



NE 1301

264395

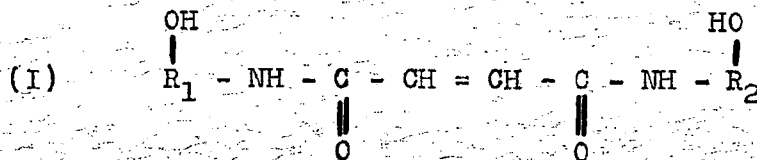
CERTIFICADO
DE
ADICION

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 229257",
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS HETERO-
CICLICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME,
domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Según la patente española 229.257, pueden prepararse
compuestos alfa,beta-di-[ariloxazolil-(2)]-etilénicos tratando
compuestos acilados de la fórmula



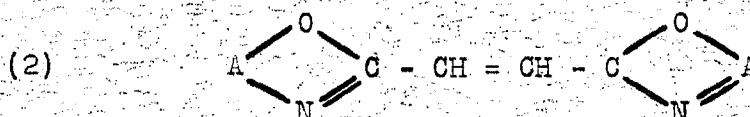
en que R₁ y R₂ significan cada uno un radical arileno y cada
uno de los grupos OH se halla a contigüidad del grupo -NH,
5. con agentes disociadores de agua, en particular con cloruro



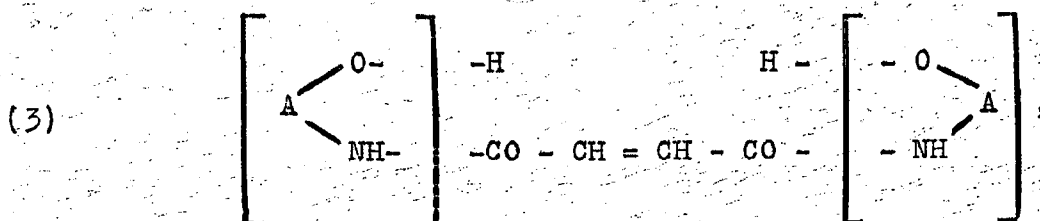
264395

de zinc.

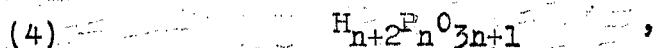
Se ha descubierto que pueden prepararse de modo sumamente ventajoso compuestos di-benzoxazolil-etilénicos de la fórmula general



5. en la cual A significa un grupo bencénico en que dos átomos contiguos de carbono son miembros del anillo oxazólico, por tratamiento de compuestos acilados de la fórmula



en que A tiene el significado ya indicado, con agentes disociadores de agua, si para el tratamiento de los compuestos acilados de la fórmula (3) con agentes disociadores de agua se emplea un ácido fosfórico oxigenado de la fórmula

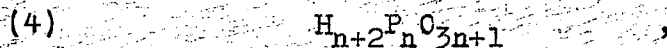


en que n significa un número entero mayor que 1.



204395

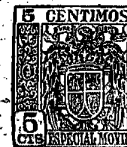
fosfórico oxigenado de la fórmula



5. en que n significa un número entero mayor que 1. Se emplean por lo tanto ácidos polifosfóricos, incluyendo el ácido pirofosfórico ($n > 1$). El ácido pirofosfórico ($n=2$) o los ácidos polifosfóricos ($n > 2$) pueden obtenerse del ácido ortofosfórico y el pentóxido fosfórico en proporción cuantitativa adecuada, por ejemplo de modo que resulte una composición $H_4P_2O_7$ o $H_6P_4O_{13}$. Por lo demás, puede dejarse pendiente la cuestión de si los ácidos polifosfóricos deben considerarse como productos de la reacción de ácidos ortofosfórico y pentóxido fosfórico o bien como productos de deshidratación del ácido ortofosfórico. Los ácidos fosfóricos oxigenados de la fórmula (4) pueden ser también mezclas en que n representa un valor medio que no necesita ser número entero.

10. Para la disociación del agua se actúa ventajosamente con un exceso de ácido fosfórico de la clase indicada, por ejemplo con una cantidad de ácido polifosfórico 5 a 10 veces mayor en relación a la cantidad de los compuestos de la fórmula (3). No se necesitan más aditivos, como catalizadores especiales o diluyentes.

15. Si se desea puede actuarse con exclusión del aire, por ejemplo en corriente de nitrógeno o en vacío. La disociación del agua se efectúa con calor, por ejemplo a temperaturas entre 140° y 200° y, para mayor conveniencia, a unos 160° .



275
264395

La elaboración final es muy sencilla. Terminada la reacción, únicamente se necesita diluir la mezcla con agua y el compuesto di-benzoxazolil-etilénico se precipita y puede separarse por filtración. De esta manera las materias finales de este procedimiento se obtienen por lo general con un grado de pureza que permite, eventualmente después de darles forma finamente dispersa, su empleo inmediato como aclaradores ópticos.

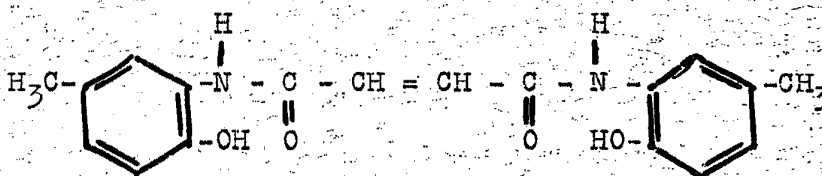
5.

En los ejemplos que siguen, las partes significan, en tanto no se indique otra cosa, partes en peso. Las temperaturas están registradas en grados Celsius.

10.

EJEMPLO 1.

10 partes de los compuestos de la fórmula

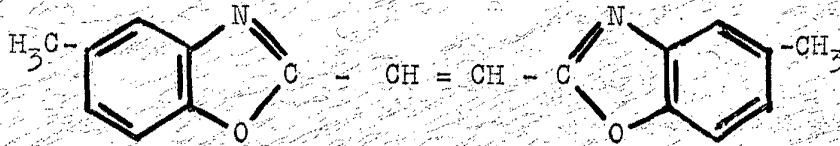


15.

se mezclan por agitación, a temperaturas de 160 a 165° y en el curso de 4 horas, con 60 partes de ácido polifosfórico. Luego se vierte la mezcla reaccional en 400 partes de agua, se separa en filtro de succión el alfa,beta-di-[5-metil-benzoxazolil-(2)7-etileno de la fórmula



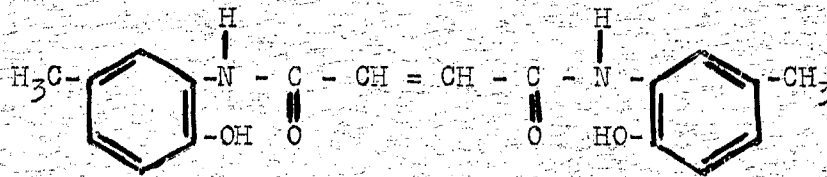
264395



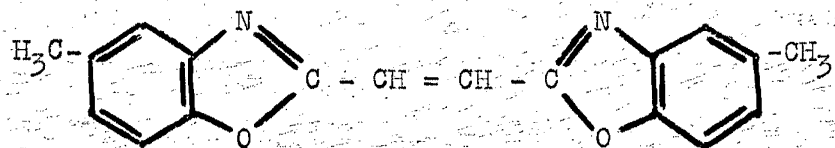
y se le seca. El rendimiento es de 7,5 a 7,8 partes aproximadamente y el punto de fusión de 180 a 181°.

EJEMPLO 2.

10 partes del compuesto de la fórmula



5. se mezclan por agitación, a temperatura de 160 a 165°, en el curso de 4 horas, con 100 partes de ácido pirofosfórico. Luego se vierte la mezcla reaccional en 300 a 400 partes de agua, se separa en filtro de succión el alfa,beta-di- $\sqrt{5}$ -metil-benzoxazolil-(2)7-etileno de la fórmula



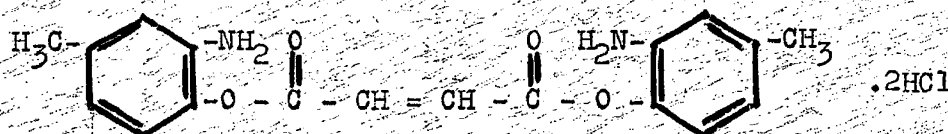


254395

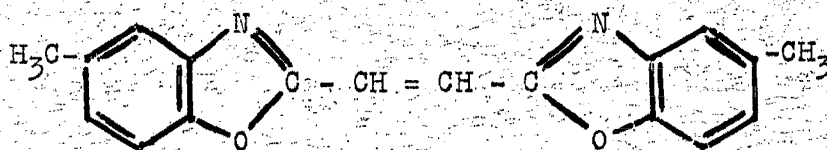
y se le seca. El rendimiento es de unas 7,5 partes y el punto de fusión de 181 a 182°.

EJEMPLO 3.

20 partes del compuesto de la fórmula



5. se mezclan por agitación, a temperatura de 160 a 165° y en el curso de 4 horas, con 100 partes de ácido polifosfórico. A continuación se vierte la mezcla reaccional en 600 partes de agua, se separa en filtro de succión el alfa,beta-di- β -metil-benzoxazolil-(2)7-etileno de la fórmula



10. y se le seca. El rendimiento es de unas 14 partes y el punto de fusión de 180 a 181°.

Si en lugar del ácido polifosfórico se emplea ácido pirofosfórico, se obtienen resultados semejantes.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser

15. desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales



2043957

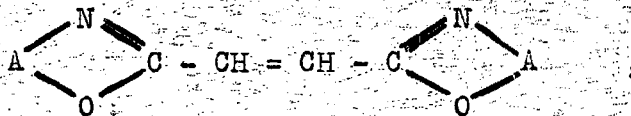
alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

= . =

N O T A

5. Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas No. 918/60 del 28 de enero de 1.960 y No. 12920/60 del 18 de noviembre de 1.960, existiendo en ambas unidad de invención.

10. 1. Mejoras en el objeto de la patente principal No. 229.257, por "procedimiento para la preparación de compuestos heterocíclicos, relativos a la preparación de compuestos dibenzoxazolil-etilénicos de la fórmula general



15. en la cual A significa un núcleo bencénico en que dos átomos contiguos de carbono son miembros del anillo oxazólico, por tratamiento de compuestos acilados de la fórmula general

27 E



a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 27 de enero de 1.961.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

J. MELICENT CORRALLES
P.R.

264395

R/pp.
tr:sb.