AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 144 919

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

				Int.Cl.[3]
(11)	144 919	(44)	12.11.80	3(51) C 07 D 285/10
(21)	WP C 07 D / 214 492	(22)	20.07.79	

(71) siehe (72)

(72) Beckert, Rainer, Dipl.-Chem.; Mayer, Roland, Prof. Dr.rer.nat.habil.; Domschke, Günter, Dr.rer.nat.habil. Dipl.-Chem.; Bleisch, Siegfried, Dr.rer.nat. Dipl.-Chem., DD

(73) siehe (72)

(74) Technische Universität Dresden, Direktorat für Forschung, BfSN, 8027 Dresden, Mommsenstraße 13

(54) Verfahren zur Herstellung von 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxiden

(57) Derartige Verbindungen können Bedeutung als Zwischenprodukte für die Herstellung von Farbstoffen bzw. biologisch aktiven Substanzen erlangen. Mit der Erfindung soll erreicht werden, die bisher unbekannten 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxide zugänglich zu machen. Dies geschieht erfindungsgemäß in der Weise, daß tetraarylsubstituierte Oxalamidine mit Thionylchlorid und einer tertiären Base zu den obenaufgeführten Verbindungen umgesetzt werden. Die Erfindung ist in der chemischen und pharmazeutischen Industrie einsetzbar.

5 Seiten

Verfahren zur Herstellung von 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxiden

Int. Cl. C07 D 285/10

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxiden.
Derartige Verbindungen können Bedeutung als Zwischenprodukte für die Herstellung von Farbstoffen und biologisch aktiven Substanzen erlangen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxide sind bisher unbekannt.

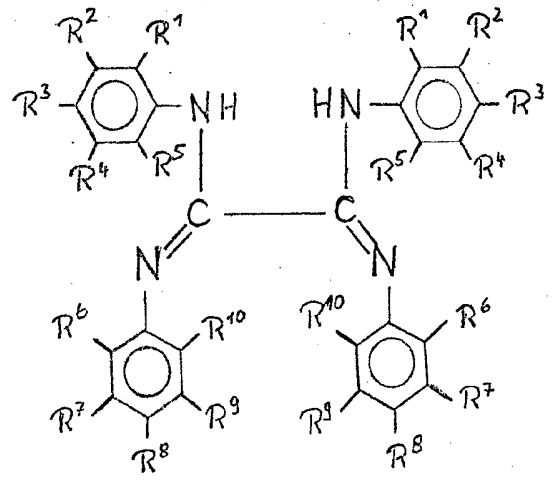
Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die bisher unbekannten 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxide als Vorstufen für Farbstoffe und biologisch aktive Verbindungen zugänglich zu machen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

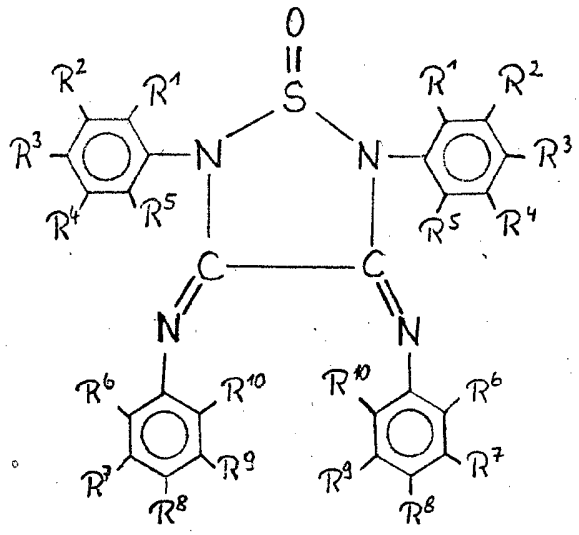
Die Aufgabe der Erfindung ist es, die bisher unbekannten 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxide durch einfache Reaktionen zugänglich zu machen.
Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß tetraaryl-

substituierte Oxalamidine des Typs I



I

mit Thionylchlorid in Gegenwart eines tertiären Amins, wie z.B. Triäthylamin,Pyridin, Chinolin oder Picolin zu den 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxiden des Typs II



II

umgesetzt werden, wobei R^1- R^{10} gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, einen Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylrest, eine Alkoxygruppe, ein Halogenatom oder eine Aminfunktion bedeuten. Die Reaktion verläuft bei Temperaturen zwischen 0 und 80°C, vorzugsweise bei 10-30°C, als Lösungsmittel sind Kohlenwasserstoffe wie Benzen, Toluen oder Xylen aber auch chlorierte Kohlenwasserstoffe wie Tetra, Chloroform oder Methylenchlorid geeignet.

Man erhält die gewünschten 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxide in hohen Ausbeuten bei kurzen Reaktionszeiten ohne Anwendung von Katalysatoren und drastischen Reaktionsbedingungen.
Die als Ausgangsprodukte verwendeten Oxalamidine werden nach bekannten Verfahren, z.B. durch Reaktion von Oxalaniliden mit Phosphorpentachlorid und anschließender Umsetzung der entstandenen Oxalylarylimidchloride mit primären aromatischen Aminen erhalten.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1
0,1 Mol Tetraphenyloxalamidin werden in 400 ml trockenem Benzen gelöst, mit 0,25 Mol Triäthylamin versetzt und unter starkem Rühren bei Raumtemperatur innerhalb einer halben Stunde mit 0,125 Mol Thionylchlorid versetzt. Danach wird noch eine halbe Stunde nachgerührt, anschließend filtriert und nach Vertreiben des Lösungsmittels umkristallisiert.
F. 198°C , Ausbeute 87% d.Th. 2,5-Diphenyl-3,4-diphenylimino-1,2,5,-thiadiazolidin-S-oxid.

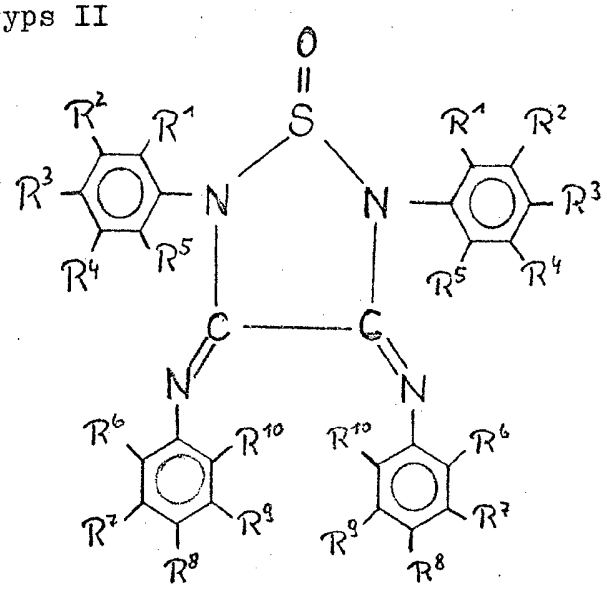
Beispiel 2
Aus 0,1 Mol Tetra-p-toluyl-oxalamidin nach Beispiel 1
F. 178°C , Ausbeute 86% d.Th. 2,5-Di-p-toluyl-3,4-di-p-toluylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxid.

Beispiel 3
Aus 0,1 Mol Tetra-p-anisidyl-oxalamidin in Toluen als Lösungsmittel nach Beispiel 1
F. 102°C , Ausbeute 88% d.Th. 2,5-Di-p-anisidyl-3,4-di-p-anisidylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxid.

Beispiel 4
Aus 0,1 Mol Di-p-dimethylaminophenyl-diphenyl-oxalamidin nach Beispiel 1
F. 190°C , Ausbeute 92% d.Th. 2,5-Di-p-dimethylaminophenyl-3,4-diphenylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxid.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von 2,5-Diaryl-3,4-diarylimino-1,2,5-thiadiazolidin-S-oxiden, gekennzeichnet dadurch , daß tetraarylsubstituierte Oxalamidine mit Thionylchlorid in einem inerten Lösungsmittel und in Gegenwart eines tertiären Amins bei Temperaturen von 0-80°C, vorzugsweise bei 10-30°C zu Verbindungen des Typs II



II

umgesetzt werden, wobei R^1- R^{10} gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, einen Alkyl-, Aryl- oder Heteroarylrest, eine Alkoxygruppe, ein Halogenatom oder eine Aminfunktion bedeuten.