

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4376452号
(P4376452)

(45) 発行日 平成21年12月2日(2009. 12. 2)

(24) 登録日 平成21年9月18日(2009. 9. 18)

(51) Int.Cl.

C O 7 D 285/24 (2006.01)

F I

C O 7 D 285/24

請求項の数 12 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2000-509702 (P2000-509702)	(73) 特許権者	508020155
(86) (22) 出願日	平成10年7月25日 (1998. 7. 25)		ビーエーエスエフ ソシエタス・ヨーロピア
(65) 公表番号	特表2001-515073 (P2001-515073A)		ア
(43) 公表日	平成13年9月18日 (2001. 9. 18)		B A S F S E
(86) 国際出願番号	PCT/EP1998/004664		ドイツ連邦共和国 ルートヴィヒスハーフェン (番地なし)
(87) 国際公開番号	W01999/009019		D-67056 Ludwigshafen, Germany
(87) 国際公開日	平成11年2月25日 (1999. 2. 25)	(74) 代理人	100100354
審査請求日	平成17年7月7日 (2005. 7. 7)		弁理士 江藤 聡明
(31) 優先権主張番号	197 35 682.6	(72) 発明者	メルクレ, ハンス, ルペルト
(32) 優先日	平成9年8月19日 (1997. 8. 19)		ドイツ、D-67061、ルートヴィヒスハーフェン、ブラムシュトラッセ、4
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		

最終頁に続く

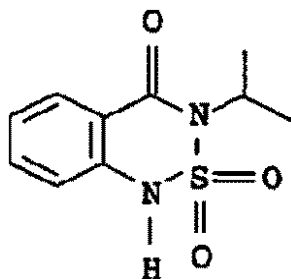
(54) 【発明の名称】 3-イソプロピル-1H-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4 (3H)-オン2, 2-ジオキシド

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

3-イソプロピル-1H-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4 (3H)-オン2, 2-ジオキシド (I) 又は I の塩

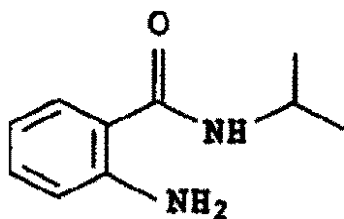
【化 1】



I,

を製造する方法であって、 アントラニル酸イソプロピルアミド I I

【化 2】



II

と、有機塩基の存在下での三酸化硫黄若しくはクロロ硫酸、又は三酸化硫黄と有機塩基の付加物との反応、及びオキシ塩化磷との反応を 50℃～還流温度で同時に行わせることを特徴とする製造方法。

10

【請求項 2】

上記反応後、次いでその塩に転化させる請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

上記反応が溶剤の存在下に行われる請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

アントラニル酸イソプロピルアミドを溶剤中で添加する請求項 1～3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

アントラニル酸イソプロピルアミド、及び三酸化硫黄と有機塩基の付加物を溶剤中で添加する請求項 1～3 のいずれかに記載の方法。

20

【請求項 6】

溶剤として、ハロゲン化炭化水素を使用する請求項 1～5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

溶剤として、1, 2-ジクロロエタンを使用する請求項 1～6 のいずれかに記載の方法。

。

【請求項 8】

有機塩基として、芳香族有機塩基を使用する請求項 1～7 のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

有機塩基として、ピリジン又は置換ピリジンを使用する請求項 1～8 のいずれかに記載の方法。

30

【請求項 10】

有機塩基として、2-ピコリンを使用する請求項 1～9 のいずれかに記載の方法。

【請求項 11】

上記反応を 65～85℃で行う請求項 1～10 のいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

上記処理が連続的に行われる請求項 1～11 のいずれかに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

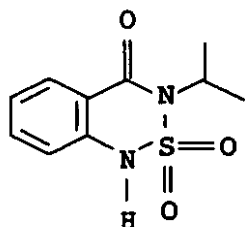
【0001】

本発明は、3-イソプロピル-1H-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン 2, 2-ジオキシド (I) 又は I の塩

40

【0002】

【化 3】



I,

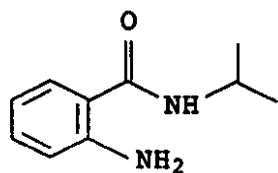
を製造する方法であって、

50

アントラニル酸イソプロピルアミド I I

【0003】

【化4】



II

と、有機塩基の存在下での三酸化硫黄若しくはクロロ硫酸、又は三酸化硫黄と有機塩基の付加物との反応、及びオキシ塩化磷との反応を50℃～還流温度で同時に行わせ、次いで適宜その塩に転化させることを新規な製造方法に関する。

10

【0004】

2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4-オン2, 2-ジオキシド誘導体は、アントラニル酸アミド誘導体を有機塩基の存在下に三酸化硫黄誘導体と0℃～室温で反応させて、対応するスルファミン酸塩を得、次いで環化させることにより得られることが知られている (DE-A2710382)。

【0005】

しかしながら、この方法においては塩又は懸濁液を扱わなければならないため、化合物 I 又はその塩の工業的な製造を複雑にしている。

20

【0006】

さらに、得られる化合物 I 又はその塩の純度は、満足できるものではない。

【0007】

さらに、スルファミン酸塩は高温で不安定であることが知られている。

【0008】

従って、本発明の目的は、簡易で、且つコスト低下に有効であり、そして工業的規模において用いることができる化合物 I 又はその塩の製造方法で、これにより十分な純度の生成物を得ることにある方法を提供する。

【0009】

本発明者等は、上記目的が出発材料を塩基の存在下、50℃～還流温度で同時に反応させる工程を包含する3-イソプロピル-1H-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2, 2-ジオキシド (I) を製造する方法により達成されることを見出した。

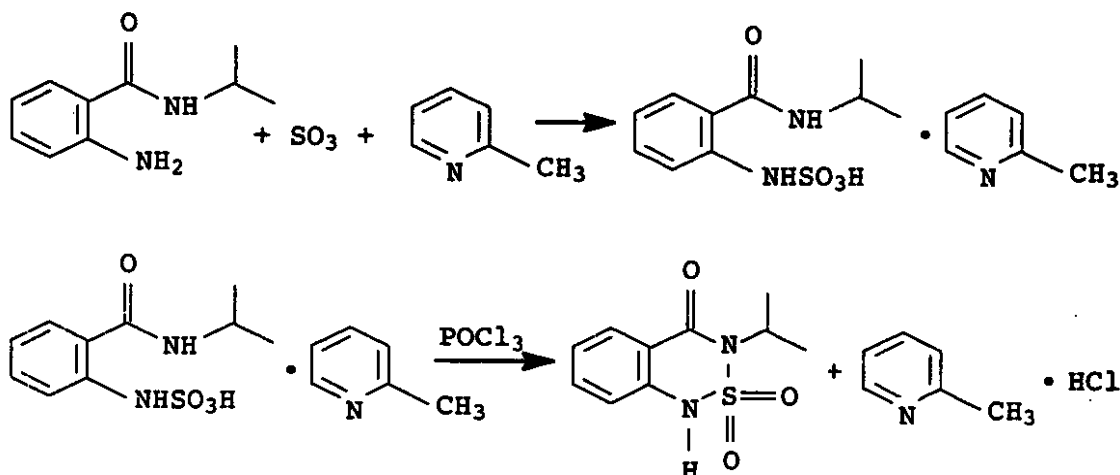
30

【0010】

塩基として2-ピコリンを使用する場合、反応は以下の反応式で表すことができる：

【0011】

【化5】



40

50

【0012】

本発明の方法は、スルファミン酸塩を50℃～還流温度で単一工程においてその場で形成し、直ちに既に存在するオキシ塩化燐を用いて環化して、化合物Iを得る工程を含む。

【0013】

反応は、そのまま(neat)又は溶液中で行うことができる。好適な溶剤は、不活性有機溶剤、例えば脂肪族炭化水素(例えば、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン又はオクタン)、ハロゲン化脂肪族炭化水素(例えば、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、1,2-ジクロロエタン又はジクロロプロパン)、ハロゲン化芳香族炭化水素(例えば、クロロベンゼン又はジクロロベンゼン)、エーテル(例えば、ジエチルエーテル又はメチルtert-ブチルエーテル)、アミド(例えば、ジメチルホルムアミド)、又はこれらの混合物である。

10

【0014】

反応は溶液中、特にハロゲン化有機溶剤、例えばハロゲン化脂肪族溶剤又はハロゲン化芳香族溶剤中で行われることが好ましい。ハロゲン化脂肪族溶剤、特に1,2-ジクロロエタンを使用することが好ましい。

【0015】

例えば、以下の有機塩基が本発明の方法における使用に適當である：トリアルキルアミン、例えばトリメチルアミン、トリエチルアミン、ジメチルエチルアミン、ジメチルプロピルアミン、ジメチルブチルアミン、ジメチルシクロヘキシルアミン又はトリブチルアミン；N-メチルモルホリン、N-エチルモルホリン又はN-メチルピペリジン；N,N-ジアルキルアニリン(例えば、ジメチルアニリン、ジエチルアニリン、メチルエチルアニリン)、N,N-ジアルキルアミド(例えば、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド)；テトラアルキル尿素、例えばテトラメチル尿素又はテトラエチル尿素；芳香族有機塩基、例えばピリジン、置換ピリジン(例えば、2-ピコリン、3-ピコリン又は4-ピコリン)、キノリン、ルチジン、キナルジン、又はこれらの混合物である。

20

【0016】

好ましく用いられる塩基は、芳香族有機塩基、特にピリジン又は置換ピリジンである。2-ピコリンを使用することが最も好ましい。

【0017】

反応は、2.0～1.0モル、好ましくは1.4～1.1モルの三酸化硫黄及び4.0～1.6モルの上述の塩基の1種を、上記方法の条件下で不活性である溶剤中において上述したように反応させて、三酸化硫黄付加物を得ることにより行われることが有利である。しかしながら、上記反応条件下に不活性である溶剤中、適宜適当な有機塩基を添加し、別に製造された三酸化硫黄付加物を溶解し、この溶液を他の反応に用いることもできる。溶液中又はそのまま、1モルのアントラニル酸イソプロピルアミドII及び2.0～0.3モル、特に1.2～0.5モルのオキシ塩化燐を、50℃～還流温度、好ましくは65℃～85℃で三酸化硫黄付加物の溶液に同時に添加する。この混合物を50℃～還流温度、好ましくは65℃～85℃で、30分～6時間、特に30分～4時間攪拌する。次いで、上記反応温度で、又は水で冷却後、反応混合物を水で加水分解し、そして後処理する。このために、有機層を分離し、水洗し、水性塩基、例えば無機塩基(例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化マグネシウム、水酸化アンモニウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸マグネシウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、等)及び水、又は例えば、有機塩基(例えば、ジメチルアミン、トリメチルアミン又はジエタノールアミン、等)で抽出する。抽出により得られるIの塩水溶液は、蒸留除去可能な数種の溶剤を含んだままでも良い。得られたIの塩溶液は、次いでさらに処理して使用に適する本発明の形態とすることができる。

30

40

【0018】

しかしながら、抽出により得られたIの塩水溶液から、溶剤残留物及び水を完全に除去し、この方法で得られたIをさらに処理して使用に適当な本発明の形態とすることも可能である。

50

【0019】

さらに、抽出により得られた I の塩水溶液を、例えば塩酸、硫酸又は磷酸で酸性化することも可能である。次いで、形成した I の沈殿を、吸引ろ過し、必要により洗浄し、そして乾燥する。この方法で得られた化合物 I は、次いでさらに処理して適用形態にすることができる。

【0020】

2.0～1.0モル、特に1.4～1.1モルの三酸化硫黄及び4.0～1.6の1, 2-ジクロロエタン中の2-ピコリンを反応させて、三酸化硫黄付加物を得ることが好ましい。1モルの1, 2-ジクロロエタン中のアントラニル酸イソプロピルアミド I I 及び2.0～0.3モル、特に1.2～0.5モルのオキシ塩化磷を同時に、50℃～還流温度、特に65℃～85℃でこの溶液に添加する。この混合物を、65℃～85℃で30分～6時間、特に30分～4時間攪拌することが好ましい。次いで、後処理が上記で説明したように行われ、生成物を得る。

10

【0021】

同様に、反応は、2.0～1.0モル、好ましくは1.4～1.2モルの三酸化硫黄、4.0～1.6モルの上記塩基の1種、1モルのアントラニル酸プロピルアミド I I 及び2.0～0.3モル、特に1.2～0.5モルのオキシ塩化磷を、上述したように、上記反応条件下で不活性である溶剤中、50℃～還流温度、好ましくは65℃～85℃で同時に反応させることにより行われることが有利である。この混合物を、50℃～還流温度、好ましくは65℃～85℃の温度で、30分～6時間、特に30分～4時間攪拌する。次いで、この混合物を上記で説明したように後処理して、生成物を得る。

20

【0022】

2.0～1.0モル、特に1.4～1.1モルの三酸化硫黄、4.0～1.6モルの2-ピコリン（1, 2-ジクロロエタン中）、1モルのアントラニル酸イソプロピルアミド I I （1, 2-ジクロロエタン中）及び2.0～0.3モル、特に1.2～0.5モルのオキシ塩化磷を、50℃～還流温度、特に65℃～85℃で同時反応させることが好ましい。この混合物を、50℃～還流温度、好ましくは65℃～85℃の温度で、30分～6時間、特に30分～4時間攪拌する。次いで、この混合物を上記で説明したように後処理して、生成物を得る。

【0023】

反応を行うために、塩基、特に2-ピコリンの三酸化硫黄に対する比は、一般に約2：1となるように選択される。

30

【0024】

しかしながら、三酸化硫黄の代わりに、クロロ硫酸を用いることも可能である。この場合、塩基、特に2-ピコリンのクロロ硫酸に対する比は、約3：1である。

【0025】

従って、形成した三酸化硫黄付加物と有機塩基、特に2-ピコリンの得られる有利な比は、約1：1である。

【0026】

有機溶剤中の塩基溶液、例えば2-ピコリンを1, 2-ジクロロエタンに溶解させた溶液は、通常30～10%濃度、好ましくは25～15%濃度である。

40

【0027】

さらに、アントラニル酸イソプロピルアミド I I を有機溶剤、例えば1, 2-ジクロロエタンに溶解させた溶液は、通常25～5%濃度、好ましくは20～8%濃度である。

【0028】

使用した塩基（例えば、2-ピコリン）と溶剤（例えば、1, 2-ジクロロエタン）を、回収し、そして上記方法に再利用することができる。

【0029】

乾燥出発材料、溶剤等を、通常使用する。

【0030】

50

上記方法は、バッチ式又は連続式で、例えば攪拌槽装置中にて行うことができる。連続法で行うことが好ましい。

【0031】

このために、1モル/時間の不活性溶剤中のアントラニル酸イソプロピルアミド、三酸化硫黄付加物（不活性溶剤中、2.0～1.0モル/時間、好ましくは1.4～1.1モル/時間の三酸化硫黄と4.0～1.6モル/時間の塩基から上述したように製造）及び2.0～0.3モル/時間、好ましくは1.2～0.5モル/時間のオキシ塩化リンを同時に、多段階、好ましくは2～6段階、特に3段階攪拌槽装置において、平均滞留時間が6.0～0.5時間、特に4.0～0.5時間で、好ましくは65℃～85℃で、連続式で反応させる。流出物、即ち「生成物流」を、pH0～1.5で、水を用いて連続的に加水分解する。層分離後、有機層をpH6～9で、塩基、例えば水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液、アンモニア水溶液、ジエタノールアミンで抽出する。次いで、この水層から有機溶剤の残留物を、例えば蒸留除去して連続的に取り除く。得られたIの塩溶液を、処理してさらに本発明の形態とすることができる。

10

【0032】

三酸化硫黄付加物の溶液を、不活性溶剤中、30～60℃、好ましくは35～50℃で連続混合器巡環路にて製造することができる。このために、上述したように不活性溶剤に溶解させた基と、適宜不活性溶剤に溶解させた三酸化硫黄を、連続的に添加する。反応混合物を、同時にポンプを用いて混合する。形成した三酸化硫黄付加物の溶液は、均一な液体であり、そして連続的に除去される。

20

【0033】

使用される塩基を回収するために、加水分解の間に形成する水層を、そのpHを10～11に調整し、上述の溶剤で抽出する。この塩基/溶剤混合物を、乾燥し、適宜上記方法において再利用に容易となるように塩基又は溶剤を添加して用いる。

【0034】

溶剤を回収するために、有機層の残物を、必要により乾燥し蒸留する。

【0035】

1モル/時間の1,2-ジクロロエタン中のアントラニル酸イソプロピルアミド、2-ピコリン/三酸化硫黄付加物（2.0～1.0モル/時間、特に1.4～1.1モル/時間の三酸化硫黄と4.0～1.6モル/時間の1,2-ジクロロエタン中の2-ピコリンから製造）及び2.0～0.3モル/時間、特に1.2～0.5モル/時間のオキシ塩化リンを、50℃～還流温度、好ましくは65℃～85℃、特に70℃～85℃で反応させることが好ましい。次いで、この混合物を上述したように後処理して、生成物を得る。

30

【0036】

バッチ法のように、三酸化硫黄の代わりにクロロ硫酸を用いることもできる。

【0037】

この方法により製造することができる3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシド及びその塩は、栽培植物保護剤として知られている。

【0038】

[製造実施例]

[実施例1]

70℃で、242.0gの2-ピコリンの18.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液に、19.2gの三酸化硫黄、285.0gのアントラニル酸イソプロピルアミドの12.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液及び30.7gのオキシ塩化リンを、5分以内に同時に滴下した。この添加の間、温度を80℃に昇温させた。混合物を、還流下に3時間攪拌し、300mlの水を添加し、有機層を分離した。次いで、有機層を水酸化ナトリウム水溶液で抽出した。この水層を硫酸で酸性化し、次いで1,2-ジクロロエタンで抽出した。得られた有機層を濃縮した。

40

【0039】

50

収量：44.7 gの3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシド(純度：92.2%)。

【0040】

[実施例2]

70℃で、312.0 gの2-ピコリンの18.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液に、30.0 gのクロロ硫酸、285.0 gのアントラニル酸イソプロピルアミドの12.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液及び30.7 gのオキシ塩化リンを、5分以内で同時に滴下した。混合物を、還流下に3時間攪拌し、200 mlの水を添加し、有機層を分離した。次いで、有機層を水酸化ナトリウム水溶液で抽出した。この水層を硫酸で酸性化し、次いで1,2-ジクロロエタンで抽出した。得られた有機層を濃縮した。

10

【0041】

収量：43.3 gの3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシド(純度：94.8%)。

【0042】

[実施例3]

室温で、19.2 gの三酸化硫黄の50%濃度1,2-ジクロロエタン溶液を、121.0 gの2-ピコリンの18.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液に滴下した。70~80℃で、この反応混合物を、140.0 gのアントラニル酸イソプロピルアミドの12.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液及び15.3 gのオキシ塩化リンと同時に混合した。還流下に3時間攪拌後、反応混合物を室温に冷却し、150 mlの水と混合した。有機層を分離し、水酸化ナトリウム水溶液で抽出した。得られた水層を硫酸で酸性化し、次いで1,2-ジクロロエタンで抽出した。その後、有機層を濃縮した。

20

【0043】

収量：22.8 gの3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシド(純度：89.4%)。

【0044】

[実施例4]

室温で、38.4 gの三酸化硫黄の50%濃度1,2-ジクロロエタン溶液を、242.0 gの2-ピコリンの18.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液に滴下した。70℃で、285.0 gのアントラニル酸イソプロピルアミドの12.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液及び30.7 gのオキシ塩化リンを、5分以内で同時に滴下した。この添加の間、温度を75℃に昇温させた。混合物を、還流下に3時間攪拌し、300 mlの水を添加し、有機層を分離した。有機層を水酸化ナトリウム水溶液で抽出した。得られた水層を硫酸で酸性化し、1,2-ジクロロエタンで抽出した。その後、有機層を濃縮した。

30

【0045】

収量：42.8 gの3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシド(純度：94.1%)。

【0046】

[実施例5]

室温で、30.0 gのクロロ硫酸を、312.0 gの2-ピコリンの18.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液に滴下した。70℃で、285.0 gのアントラニル酸イソプロピルアミドの12.5%濃度1,2-ジクロロエタン溶液及び30.7 gのオキシ塩化リンを、同時に5分以内で滴下した。この添加の間、温度を75℃に昇温させた。混合物を、還流下に3時間攪拌し、300 mlの水を添加し、有機層を分離した。有機層を水酸化ナトリウム水溶液で抽出した。得られた水層を硫酸で酸性化し、1,2-ジクロロエタンで抽出した。その後、有機層を濃縮した。

40

【0047】

収量：42.4 gの3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシド(純度：96.7%)。

【0048】

50

[実施例6]

20℃で、30.0gのクロロ硫酸を、312.0gの2-ピコリンの18.5%濃度1, 2-ジクロロエタン溶液に15分以内で滴下した。次いで、70℃で、285.0gのアントラニル酸イソプロピルアミドの12.5%濃度1, 2-ジクロロエタン溶液及び30.7gのオキシ塩化磷を、同時に5分以内で滴下した。次いで、反応混合物を、予熱したオイルバスを用いて還流温度まで急速に加熱し、混合物をこの温度で3時間攪拌した。次いで、300mlの水を添加し、有機層を分離した。有機層を水酸化ナトリウム水溶液で抽出し、得られた水層を硫酸で酸性化し、1, 2-ジクロロエタンで抽出した。その後、有機層を濃縮した。

【0049】

収量：41.9gの3-イソプロピル-1H-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2, 2-ジオキシド(純度：96.8%)。

【0050】

[実施例7]

78℃で、100gの1, 2-ジクロロエタンを、まず3段階攪拌フラスコ装置に取り込んだ。次いで、593.6g/時間のアントラニル酸イソプロピルアミド(0.417モル/時間)の12.5%濃度1, 2-ジクロロエタン溶液、632.3g/時間の2-ピコリン/三酸化硫黄付加物の1, 2-ジクロロエタン溶液(589.3g/時間の2-ピコリン(1.14モル/時間)の18%濃度1, 2-ジクロロエタン溶液及び43.0g/時間の三酸化硫黄(0.5375モル/時間)から製造)及び39.9g/時間のオキシ塩化磷(0.260モル/時間)を、第1攪拌フラスコに同時に導入し、しばらくして第1攪拌フラスコの内容物が第2攪拌フラスコ(78℃に保持)に流出し、次いでこの第2攪拌フラスコからの流出により第3攪拌フラスコ(78℃に保持)が満たされた。上記装置がひとたび満たされると、反応用出発材料を第1攪拌フラスコにさらに2時間導入した。次いで、出発材料の供給を止め、第1攪拌フラスコの内容物をさらに1.5時間、第2攪拌フラスコの内容物をさらに1.0時間、そして第3攪拌フラスコの内容物をさらに0.5時間、78℃で攪拌した。次いで、反応混合物を水で加水分解した。これによりpHが1.0~1.3を示した。その後、攪拌フラスコ装置の内容物を連続的に層分離器に導入し、有機層を別のフラスコへ連続的に導入し、約150mlの水で洗浄した。層分離後、有機層を2段階混合/沈殿設備にポンプを用いて送り込んだ。第1段階において、有機層を約150mlの水及び67gの水酸化ナトリウム水溶液(pHが7~8)で抽出した。第2段階において、有機層を50mlの水で抽出した。水層を集め、1, 2-ジクロロエタンの残り及び水を蒸留除去して濃縮し、これにより約50%濃度の溶液が得られた。

【0051】

収量：99.4gの3-イソプロピル-1H-2, 1, 3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2, 2-ジオキシドのナトリウム塩。

【0052】

(加水分解により得られた水層を、水酸化ナトリウム水溶液(pH約10~11)を用いてアルカリ性にし、そして1, 2-ジクロロエタンで連続的に抽出した。次いで、得られた2-ピコリンの1, 2-ジクロロエタン溶液を、減圧下(約400ミリバール)に共沸乾燥させて水を除去し、この2-ピコリン濃度を約18%に調整した。この方法により得られた溶液を、再び付加物形成に使用した)。

【0053】

[実施例8]

78℃で、100kgの1, 2-ジクロロエタンを、まず3段階攪拌槽装置に充填した。次いで、593.6kg/時間のアントラニル酸イソプロピルアミド(417モル/時間)の12.5%濃度1, 2-ジクロロエタン溶液、632.3kg/時間の2-ピコリン/三酸化硫黄付加物の1, 2-ジクロロエタン溶液(589.3kg/時間の2-ピコリン(1140モル/時間)の18%濃度1, 2-ジクロロエタン溶液及び43.0kg/

時間の三酸化硫黄（537.5モル／時間）から製造）及び39.9kg／時間のオキシ塩化リン（260モル／時間）を、78℃で第1攪拌槽に同時に導入し、しばらくして第1攪拌槽の内容物が第2攪拌槽（78℃に保持）に流出した。次いでこの第2攪拌槽からの流出により第3攪拌槽（78℃に保持）が満たされた。攪拌槽の充填液面を、滞留時間の合計が1.5～4.0時間となるように調整した。反応混合物（加水分解後、pHが1～1.4を示す）を50～70℃で水を用いて加水分解する別の攪拌槽に、第3攪拌槽の内容物が連続的に流出した。2層混合物を連続的に分離した。有機層を連続的に水洗し、この層をもう1度分離し、そして有機層を第1段階における水酸化ナトリウム水溶液（pHが7～8を示す）を用いて2段階連続混合／沈殿設備で抽出した。第2段階における抽出は、少量の水で行った。水層を集め、水及び残った1,2-ジクロロエタンを蒸留除去して濃縮し、これにより約50％濃度の溶液が得られた。

10

【0054】

収量：99～100kg／時間の3-イソプロピル-1H-2,1,3-ベンゾチアジアジン-4(3H)-オン2,2-ジオキシドのナトリウム塩。

【0055】

（加水分解により得られた水層を、水酸化ナトリウム水溶液（pH約10～11）を用いてアルカリ性にし、そして1,2-ジクロロエタンで連続的に抽出した。次いで、得られた2-ピコリンの1,2-ジクロロエタン溶液を、減圧下（約400ミリバール）に共沸乾燥させて水を除去し、この2-ピコリン濃度を約18％に調整した。この方法により得られた溶液を、再び付加物形成に使用した）。

20

フロントページの続き

- (72)発明者 ヴェルツ, オットー
ドイツ、D-67159、フリーデルスハイム、フリードリヒーピーチューシュトラーセ、10
- (72)発明者 フレチュナー, エーリヒ
ドイツ、D-69239、ネカルシュタイナッハ、ヒルトヴェーク、59
- (72)発明者 ハンセン, ハンスペーター
ドイツ、D-67061、ルートヴィッヒスハーフェン、レムブラントシュトラーセ、3
- (72)発明者 ミュラー, アルブレヒト
ドイツ、D-67071、ルートヴィッヒスハーフェン、シュパイアラー、シュトラーセ、3
- (72)発明者 ベンツ, クルト
ドイツ、D-67354、レーマーベルク、ヴィーラントシュトラーセ、6

審査官 早乙女 智美

- (56)参考文献 中国特許出願公開第1063688 (CN, A)
特開昭53-112888 (JP, A)
CS 270529 B1

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C07D 285/24
REGISTRY(STN)
CAplus(STN)
CASREACT(STN)