



HU000228367B1

(19) **HU****MAGYARORSZÁG**
Szellemi Tulajdon Nemzeti Hivatala(11) Lajstromszám: **228 367**(13) **B1**

SZABADALMI LEÍRÁS

(21) A bejelentés ügyszáma: **P 00 03988**(22) A bejelentés napja: **1998. 10. 13.**(40) A közzététel napja: **2002. 01. 28.**(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlöny és Védjegyértesítőben: **2013. 03. 28.**(51) Int. Cl.: **C07D 333/38** (2006.01)(86) A nemzetközi (PCT) bejelentési szám:
PCT/US 98/21526(87) A nemzetközi közzétételi szám:
WO 9919321

(30) Elsőbbségi adatok: 60/061,972 1997. 10. 14. US	(73) Jogosult(ak): Monsanto Technology LLC, St. Louis, Missouri (US)
(72) Feltaláló(k): Fevig, Thomas L., Wildwood, Missouri (US) Lau, Patrick H., Chesterfield, Missouri (US) Phillips, Wendell G., Wildwood, Missouri (US)	(74) Képviselő: ifj. Szentpéteri Ádám, S.B.G. & K. Budapesti Nemzetközi Szabadalmi Iroda, Budapest

(54) **A 3-karbometoxi-4,5-dimetil-tiofén előállítása**

(57) Kivonat

A tioféngyűrűs fungicidek 3-karbometoxi-4,5-dimetil-tiofén előanyagból készíthetők el. Ez a vegyület és a vele rokon vegyületek előállíthatók egy α -merkaptoketonnak, például a 3-merkaptó-2-butanonnak egy akriláttal, például metil-3-metoxi-akriláttal alkoxid bázis, például nátrium-metoxid (NaOMe) jelenlétében történő reagáltatásával, mely eredményeként egy helyettesített tetrahidrotiofént nyernek, amit savas kezeléssel aromás tiofénné alakítanak. A helyettesített tetrahidrotiofén új vegyület.

A 3-karbometoxi-4,5-dimetil-tiofén előállítása

A találmány általában a helyettesített tiofének, közelebbről a 3-karbometoxi-4,5-dimetil-tiofén előállításával foglalkozik, ami a fungicidek egy csoportjának előanyaga. Más szempontból a találmány egy olyan új vegyülettel foglalkozik, ami a tiofén-köztesanyagok előanyaga.

A szóban forgó előanyagból előállítható egyik gombaölő a 4,5-dimetil-N-2-propenil-2-(trimetil-szilil)-3-tiofén-karboxamid, melyet új vegyületként az 5 486 621 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalom véd. A szabadalom a vegyületnek két előállítási módját adja meg. Egy másik eljárást az 5 498 630 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalom írja le, mely általában a növények tórsgombás betegsége ellen alkalmazza a fungicidet. Egy rokon tiofén gombaölőt ír le a 271. példájában, megadva ennek a vegyületnek az előállítási módszerét.

A tiofén vegyületek előállításának számos módszere ismert. A jelen találmány módszerével rokon eljárást ír le például G. M. Coppola, R. E. Damon és H. Yu [Synlett 1995 (nov.) 1143. old.]. Az eljárás szerint egy α -merkaptó-ketont reagáltatnak bázis jelenlétében egy foszforral szubsztituált akriláttal egy szubsztituált dihidrotiofén gyűrűt nyerve, melyből előállítható a megfelelő aromás tioféngyűrű. Úgy vélték, hogy a cikloaddíciós reakció létrejöttéhez szükség van a foszfort tartalmazó 2-es helyen lévő csoport meglétére. Úgy találtuk, hogy ez nem szükséges, hanem a reakció bizonyos bázisok jelenlétében lejátszódhat, amikor a 3-as hely szubsztituált. Amint az alábbi

leírásból kitűnik, az új módszer különféle szubsztituensekkel helyettesített tioféngyűrűk előállítására alkalmas, beleértve a cím szerinti vegyületet is.

A találmány egyik tárgya új eljárás helyettesített tioféngyűrűk és származékaik, például az 5 486 621 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalomban leírt fungicid előállítására. Az új eljárásnál aprotikus oldószerben, például toluolban egy α -merkaptó-ketont, például 3-merkaptó-2-butanont - amit in situ állítunk elő egy α -halogén-ketonból, például 3-klór-butanonból - egy akriláttal, például metil-3-metoxi-akriláttal reagáltatunk egy alkoxid bázis, például nátrium-metoxid jelenlétében. A reakciótermék egy helyettesített tetrahidrotiofén, ami savas kezeléssel aromás tiofénné alakítható. A reakciófolyamatot az 1. ábrán mutatjuk be; az ábrán szereplő általános képletekben R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, adott esetben helyettesített alkil-, adott esetben helyettesített arilcsoport, vagy az R_1 és R_2 csoport egy 5-7-tagú gyűrűt képeznek; X jelentése alkalmas leváló csoport, például halogénatom (klór-, bróm-, jódatom) vagy metánszulfonil-oxi-csoport; R_3 jelentése hidrogénatom, adott esetben helyettesített alkil-, adott esetben helyettesített arilcsoport; Z jelentése CN képletű vagy CO_2R_4 általános képletű csoport, melyen belül R_4 jelentése adott esetben helyettesített alkil-, adott esetben helyettesített arilcsoport, hidrogén-, nátrium-, lítium-, káliumatom vagy NH_4^+ képletű csoport; A jelentése alkoxics csoport, előnyösen 1-6 szénatomos, elágazó vagy egyenes láncú alkoxics csoport.

A találmány egy másik tárgya eljárás 4,5-dimetil-N-2-propenil-2-(trimetil-szilil)-3-tiofén-karboxamid, valamint az olyan rokonvegyületeik előállítására, ahol a propenilcsoport helyett 2-4 szénatomos, elágazó vagy egyenes alkilcsoport található.

A találmány egy további tárgya az 1. ábra reakciófolyamatában bemutatott tiofén köztesanyag előanyaga.

A szubsztituált tiofénvegyület kénatomját a (III) általános képletű merkaptó-keton szolgáltatja, ahol a képletben R_1 és R_2 jelentése a fentiekben meghatározott.

Az előnyös vegyületeket a szubsztituáltság határozza meg, melynek egyik kívánalma a tiofén 4-es és 5-ös helyeire vonatkozik. Másfelől, ezek azok a szubsztitúciós állapotok lehetnek, melyek azoknál a fungicideknél vagy más vegyületeknél kívánalmak, melyekhez a tiofén köztesanyagként szolgál. Az R_1 és R_2 csoportokat úgy is megválaszthatjuk, hogy azok segítsék elő kicserélésüket a végterméknél megkívánt szubsztituensekre.

Előnyös megvalósítási módnál R_1 és R_2 jelentése metilcsoport. A merkaptó-ketonokra további példa a (IV) és (V) képletű vegyület, nem korlátozva csak ezekre.

A jelen találmányban alkalmazott merkaptó-ketonok jól ismertek az irodalomban. Általában úgy állítjuk elő őket, hogy oldószerben egy megfelelő halogénezett ketont [R. Dubief, Y. Robbe, J.-P. Fernandez, G. Subra, A. Terol, J.-P. Chapat, H. Sentenac-Roumanon és M. Fatome, J. Med. Chem. - Chim. Ther., 21(6):461 (1986)] nátrium-hidrogén-szulfiddal (NaSH) vagy más kénforrásként szolgáló vegyülettel reagáltatunk vagy a ketont ammóniával és elemi kénnel [F. Asinger, M. Thiel és J. Kalzendorf, Liebigs Ann. Chem., 610:25 (1957)] reagáltatjuk. Bizonyos esetekben, például a 3-merkaptó-2-butanon alkalmazásánál, a merkaptánok izolált hozama alacsony, mert a tisztítás során a termék bomlik. Úgy találtuk, hogy a jelen találmány szempontjából a merkaptó-ketonok, például a 3-merkaptó-2-butanon előnyösen előállíthatók α -halogén-ketonokból, például 3-klór-2-butanonból egy kétfázisú, vízből és egy nem-poláris szerves oldószerből, például toluolból vagy heptánból álló rendszerben nátrium-hidrogén-szulfid jelenlétében. A fázisok szétválasztása után a merkaptó-keton terméket magas hozammal és tisztasággal kapjuk meg a szerves fázisban oldva, ezáltal elkerüljük a tisztítással kapcsolatos bomlást. Az akrilvegyülettel való reagáltatás előtt a merkaptó-keton-oldatból a vizet különféle módon távolíthatjuk el, például azeotrópos desztillációval vagy vízmegkötő szerekkel, ami lehet molekulaszita, kalcium-klorid vagy nátrium-szulfát.

A helyettesített tiofén előállításánál használt második vegyület, melyet a merkaptó-ketonhoz adunk, egy (VI) általános képletű akrilvegyület, ahol R_3 és Z jelentése azonos a fentebb tett meghatározásokkal, $\underline{A}$ jelentése alkoxicsoport.

Úgy gondoltuk, hogy a tioféngyűrű kialakításához szükség van a 2-es helyen egy foszfort tartalmazó csoportra. Úgy találtuk azonban, hogy a reakció a tioféngyűrű jó hozamával végrehajtható, ha egy $\underline{A}$ csoport van a 3-as helyen és katalizátorként egy hatékony bázist használunk. A reaktív $\underline{A}$ csoportra példa az alkoxicsoport.

Előnyös megvalósítási módnál A jelentése metoxicsoport. Reaktív akrilvegyület például a (VII), (VIII) és (IX) képletű vegyület, az említettekre való korlátozás nélkül.

A merkaptó-keton és az akrilvegyület itt leírt reakcióterméke az (I) általános képletű - ahol R_1 , R_2 , R_3 és Z jelentése a fentiekben megadott - helyettesített tiofén.

Bizonyos körülmények között a termék - részben vagy teljesen - a (II) általános képletű tetrahidrotiofén lehet, beleértve valamennyi sztereoizomerjét. Erről úgy véljük, hogy egy új vegyület. Amint az alábbiakból kitűnik, savval reagáltatva ez a vegyület átalakítható tiofénné.

Az α -halogén-keton és az NaSH reakcióját egy kétfázisú, víz/szerves oldószer rendszerben hajthatjuk végre. 1-1,25 egyenértéknyi NaSH vízben készült oldatát (10-30 tömeg%) közömbös gáz alatt összekeverjük egy szerves oldószerrel, például toluollal vagy heptánnal (2-4 egyenértéktömeg) és erőteljesen kevertetjük. Az α -halogén-keton hozzáadásakor a keveréket 0-30°C hőmérsékleten tartjuk. Amikor a reakció teljessé válik (0,5-4 óra), a fázisokat hagyjuk szétválni, és az alsó, vizes fázist eldobjuk. A felső, szerves fázist azeotrópos desztillációval (30-50°C, 100-600 Hgmm) vagy vízmegkötővel, például molekulaszitával, kalcium-kloriddal vagy nátrium-szulfáttal megfelelő időn át (15 perc - 3 óra) szárítjuk.

A merkaptó-keton és az akrilvegyület reakcióját báziskatalizátor jelenlétében végezzük. Ilyen katalizátor lehet például a nátrium-metoxid, nátrium-terc-amilát, káli-

um-terc-amilát és a kálium-terc-butoxid; az erős aminbázis, például a diazabiciklo-undecén; a nátrium-hidrid; vagy az alkálifém-hidroxidok. Előnyös bázis lehet egy alkoxid.

A bázisos katalizátor mennyisége általában 0,025-0,2 egyenértéktömeg a merkaptó-kelet mennyiségéhez viszonyítva. Nagyobb mennyiségű bázisos katalizátornál a keletkezett tiofén hozama alacsonyabb. Az előnyös körülmények között keletkező reakciótermék lényeges része tetrahidrotiofénből áll.

Noha nem elengedhetetlen, hogy a reakciót oldószerben oldott reaktánsokkal végezzük, előnyös szénhidrogén oldószert, például toluolt vagy más protikus oldószert, például klór-benzolt, heptánt vagy xilolt alkalmazni.

A reakciót 0-50°C hőmérsékleten végezhetjük. A tetrahidrotiofénnek tiofénné savas kezeléssel történő átalakítását 0-50°C hőmérsékleten előnyös végrehajtani.

A helyettesített tiofénnek a reakciókeverékből való kinyerésére legalább két mód adódik. Az első esetben a tetrahidrotiofént elválasztjuk a reakciókeveréktől, majd savval reagáltatva tiofénné alakítjuk. A másik eljárásnál a tetrahidrotiofént in situ reagaltatjuk savval, és ezután nyerjük ki a terméket tiofén alakban.

Az első elválasztási eljárás legalább két lépésből áll. A reakciókeveréket híg kénsav hozzáadásával semlegesítjük, majd oldószert, például etil-acetátot adunk hozzá, és elválasztjuk a vizes és a szerves fázist. A reakcióterméket tartalmazó szerves fázist vizes sóoldattal mossuk. A mosott szerves fázist például nátrium-szulfáttal szárítjuk, az oldószert elpároljuk, a szubsztituált tetrahidrotiofén és a szubsztituált tiofén keverékét nyerve. Ezt a keveréket vizes savval, például tömény sósavval, 50 %-os kénsavval vagy 50 %-os foszforsavval vagy egy nem-vizes savval, például vízmentes metánszulfonsavval kezeljük, ezzel átalakítva a tetrahidrotiofént tiofén alakká. Ezután a fenti lépéseket megismételhetjük a tioféntermék kinyerésére.

A második eljárásnál a helyettesített tetrahidrotiofént még az első elválasztás előtt in situ átalakítjuk tiofénné. Először vizes savat, például tömény sósavat vagy 50

%-os kénsavat adunk a reakciókeverékhez, hogy a tetrahidrotiofént tiofénné alakítsuk, majd a vizes és szerves fázist szétválasztjuk, és az oldószert elpároljuk. Végül a nyerterméket tisztított helyettesített tiofénné desztillálhatjuk.

A találmány szerinti termék egy helyettesített tiofén, mely az 5 498 690 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalomban leírt tiofén alapú gombaölő szereknek, és különösen az 5 486 621 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalomban leírt és védett 4,5-dimetil-N-2-propenil-2-(trimetil-szilil)-3-tiofén-karboxamidnak előanyaga. Mindkét megnevezett szabadalom referenciaként itt beépített. Ezek a fungicidok a *Gaeumannomyces graminis* talajgomba okozta növényi betegség ellen használhatók. Ez a gomba bizonyos növények, különösen a gabonafélék, például búza és árpa gyökerét támadja meg.

A tiofén köztesanyag a (VII) általános képlettel írható le, ahol R_1 , R_2 , R_3 és Z jelentése a fentiekben meghatározott.

Az előnyös fungicidnél R_1 és R_2 jelentése metilcsoport, R_3 jelentése trimetil-szilil-csoport (SiMe_3) és Z jelentése $\text{CONH-CH}_2\text{CH=CH}_2$ képletű csoport. Ez általában azzal a kívánnalommal jár, hogy az R_3 csoportot, mely az akril kiindulási vegyületben előnyösen hidrogénatom, trimetil-szilil-csoporttal vagy más kívánt szubsztituenssel cseréljük le. Ez elérhető oly módon, hogy a fenti tiofén köztesanyagot - ahol Z jelentése CO_2Li képletű csoport - erős bázissal, majd trimetil-szilil-kloriddal reagáltatjuk. A Z jelentése általában egy karbonsavas észtercsoport. A karbonsavas észtercsoport megfelelő lítiumsóvá történő hidrolízisével, ezt követő, fent leírt szililezéssel, majd a szokásos módszerekkel végzett amiddá való átalakítással hozzájutunk a kívánt fungicidhez.

1. példa

1,1 egyenértéktömeg nátrium-hidrogén-szulfid vizes oldatát 23,5 tömeg%-os oldattá hígítjuk vízzel. Közömbös gáztérben 3 egyenértéktömeg toluolt adunk az oldat-

hoz, erőteljesen keverjük és 5°C hőmérsékletre hűtjük. 1 egyenértéktömeg 3-klór-2-butanont adunk a keverékhez olyan sebességgel, hogy a hőmérséklete 10°C alatt maradjon. A reagens hozzáadása után a reakciókeveréket 5-10°C hőmérsékleten kevertetjük addig, amíg a gázkromatográfiás (GC) analízis szerint a klór-butanon teljesen el nem használódik (15 perc és 1 óra közötti idő). A kevertetést ekkor leállítjuk, és a fázisokat hagyjuk elválni. 15 perces állás után a vizes fázist elválasztjuk és oxidálószerrel reagáltatjuk, hogy a kéntartalmú vegyületek szagát elvegyük. A felső, kb. 25 tömeg%-ban 3-merkaptó-2-butanont tartalmazó, szerves fázist aktivált 4 Angströmös molekulaszita felett (kb. 35 g/kg oldat) szárítjuk 1 órán át. A 3-merkaptó-2-butanon oldatot a következő reakciólépéshez leöntjük a molekulaszitáról egy másik reakcióedénybe.

2. példa

Az előző lépésnél nyert 3-merkaptó-2-butanon toluolos oldatot (613 g kb. 25 tömeg%-os oldat) 15 g metil-3-metoxi-akrilátot tartalmazó tiszta, száraz reakcióedénybe visszük. A reakciókeveréket 25°C hőmérsékletre melegítjük, erőteljesen kevertetjük és egy adagban hozzáadunk 8,5 g (kb. 0,1 egyenértéktömeg) nátrium-metoxidot. A maradék 151 g metil-3-metoxi-akrilátot olyan sebességgel adjuk a reakciókeverékhez, hogy a hőmérséklete 35°C alatt maradjon (2 óra). A kapott reakciókeveréket hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni, és 21 órán át kevertetjük. 30 perc alatt 88 g tömény sósavat adunk a reakciókeverékhez, ügyelve, hogy a hőmérséklete ne lépje túl a 35°C-t. A kapott reakciókeveréket 2 órán át erőteljesen kevertetjük, majd 73 g vizet adunk hozzá, és a kevertetést 10 percen át folytatjuk. A fázisokat hagyjuk szétválni, 10 perces állás után a vizes fázist eltávolítjuk a reakcióedényből, és a felső, a terméket tartalmazó fázist 100 g 5 %-os nátrium-hidrogén-karbonát oldattal mossuk. 15 perces kevertetés után a fázisokat hagyjuk szétválni. Az alsó vizes fázist elvezetjük, a felső, a terméket tartalmazó fázist átvisszük egy desztilláló berendezésbe. A toluolt 5-tálcsás desztilláló oszlopon 100 Hgmm nyomással ledesztilláljuk. Miután a toluolból és más alacsony for-

ráspontú szennyezésből álló kevés frakciót összegyűjtöttünk, a 3-karbometoxi-4,5-dimetil-tiofén terméket ^{60,00 g Pa} 50 Hgmm nyomáson átdestilláljuk az oszlopon. 202,4 g 98,8 tömeg% tisztaságú terméket nyerünk, ami a 3-klór-2-butanonra számolva 77 %-os, a metil-3-metoxi-akrilátra számolva 82 %-os hozamnak felel meg.

3. példa

A 3-merkaptó-2-butanon és a metil-3-metoxi-akrilát egy-egy egyenértéktömegnyi mennyiségét toluolban oldjuk, és az oldathoz katalizátorként hozzáadunk 0,1 egyenértéktömeg nátrium-metoxidot. A reakciót nitrogéngáz alatt végezzük szobahőmérsékleten 3-4 órán át. Ezután a reakciókeveréket híg kénsav oldathoz öntjük, és etil-ace-táttal extrahálunk. A szerves fázist sósoldattal mossuk, nátrium-szulfát felett szárítjuk, szűrjük és bepároljuk. Termékként megkapjuk a fent leírt tetrahidrotiofén előanyagot, azaz a 2-metoxi-3-karbometoxi-4-hidroxi-4'-metil-5-metil-tetrahidrotiofént.

A tetrahidrotiofént szobahőmérsékleten erőteljes kevertetés mellett tömény sósavval reagáltatjuk. 5 perc eltelte után a reakciókeveréket vízhez öntjük, és etil-ace-táttal extrahálunk. A szerves fázist nátrium-hidrogén-karbonát telített oldatával mossuk, nátrium-szulfát felett szárítjuk, szűrjük és forgó bepárlóban szobahőmérsékleten bepároljuk, megkapva az aromás tiofén terméket, azaz a 3-karbometoxi-4,5-dimetil-tiofént.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás az (I) általános képletű - ahol

R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, alkil-, aril-, helyettesített alkil- vagy helyettesített arilcsoport vagy az R_1 és R_2 által képzett 5-7 tagú gyűrű;

R_3 jelentése hidrogénatom, alkilcsoport, helyettesített alkilcsoport, arilcsoport vagy helyettesített arilcsoport;

Z jelentése CN képletű vagy CO_2R_4 általános képletű csoport, melyen belül R_4 jelentése alkil-, helyettesített alkil-, aril-, helyettesített arilcsoport, hidrogén-, nátrium-, lítium-, káliumatom vagy NH^+_4 képletű csoport -

helyettesített tiofén vegyület előállítására, ami abból áll, hogy

a/1) egy (III) általános képletű - ahol R_1 és R_2 jelentése azonos a fentebb tett meghatározásokkal - merkaptoketont egy (VI) általános képletű - ahol R_3 jelentése azonos a fentebb tett meghatározásokkal; A jelentése alkoxícsoport - akrilvegyülettel reagáltatunk katalizátorként hatásos mennyiségű bázist alkalmazva;

b) savas kezeléssel aromatizálunk; és

c) a helyettesített tiofénvegyületet kinyerjük.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol a merkaptoketont úgy állítjuk elő, hogy

a) egy (X) általános képletű - ahol

R_1 és R_2 jelentése azonos az 1. igénypontban tett meghatározásokkal;

X jelentése alkalmas leváló csoport, például halogénatom (klór-, bróm-, jódatom) vagy metánszulfonil-oxi-csoport -

halogénketont víz/szerves oldószer kétfázisú oldószerrendszerben nátrium-hidrogén-szulfiddal (NaSH) reagáltatunk; és

b) a merkaptoketont szerves oldószeres oldatoként kinyerjük.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, ahol a merkaptoketont szerves oldószeres oldatát azeotróp desztillációval vagy szárítószerrel szárítjuk.

4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol a báziskatalizátor egy alkoxid.

5. A 4. igénypont szerinti eljárás, ahol a nevezett alkoxid nátrium-metoxid, nátrium-terc-amilát, kálium-terc-amilát vagy kálium-terc-butoxid.

6. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol a nevezett reakciót szénhidrogén oldószer jelenlétében hajtjuk végre.

7. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol a reakciót 0-50°C hőmérsékleten hajtjuk végre.

8. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol a nevezett báziskatalizátor mennyisége a merkaptó-ketonhoz viszonyított 0,025-0,2 egyenértéktömeg.

9. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol a (b) lépés abból áll, hogy egy vizes sav hatékony mennyiségét adjuk az (a) reakciólépés termékéhez, hogy a bármennyi jelenlévő tetrahidrotiofént ugyanúgy szubsztituált tiofénné alakítsuk; és

ahol a c) lépés az alábbi lépésekből áll:

c/1) a vizes savból és a (b) lépés reakciótermékéből álló keverék szerves fázisát elválasztjuk;

c/2) a jelen lévő szénhidrogén oldószert elpároljuk, hozzájutva a nyerstermékként szereplő tiofénhez; és

c/3) a nyersterméket desztillálva, megkapjuk a tiszta tiofén terméket.

10. Az 1. igénypont szerinti eljárás, ahol az (a) lépés a további lépésekből áll:

- a/2) az a/1) reakciólépés termékéhez híg kénsavat adunk;
- a/3) a kénsavat és az a/2) reakciólépés termékét tartalmazó keverékhez etil-acetátot adunk;
- a/4) az etil-acetátot, kénsavat és az a/3) reakciólépés termékét tartalmazó keverék szerves fázisát elválasztjuk; és
- a/5) az a/4) lépésnél elválasztott szerves fázist vizes sóoldattal mossuk, a mosott szerves fázist nátrium-szulfáttal szárítjuk, az etil-acetátot és a jelenlévő bármilyen szénhidrogén oldószert elpároljuk, a helyettesített tetrahidrotiofén és a helyettesített tiofén keverékét nyerve;

továbbá, ahol a b) lépés abból áll, hogy az a/5) lépésnél nyert helyettesített tetrahidrotiofénből és helyettesített tiofénből álló keveréket vizes sósavval reagáltatjuk, a helyettesített tetrahidrotiofént helyettesített tiofénné alakítva;

és ahol a c) lépés az alábbi lépésekből áll:

- c/1) az a/5) lépésből származó helyettesített tiofén és vizes sósav keverékhez vizet és etil-acetátot adunk;
- c/2) a c/1) lépésből származó víz/etil-acetát/sósav/tiofén keverék szerves fázisát elválasztjuk;
- c/3) a c/2) lépésnél elválasztott szerves fázist nátrium-hidrogén-karbonát telített vizes oldatával mossuk, nátrium-szulfáttal szárítjuk, és az etil-acetátot elpároljuk, hozzájutva a helyettesített tiofén termékhez.

11. (II) általános képletű tetrahidrotiofén, ahol a (II) általános képletben

R_1 és R_2 jelentése egymástól függetlenül hidrogénatom, alkil-, aril-, helyettesített alkil- vagy helyettesített arilcsoport vagy az R_1 és R_2 által képzett 5-7 tagú gyűrű;

R_3 jelentése hidrogénatom, alkilcsoport, helyettesített alkilcsoport, arilcsoport vagy helyettesített arilcsoport;

Z jelentése CN képletű vagy CO_2R_4 általános képletű csoport, melyen belül R_4 jelentése alkil-, helyettesített alkil-, aril-, helyettesített arilcsoport, hidrogén-, nátrium-, lítium-, káliumatom vagy NH^+ képletű csoport -

A jelentése alkoxics csoport.

A meghatalmazott:

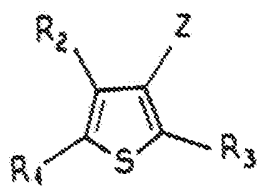
Dr. Szentpéteri Ádám
 Szakpatentíró
 SSGK Szakpatentírói Ügyvivői Iroda
 H-1062 Budapest, Andrássy út 133.
 Telefon: 461-1000 Fax: 461-1000
 Email: szentpeteri@ssgk.hu

Leírás: 12 oldal

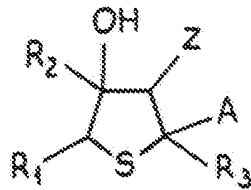
Képek: 1 - 4

10 - 11

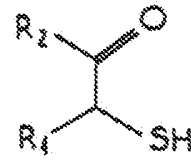
9



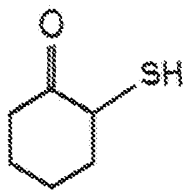
(I)



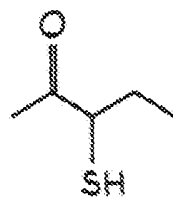
(II)



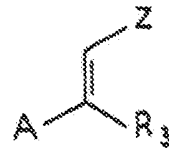
(III)



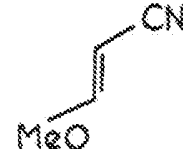
(IV)



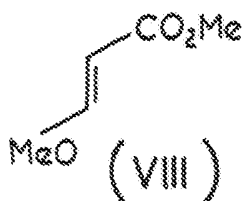
(V)



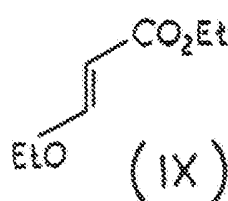
(VI)



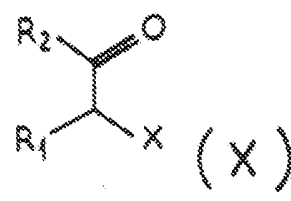
(VII)



(VIII)



(IX)



(X)

1. ábra

