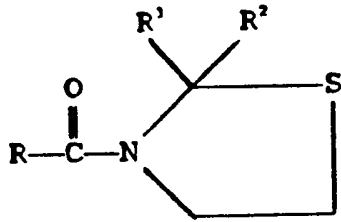
508/90 A

KÖZZÉTÉTELI  
PÉLDÁNY

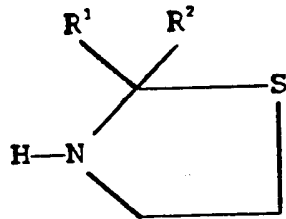
14538

50 836

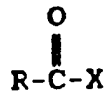
1/1



(I)



(II)



(III)