

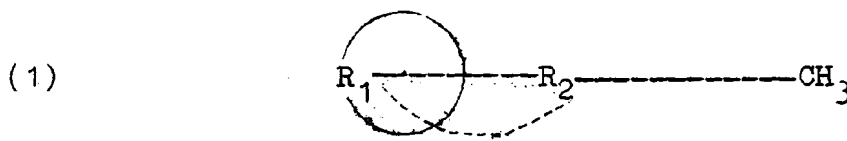
3328/3

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPUESTOS HETERO-
CICLICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME,
domiciliada en BASILEA (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para
la preparación de compuestos heterocíclicos que contienen en-
laces dobles etilénicos. Este procedimiento se caracteriza
por hacerse reaccionar un compuesto de la fórmula



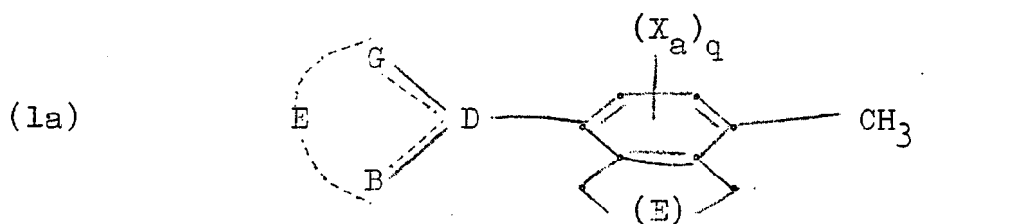
5. en la que

- R_1 representa un sistema cíclico heterocíclico de carácter aromático, el cual
5. a) contiene por lo menos un anillo heterocíclico de 5 o 6 miembros, provisto por lo menos de un átomo de nitrógeno cíclico,
- b) carece de átomos de hidrógeno que
- 1) estén unidos a los átomos de nitrógeno cíclicos y
- 2) sean reemplazables por metal alcalino, y
10. c) está unido con un miembro cíclico a un miembro cíclico de R_2 o tiene dos miembros cíclicos vecinos junto con dos miembros cíclicos vecinos pertenecientes a R_2 , en tanto que
- a) R_2 significa un sistema cíclico carbocíclico o heterocíclico, de carácter aromático, que contiene 5 o 6 miembros cíclicos y que eventualmente puede contener, yuxtacondensados, otros sistemas cíclicos más, aromáticos o hidroaromáticos, y
15. b) el grupo metílico indicado en la fórmula se halla
20. en posición para respecto al enlace con R_1 , en presencia de un compuesto alcalino fuertemente básico, con una base Schiff, para lo cual debe emplearse como medio para la reacción un disolvente orgánico fuertemente polar, neutro hasta básico, que: I) carezca de átomos (en particular, átomos de hidrógeno) que puedan reemplazarse por metal
25. alcalino y II) sea prácticamente anhídrico; y, en el caso del

empleo de hidróxidos alcalinos como compuesto alcalino fuertemente básico, estos hidróxidos alcalinos deben presentar un contenido de agua del 25 % a lo sumo.

En el cuadro del invento que aquí se expone tienen sobre todo importancia dos tipos principales de reacciones según la fórmula (1), que pueden transcribirse como sigue:

1. La reacción de anillos de aldehidos de carácter aromático, en la forma que se ha descrito después de la fórmula (1), con compuestos de la fórmula



15. fórmula en la que

a) G, B y D significan cada uno un átomo cíclico de un sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros, representando un átomo de nitrógeno uno, por lo menos, de los símbolos G, B y D,

20. D puede, en lugar de nitrógeno, significar también un átomo de carbono y

G, lo mismo que B, pueden representar átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos,

5. b) E representa el complemento de miembros cíclicos para el sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros, que contiene átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos, y

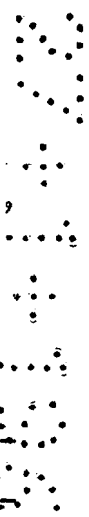
10. c) los anillos formados junto con el símbolo E pueden contener otros sustituyentes más, que igual que el sustituyente X_a carecen de átomos (en particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por álcali,

15. p representa los números 0 o 1 y

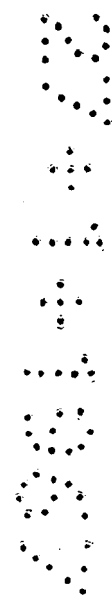
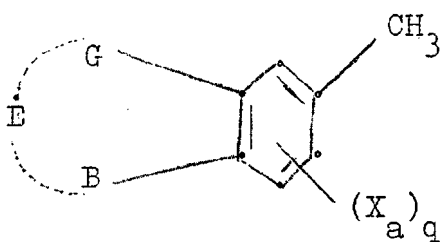
q representa los números 0, 1, 2 o 3,

Los sustituyentes que se han citado antes pueden ser de cualquier naturaleza alifática, cicloalifática, aralifática o aromática o representar sustituyentes funcionales (por ejemplo, grupos de éster carboxílico, etc.), siempre que cumplan solamente la condición que antecede.

20. 2. Otro importante empleo del tipo de reacción expuesto después de la fórmula (1) es la reacción de anillos de aldehidos de carácter aromático, en la forma indicada a continuación de la fórmula (1), con compuestos de la fórmula



(1b)



5. fórmula en la que
- a) G y B significan cada uno un átomo cíclico de un sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros y pueden representar átomos de carbono, de oxígeno, de azufre o de nitrógeno, pero uno por lo menos de los símbolos G y B representa un átomo de nitrógeno y estos átomos se hallan en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos,
10. b) E significa el complemento de miembros cíclicos para el sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros, que contienen átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos, y
15. c) el anillo formado junto con el símbolo E puede contener otros sustituyentes más, que igual que el sustituyente X_a carecen de átomos en
- 20.

particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por álcali, y

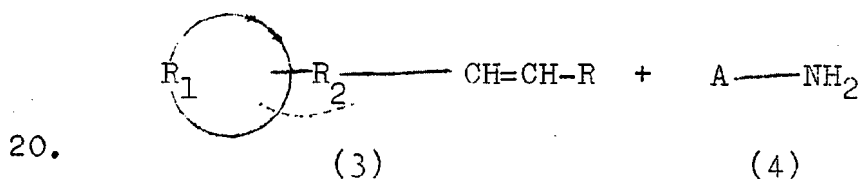
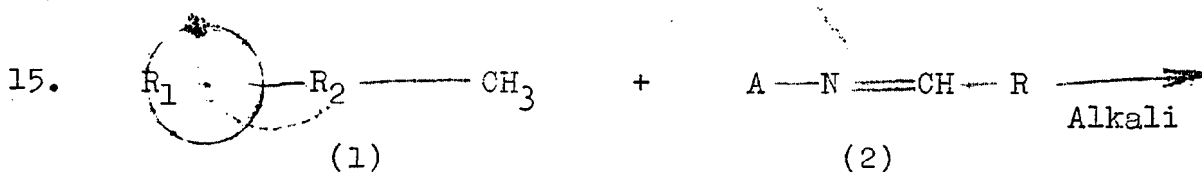
q puede representar los números 0, 1, 2 o 3.

Estos substituyentes pueden asimismo, como

5. se ha indicado después de la fórmula (1a), ser de cualquier naturaleza alifática, cicloalifática, aralifática o aromática, o representar substituyentes funcionales (por ejemplo, grupos de éster carboxílico, etc.).

La reacción ideada con el procedimiento aquí

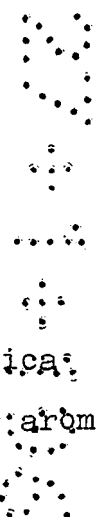
10. expuesto se basa en principio en una transformación del grupo metilo de compuestos del tipo de la fórmula (1) con la agrupación azometínica de una base Schiff (por ejemplo, benzalánilina), disociándose el componente amínico, según el esquema siguiente:



donde R_1 y R_2 tienen el significado expuesto antes,

$A-N=$ representa un radical amínico y

$=CH-R$ representa un radical aldehídico (R significa aquí un radical de un aldehído de carácter aromático).



5.

El sistema cíclico heterocíclico R_1 puede constar de uno o varios anillos. En todo caso es condición previa que este sistema cíclico R_1 contenga un anillo heterocíclico de 5 o 6 miembros, provisto de átomos de nitrógeno cíclicos, que a su vez esté unido a R_2 , y ello de tal modo que:

10.

a) un átomo cíclico de este anillo heterocíclico esté unido con un enlace a un átomo cíclico de R_2 , o b) este anillo heterocíclico, junto con R_2 , tenga comunes dos átomos cíclicos vecinos respectivamente, o sea que forme un sistema cíclico condensado.

15.

La afirmación de que el sistema cíclico R_1 puede constar de uno o varios anillos significa que, por ejemplo:

a) R_1 consta solamente de un anillo heterocíclico que presenta 5 o 6 miembros cíclicos y que contiene átomos de nitrógeno cíclicos; o bien

20.

b) un heterociclo tal como se define en a) contiene otros anillos carbocíclicos más (en particular, de seis miembros), yuxtapuestos (de preferencia, un anillo bencénico o naftalínico); o bien

c) un heterociclo tal como se define en a) contiene otros anillos aromáticos más, de naturaleza carboxílica o

25.

heterocíclica, unidos por medio de una valencia simple (o sea en forma no condensada); o bien

5. d) un heterociclo tal como se define en a) está condensado con otros anillos heterocíclicos más, en cuyo caso pueden los heteroátomos ser también comunes a dos anillos; o bien
- e) pueden existir combinaciones de las variantes que se han mencionado.

10. El primer componente de reacción utilizable para el procedimiento de este invento, es decir, el compuesto de la fórmula (1), es pasible de la más amplia variación en el cuadro de la definición antes indicada.

15. A continuación se compendian los tipos fundamentales y algunas clases elegidas de compuestos de la fórmula (1), sin que esto implique una limitación a estas fórmulas.

A. Compuestos de la fórmula



20. en la que

R_1 significa un sistema cíclico heterocíclico que contiene un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros, con dos miembros cíclicos vecinos, ligados directamente a R_2 , y por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo; y

R_2 significa un anillo bencénico condensado con el anillo heterocíclico, en el que los dos átomos de carbono pertenecientes a ambos anillos y el átomo de carbono ligado al grupo H_3C se hallan en posición 1,2,4 unos respecto a otros.

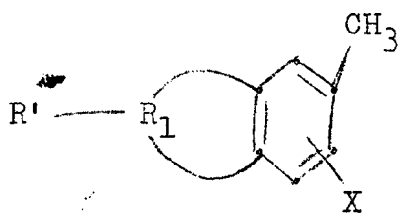
5.

Es aquí ventajoso que el radical bencénico R_2 sea monocíclico y que el anillo heterocíclico del radical R_1 sólo esté condensado con R_2 . No obstante, este último puede, como es lógico, llevar todavía sustituyentes monovalentes, por ejemplo

10.

radicales hidrocarburos, que, como los radicales bencénicos o difenílicos, pueden ser también cíclicos. Cabe destacar aquí los compuestos de la fórmula

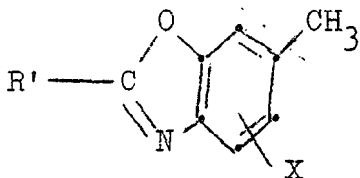
15. (6)



y en particular los benzoxazoles de la fórmula

20.

(7)



en las que

- R' significa un radical bencénico o naftalínico,
X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro,
un grupo de metoxilo o un grupo de metilo y
5. R₁ significa un anillo heterocíclico de cinco miembros, condensado con el anillo bencénico de la manera que se ha indicado y que lleva un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo.
10. Como se ha dicho, el radical bencénico R' puede contener todavía otros substituyentes, por ejemplo los citados para X u otros radicales bencénicos más, ligados de modo simple.

B. Compuestos de la fórmula

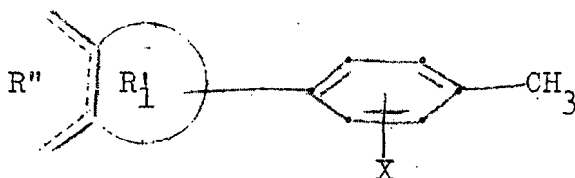


en la que

- R₁ significa un sistema cíclico heterocíclico que contiene por lo menos un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros con un miembro cíclico ligado directamente a R₂ y un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo; y
20. R₂ representa un radical bencénico o naftalínico ligado en posición 1,4 a R₂ y el grupo H₃C.
Aquí el sistema cíclico R₁ consta preferentemente de un ani-

llo heterocíclico de cinco o seis miembros y un anillo bencénico o naftalínico condensado con éste, y los citados anillos pueden a su vez llevar otros substituyentes más, como es factible en los compuestos de la fórmula

5. (9)



en la que

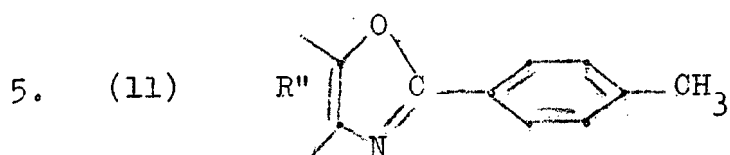
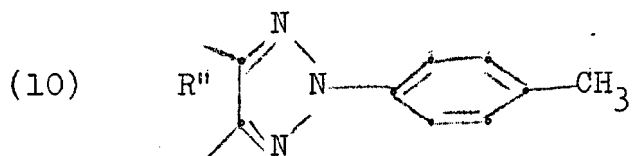
10. R'' significa un radical bencénico o naftalínico condensado con R'1 de la manera que indican las rayas de valencia,

15. R'1 significa un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros con un miembro cíclico ligado directamente al radical metilfenílico y por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo; y

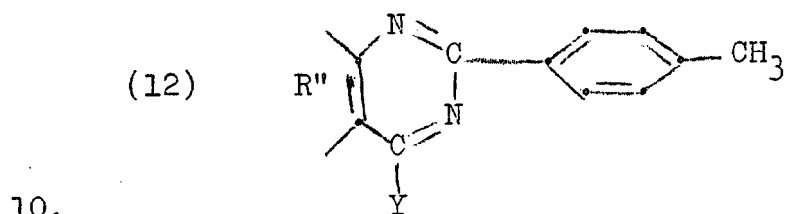
X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, un grupo de metoxilo o un grupo de metilo.

Entran particularmente en consideración los compuestos triazólicos, oxazólicos y diazínicos; por ejemplo, los compuestos

20. de las fórmulas



y



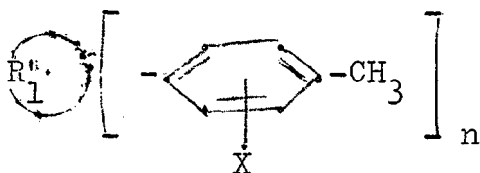
en las que

R'' significa un radical bencénico o naftalínico condensado con el anillo triazólico, oxazólico o diazínico de la manera indicada por las rayas de valencia; e

15.

Y significa un átomo de hidrógeno o un radical bencénico.

C. Compuestos de la fórmula



5. en la que

R''_1 significa un sistema cíclico heterocíclico con dos anillos a lo sumo, que contiene un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros con dos o tres miembros cíclicos ligados simple y directamente a los radicales metilbencénicos y por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo;

10.

X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo de metoxilo o un grupo de metilo;

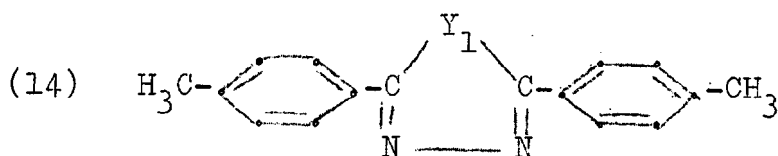
15.

y

n es igual a 2 o 3.

R''_1 puede ser, por ejemplo, un radical oxidiazólico, tiadiazólico, quinazolínico, pirimidínico o 1,3,5-triazínico. A título de ejemplos cabe destacar aquí los compuestos oxidiazó-

20. licos y tiadiazólicos de la fórmula

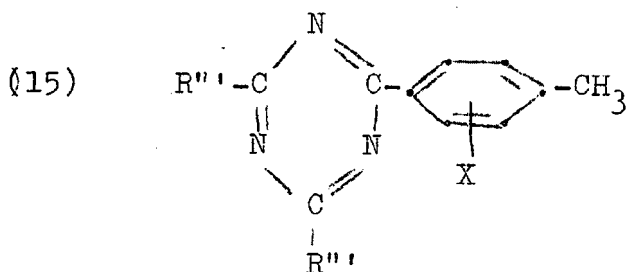


5. en la que

Y_1 significa un átomo de oxígeno o de azufre.

D. Compuestos de la fórmula

10.



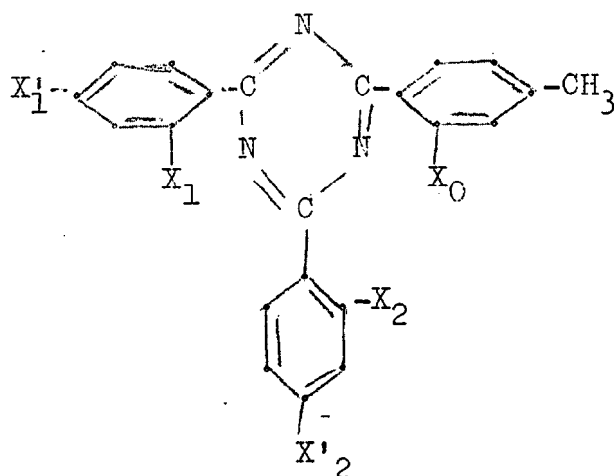
en la que

15.

R'' significa un radical bencénico (por ejemplo, monocíclico) y

X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, un grupo de metoxilo o un grupo de metilo, en particular las triazinas de la fórmula

(16)



5.

10. en la que

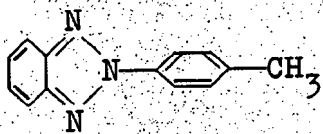
X_0 , X_1 , X_2 , X_1' y X_2' significan grupos de metilo o átomos de hidrógeno.

Si uno, por lo menos, de los radicales R'' contiene un grupo de metilo en posición para, o respectivamente su uno, por

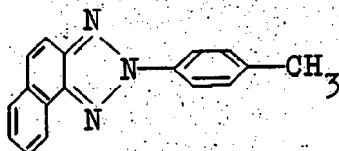
15. lo menos, de los símbolos X_1' o X_2' significa un grupo de metilo, estos compuestos pueden corresponder también a la fórmula (13).

E. Compuestos según una de las fórmula que se señan a continuación:

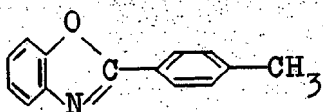
5. (17)



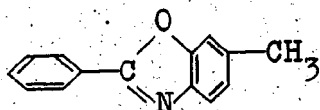
(18)



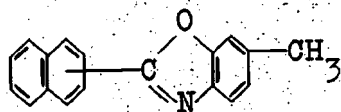
(19)



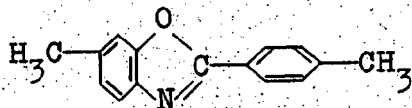
10. (20)



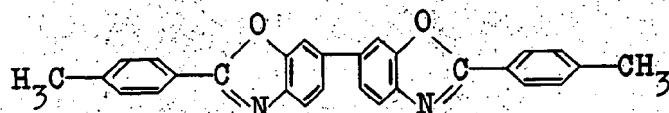
(20a)



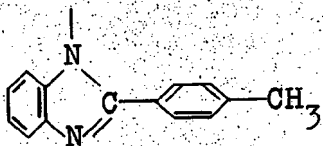
15. (21)



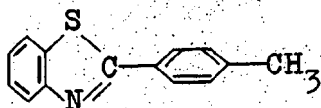
(22)

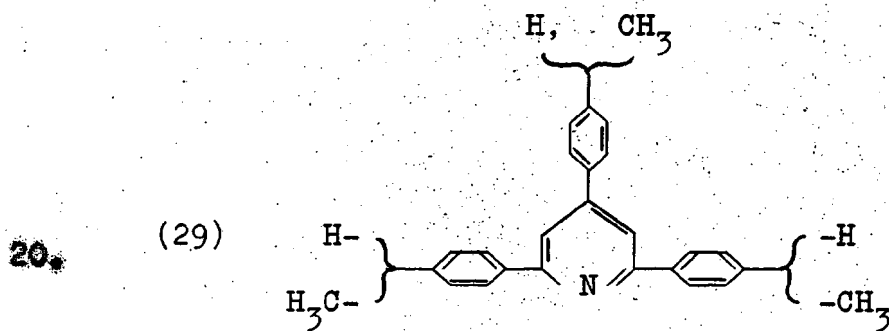
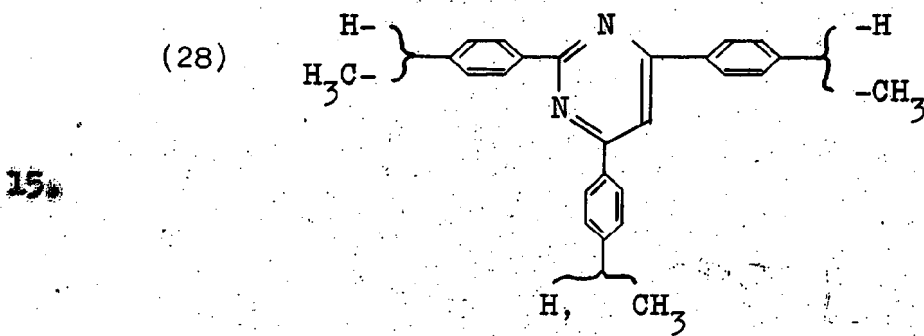
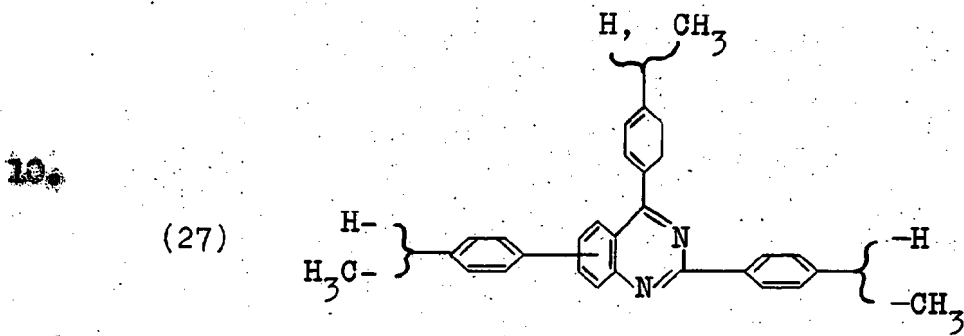
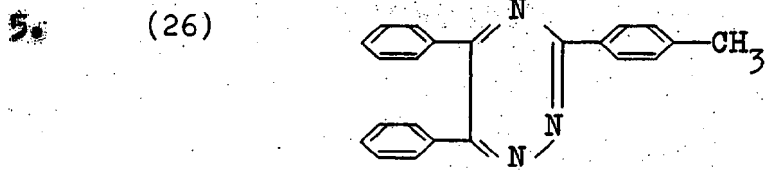
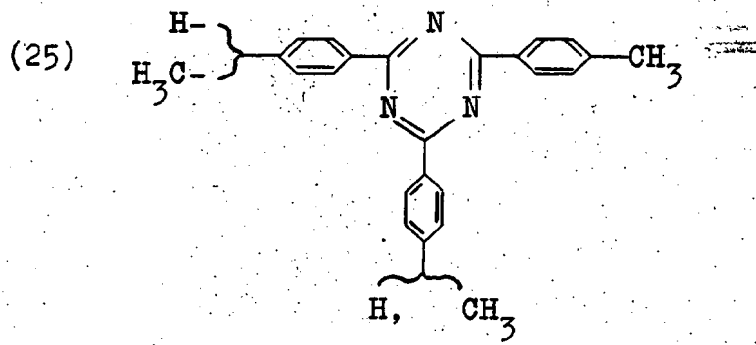


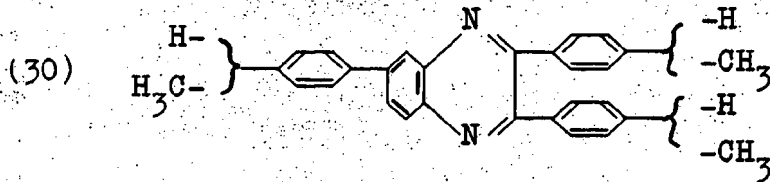
20. (23)



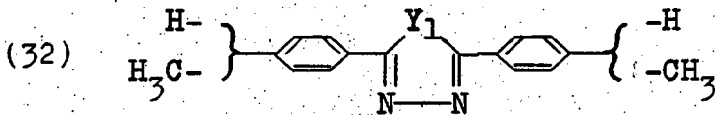
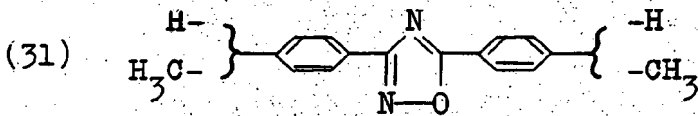
(24)



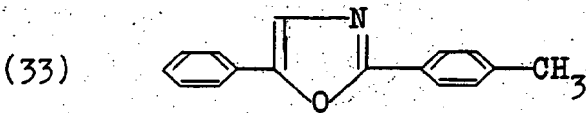




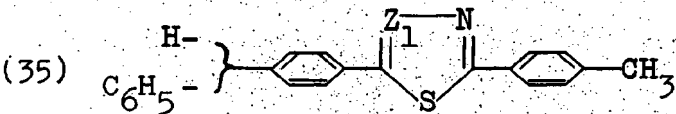
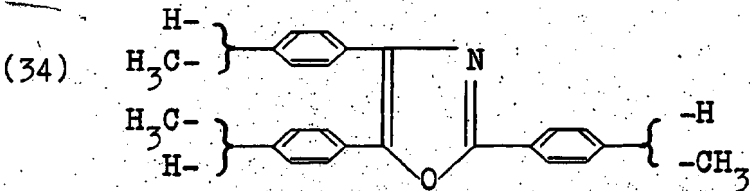
5.

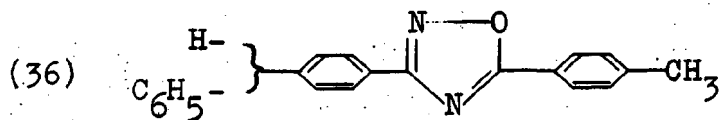


10.

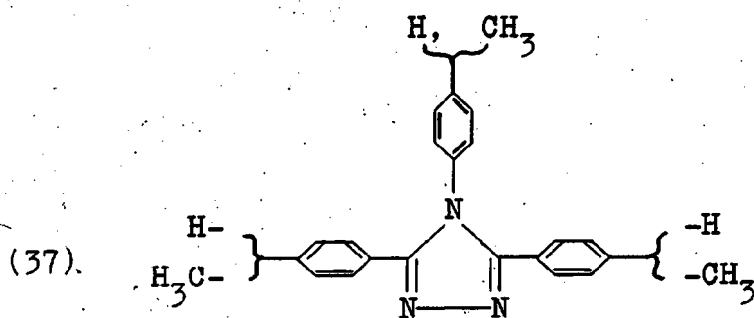


15.

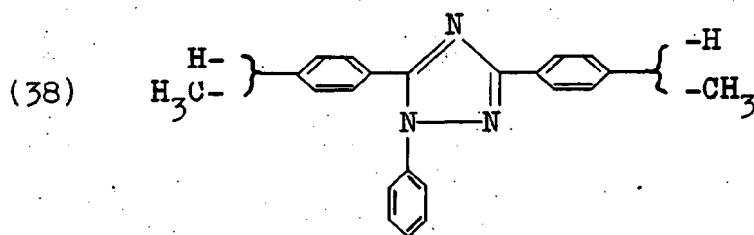




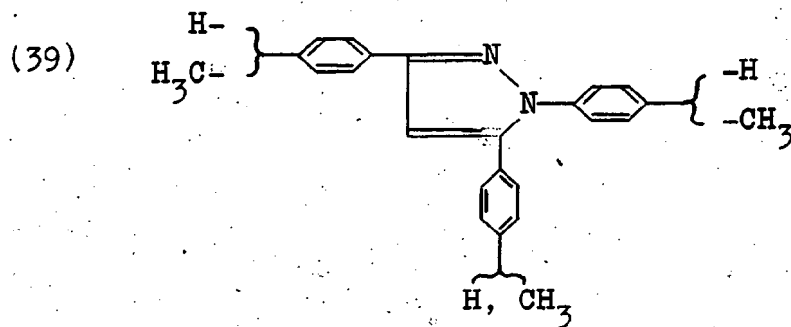
5.



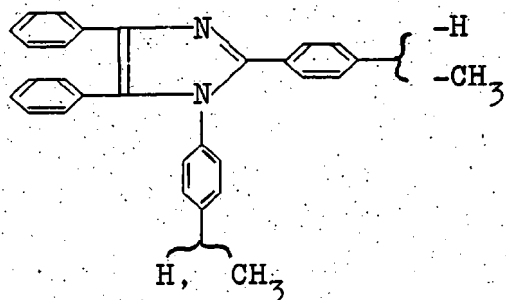
10.



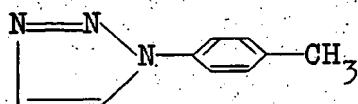
15.



(40)

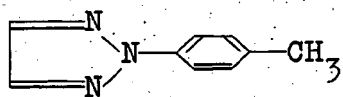


(41)



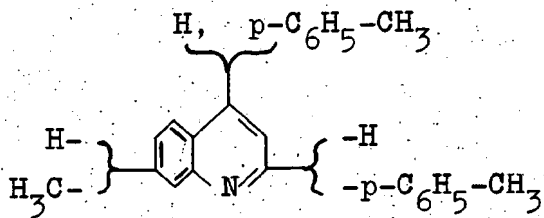
10.

(42)



15.

(43)



Para las fórmulas anteriores valen todavía...
las indicaciones siguientes:

5. 1) Los radicales fenílicos terminales pueden contener aún otros sustituyentes de la serie de alquilo (en particular, con 1 a 4 átomos de carbono), halógeno (en particular, cloro) o alcoxilo (en particular, con 1 a 4 átomos de carbono).
10. 2) Los radicales fenílicos en los anillos s-triazínicos pueden contener todavía grupos metílicos.
- 3) A los productos de sustitución de los compuestos de la fórmula (19) deben sumarse también los correspondientes 6-fenil-benzoxazoles, así como los 1- y 2-naf-toxazoles.
15. 4) La indicación $\left. \begin{array}{l} \text{H} \\ \text{H}_3\text{C} \end{array} \right\}$ significa que debe hallarse un átomo de hidrógeno o un grupo metílico, pero en toda la molécula por lo menos un grupo metílico.
- 5) Los símbolos Y_1 y Z_1 significan
$$Y_1 = -\text{O}- \quad \text{o bien} \quad -\text{S}-$$
$$Z_1 = =\text{N}- \quad \text{o bien} \quad =\text{CH}-$$
20. (lo mismo que en los Ejemplos correspondientes).
- 6) La indicación $\left. \begin{array}{l} \text{H}- \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} \right\}$ significa que en este lugar puede hallarse un átomo de hidrógeno o un grupo fenílico.

- Como se desprende del sumario anterior, son asequibles en principio a la reacción de este invento todos los derivados p-metilfenílicos de los heterociclos nitrogenados de carácter aromático, y aquí conviene señalar una vez más, en resumen, a los tipos más importantes, a saber, a los derivados de esta índole del pirrol, de los pirazoles, de los triazoles (1,2,3-, 1,2,4- o 1,3,4-), del tetrazol, de la piridina, de la pirimidina, de la piracina, de la quinazolina, de la quinoxalina, de las quinolinas, de las triazinas (1,3,5-, 1,2,4-, 1,2,3-), de los oxodiazoles (1,2,4- o 1,3,4-), de los benzo- y nafto-oxazoles, de los (iso)-oxazoles, de los imidazoles y asimismo de los respectivos sistemas cíclicos condensados con anillos benzenicos o naftalínicos, siempre que no se hayan citado ya.
- La base Schiff utilizables en el procedimiento aquí expuesto como segundo componente de la reacción debe (como lógicamente se comprende) carecer de grupos metílicos reactivos, por ejemplo de los que se hallan en posición para respecto a la agrupación azometínica. Las bases Schiff que entran en consideración constituyen a su vez los productos de condensación (conocidos) de aldehidos de carácter aromático con aminas primarias (de naturaleza alifática, aromática o heterocíclica) cuyo grupo amínico está ligado a un átomo de carbono terciario. Los compuestos de esta índole pueden describirse por consiguiente como

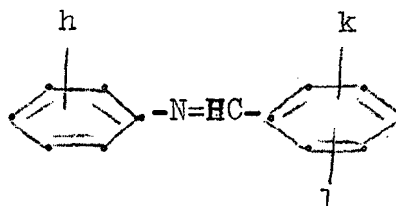


compuestos azometínicos de la fórmula (45) $\text{Ar-CH=N-C(tercario)} \leq$, donde Ar significa un radical aromático. Aquí, tanto uno de los componentes como ambos componentes necesarios para la síntesis de la base Schiff (aldehído y amina) pueden

5. den contener todavía otros substituyentes (con la condición de la limitación anterior). Pero como el radical de amina, y en particular de anilina, se disocia durante la reacción y ya no aparece en el producto final, la presencia de substituyentes no está aquí, por lo general, indicada ni es interesante. A pesar de todo, también en este anillo pueden hallarse substituyentes que no estorben ni impidan la reacción; por ejemplo, átomos de cloro. El radical bencénico ligado al grupo =HC- puede llevar, por ejemplo, átomos de halógeno, como bromo o cloro, o grupos de alcoxilo, como metoxilo o etoxilo. Interés preferente tienen las bases Schiff de aldehídos aromáticos con anilinas, o sea los anillos de aldehídos aromáticos. Tales anillos corresponden, por ejemplo, a la fórmula
- 10.
- 15.

20.

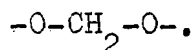
(44)



en la que

k y l pueden ser iguales o diferentes y significan átomos de hidrógeno, átomos de cloro o grupos de metoxilo, mientras que

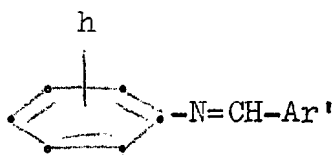
5. h representa cloro o, de preferencia, hidrógeno; k y l, contiguos, pueden formar también un grupo:



Otra variante importante de los anillos aromáticos corresponde a la fórmula

10.

(45a)



en la que

15. h (igual que antes) representa un átomo de hidrógeno o cloro y

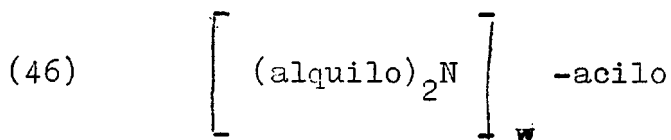
Ar' significa un radical naftílico o difenílico. Como monoaldehidos aptos para la síntesis de estas bases Schiff cabe citar, a título de ejemplos:

20. - aldehidos de la serie bencénica, como el benzaldehido, o sus análogos halogenados, como los análogos mono- y di-cloro,
- alcoxibenzaldehidos, como el p-metoxi-benzaldehido,
- benzaldehidos clorados, siempre que no contengan

- ningún grupo de p-metilo, como los aldehidos de toluilo, xililo o cumoílo,
- el metilendioxi-benzaldehido (piperonal),
 - el 4-dimetilamino-benzaldehido,
 - 5. - el 4-dietilamino-benzaldehido,
 - el difenil-aldehido;
 - aldehidos de la serie naftalínica, como alfa- y beta-naftaldehido, y
 - aldehidos heterocíclicos, como por ejemplo el furfurolo y el tiofenaldehido.
- 10.

En calidad de aminas apropiadas cabe citar, por ejemplo, las anilinas, las naftilaminas o, como representante alifático, la butilamina terciaria.

- Los compuestos de la fórmula (1) se hacen reaccionar con los anilos de aldehido en presencia de un disolvente orgánico fuertemente polar, neutro hasta alcalino, que carezca de átomos (en particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por metales alcalinos. Los disolventes de esta índole están representados particularmente por las acilamidas dialquiladas, de preferencia las del tipo
- 15.
- 20.



donde

"alquilo" significa un grupo alquílico inferior (de 1 a 4 átomos de carbono), en particular un grupo metílico,

5. "acilo" significa el radical de un ácido carboxílico inferior (de 1 a 4 átomos de carbono), en particular del ácido fórmico o del ácido acético, o del ácido fosfórico y

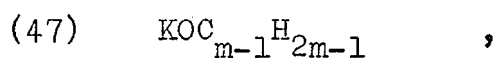
w indica la basicidad del ácido.

10. Como representantes importantes de tales disolventes cabe señalar: la dimetilformamida, la dietilformamida, la dimetilacetamida y la triamida de ácido hexametil-fosfórico. Entran también en consideración mezclas de disolventes.

Para la reacción se necesita además un com-

15. puesto alcalino fuertemente básico. Por "compuestos alcalinos fuertemente básicos" cabe entender en el cuadro de este invento los compuestos de los metales alcalinos (grupo principal I del sistema periódico de los elementos), incluido el amonio, que presentan una intensidad básica por lo menos parecida a la del hidróxido de litio. Pueden ser, por lo tanto, compuestos de litio, sodio, potasio, rubidio, cesio o amonio del tipo, por ejemplo, de los alcoholatos, los hidróxidos, las amidas, los hidruros, los sulfuros o cambiadores fuertemente básicos de iones. Se emplean con
20. ventaja (sobre todo cuando aparecen indicadas condiciones de reacción suaves respecto a la temperatura de reacción)
- 25.

los compuestos potásicos de la composición



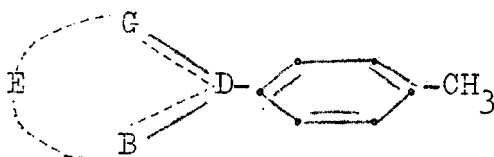
en la que

m representa un número entero por valor de 1 a 6,

5. como por ejemplo el hidróxido potásico o el butilato potásico terciario. En el caso de alcoholatos alcalinos y amidas (o hidruros) alcalinos, debe actuarse en medio prácticamente anhidro, mientras que con los hidróxidos alcalinos están permitidos contenidos de agua hasta el 25% (por ejemplo, contenidos de agua de cristalización). En el caso
10. del hidróxido potásico, se ha demostrado conveniente un contenido de agua hasta el 10% aproximadamente. Como ejemplos de otros compuestos alcalinos utilizables cabe citar: el metilato sódico, el hidróxido sódico, la amida sódica,
15. la amida lítica, el hidróxido lítico, el hidróxido de rubidio, el hidróxido de cesio, etc. Desde luego, también es factible actuar con mezclas de tales bases.

20. Una modalidad de realización de importancia práctica en este invento consiste, conforme a las indicaciones que anteceden, en hacer reaccionar anillos de aldehidos de la serie bencénica y de la serie naftalínica con compuestos que corresponden a la fórmula

(48)

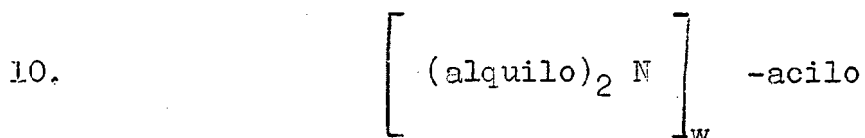


5. en la que
- a) G, B y D significan cada uno un átomo cíclico de un sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros, representando uno, por lo menos, de los símbolos G, B y D un átomo de nitrógeno
10. D puede, en lugar de nitrógeno, significar también un átomo de carbono y G, lo mismo que B, pueden representar átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos,
15. b) E representa el complemento de miembros cíclicos para el sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros, que contiene átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos, y
20. c) el anillo formado junto con el símbolo E puede

contener otros substituyentes más, que carezcan de átomos (en particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por álcali,

efectuando esta reacción en presencia de un compuesto alcalino con una intensidad básica por lo menos igual a la del hidróxido lítico (de preferencia, butilato potásico terciario o hidróxido potásico), en un disolvente que corresponda a la fórmula

5. calino con una intensidad básica por lo menos igual a la del hidróxido lítico (de preferencia, butilato potásico terciario o hidróxido potásico), en un disolvente que corresponda a la fórmula



en la que

15. "alquilo" significa un grupo alquílico inferior,
"acilo" significa el radical de un ácido carboxílico alifático inferior o del ácido fosfórico y
w significa la basicidad del ácido,

de preferencia dimetilformamida.

20. Es conveniente que los compuestos de la fórmula (1) se hagan reaccionar con los anilos de aldehído en cantidades equivalentes, de manera que no exista un exceso importante de ninguno de los componentes. Del compuesto alcalino se emplea con ventaja por lo menos la cantidad equivalente, es decir, por lo menos 1 mol de un compuesto con

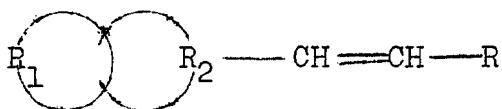
un grupo KO, por ejemplo, por 1 mol de anilo de aldehído. Cuando se emplea hidróxido potásico, se utiliza preferentemente una cantidad 4 a 8 veces mayor.

La reacción de este invento puede efectuarse

5. generalmente a temperaturas del orden de unos 10 a 150°C. Si en la reacción se emplean como compuesto potásico alcoholatos, no se necesita, por lo general, ninguna aportación de calor. Se procede, por ejemplo, añadiendo la anilina de aldehído a la mezcla del compuesto de la fórmula (1), el
10. disolvente y el alcoholato potásico a temperatura entre 15 y 30°C, de conveniencia con agitación y con exclusión del aire, después de lo cual la reacción se desarrolla sin más, con ligero aumento de temperatura. Si se emplea hidróxido potásico suele ser necesario actuar a temperatura más
15. alta. Por ejemplo, se calienta la mezcla reaccional lentamente a temperatura de 30 a 100°C y luego se la mantiene a este nivel durante algún tiempo, por ejemplo de $\frac{1}{2}$ hora a 2 horas. De la mezcla reaccional pueden elaborarse las materias finales por métodos usuales, ya de sí conocidos.
20. Los compuestos obtenibles por el procedimiento aquí expuesto se conocen en parte. Son nuevos, entre otros, los compuestos de la composición siguiente:

25.

(49)



en la que

5. R_1 significa un sistema cíclico heterocíclico que contiene un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros, con dos miembros cíclicos vecinos ligados directamente a R_2 , y por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo,

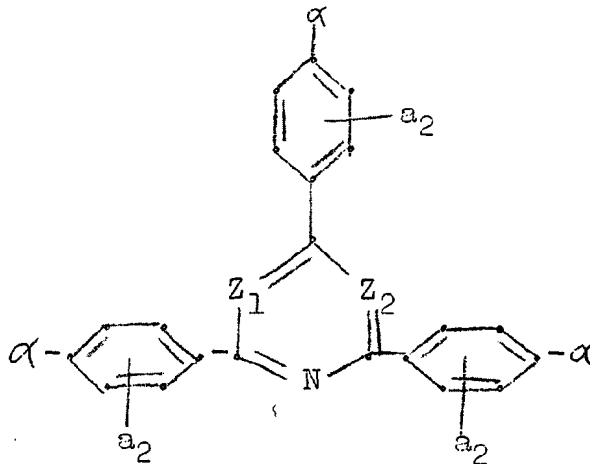
10. R_2 significa un anillo bencénico condensado con el anillo heterocíclico, en el que los dos átomos de carbono pertenecientes a ambos anillos y el átomo de carbono ligado al grupo $-CH=$ se hallan en posición 1,2,4 unos respecto a otros, y

II. R significa un radical aromático
Compuestos de la fórmula

15.

(50)

20.

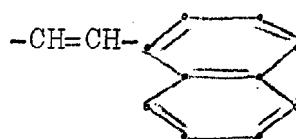
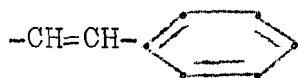


en la que

a_2 representa hidrógeno, halógeno, el grupo metálico o el grupo metoxílico,

Z_1 y/o Z_2 significan un miembro cíclico =CH- o =N- y

5. α representa un átomo de hidrógeno, un radical fenílico o un radical de la serie



10.



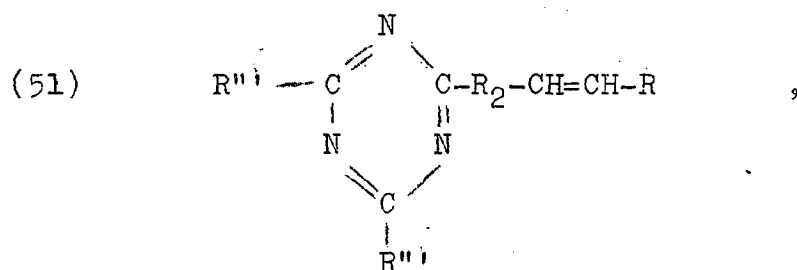
15.. en cuyo caso

I) por lo menos un radical α es distinto de hidrógeno o de fenilo y tiene el significado de uno de los otros radicales indicados para α ; y

II) los radicales fenílicos o naftílicos terminales pueden

20. contener todavía 1 a 3 grupos alquílicos, 1 a 2 átomos de halógeno o un grupo alcoxílico.

III. Compuestos de la fórmula



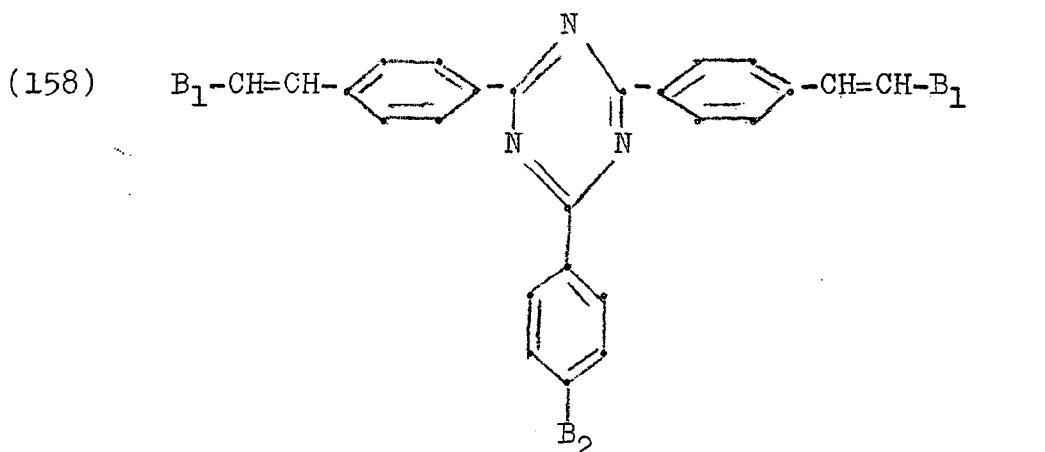
en la que

10. R''' significa un radical orgánico ligado por un anillo bencénico al anillo triacínico,

R2 significa un radical bencénico ligado en posición 1,4 al anillo triacínico y al grupo -CH= y

R significa un radical aromático.

15. IV. Derivados triacínicos de la fórmula



en la que

B_1 representa un radical fenílico o difenílico y

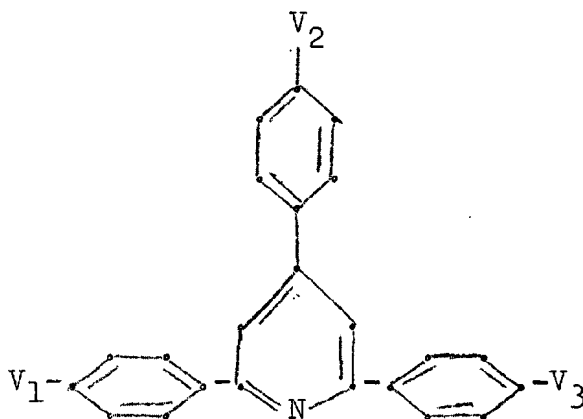
B_2 representa hidrógeno, un radical fenílico o un grupo alquílico con 1 a 4 átomos de carbono,

5. mientras que los radicales fenílicos terminales pueden contener un grupo alquílico provisto de 1 a 4 átomos de carbono, o bien halógeno o un grupo metoxílico.

V. Derivados peridínicos de la fórmula

15.

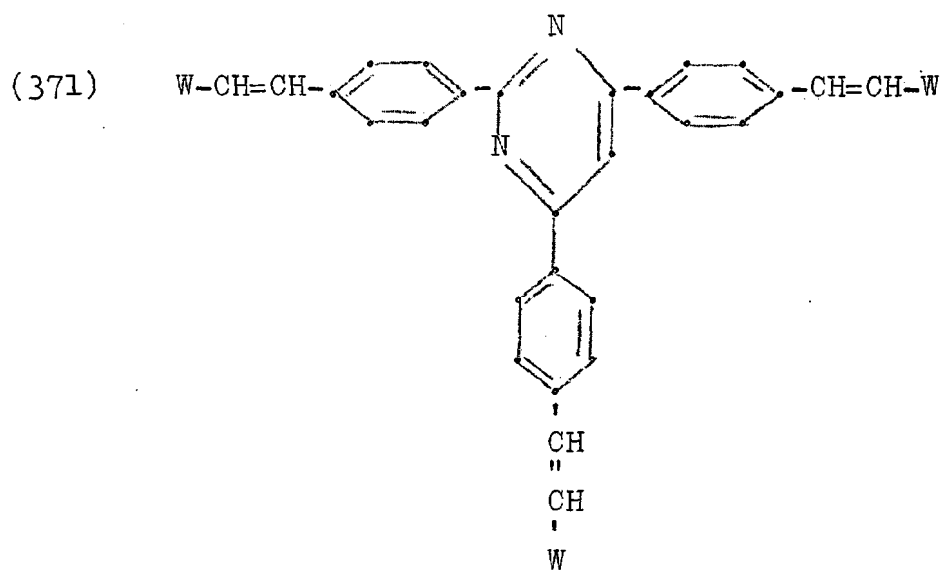
(363)



en la que

20. V_1 , V_2 o V_3 representan hidrógeno, un radical estirílico o un radical p-fenilestirílico, pero uno por lo menos de los radicales V es distinto de hidrógeno.

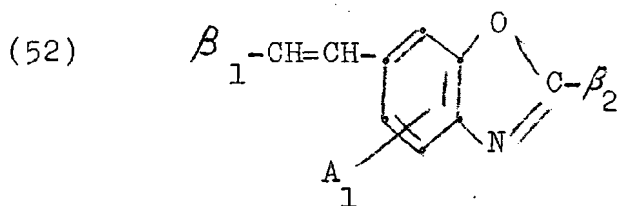
VI. Derivados de pirimidina de la fórmula



en la que

W significa un radical fenílico, difenílico, 1-naftílico o 2-naftílico.

15. VII. Compuestos de la fórmula



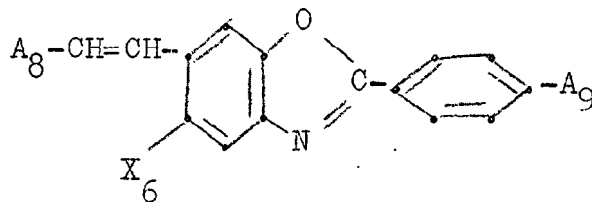
en la que

- A_1 representa un átomo de hidrógeno, un grupo metílico o un átomo de halógeno,
5. β_1 significa un radical de la serie fenilo, difenilo, 1-naftilo o 2-naftilo y
- β_2 representa un radical de la serie fenilo, difenilo, estirilo, estilbenilo, p-fenil-estilbenilo, 1-naftilo o 2-naftilo,
10. en tanto que los radicales fenílicos o naftílicos terminales pueden contener aún 1 a 3 grupos alquílicos, 1 a 2 átomos de halógeno o un grupo alcoxílico.

VIII. Derivados benzoxazólicos de la fórmula

15.

(111)

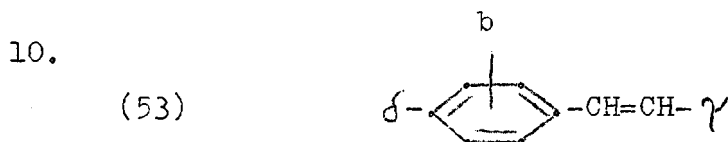


20. en la que

- X_6 representa hidrógeno o un grupo metílico,
- A_8 significa un grupo fenílico, un grupo difenílico o un grupo 1- o 2-naftílico y

5. A_9 representa hidrógeno, halógeno, un grupo alquí-
lico provisto de 1 a 4 átomos de carbono, un
grupo estirílico o un grupo p-fenilestirílico,
en tanto que los grupos fenílicos o naftílicos
terminales pueden contener aún 1 a 3 grupos al-
quílicos, 1 o 2 átomos de halógeno o un grupo
alcoxílico.

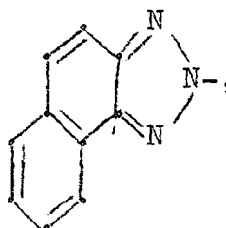
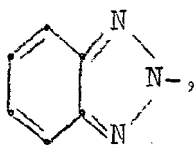
IX. Compuestos de la fórmula

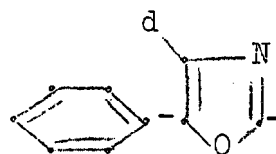
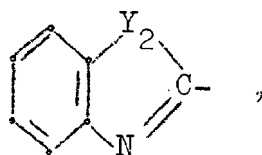


en la que

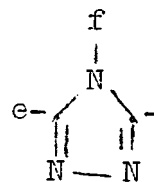
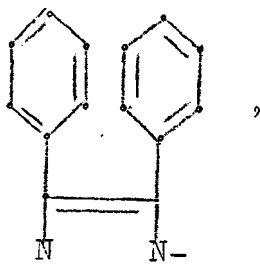
15. b representa un átomo de hidrógeno o un grupo
metílico,
 γ representa un radical p-isopropilfenílico, di-
fenílico o 1- o 2-naftílico y
 δ significa un radical de la serie

20.

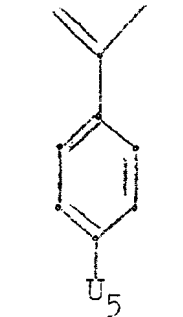




5.



10.



15.

donde

I) \underline{d} representa hidrógeno o fenilo,

\underline{e} y \underline{f} representan fenilo, estilbenio, p-fenilestilbenilo o benzoetilbenilo y el símbolo

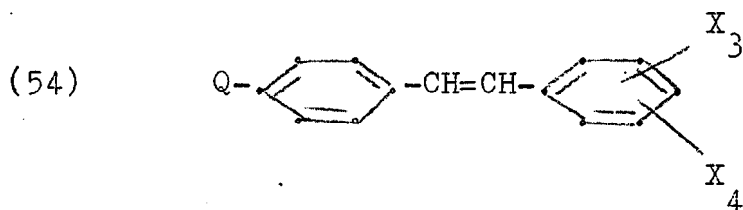
10. Y_2 representa un miembro puente -O-, -NH- o -N(alquilo)-; mientras que

II) U_5 significa hidrógeno, un radical estirílico o un radical p-fenilestirílico, y

III) los radicales terminales fenílicos o naftílicos pueden contener 1 a 3 grupos alquílicos, 1 a 2 átomos de halógeno o un grupo alcoxílico.

5.

X. Compuesto de la fórmula general



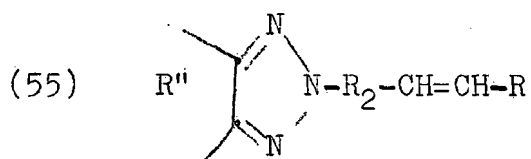
10.

en la que el símbolo

15. Q representa un radical benzotriazólico, naftotriazólico, 2-benzoxazólico, 2-naftoxazólico, benzodiazínico, 2-oxazólico, s-triazínico, as-triazínico, oxdiazólico (eventualmente, aril-substituído) o benzotiazólico, mientras que

20. X_3 y X_4 significan grupos alquílicos ramificados, o bien uno de los sustituyentes X_3 y X_4 significa un grupo fenílico o dos sustituyentes vecinos significan un anillo carbocíclico yuxtacondensado.

XI. Compuestos de la fórmula



5. en la que

R'' significa un anillo bencénico o naftalínico condensado con el anillo triazólico de la manera que indican las rayas de valencia,

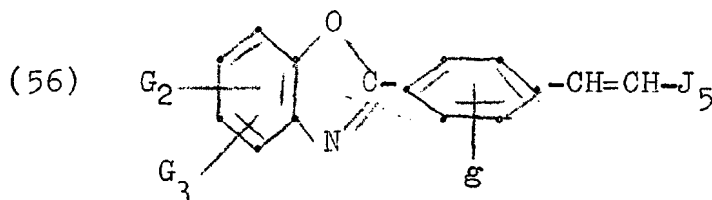
10.

R₂ significa un radical bencénico ligado en posición 1,4 al anillo triazólico y el grupo -CH= y

R significa un radical p-isopropilfenílico, bifenilílico o naftílico.

XIII. Compuestos oxazólicos de la fórmula

15.



20. en la que

G₂ significa hidrógeno, un grupo alquílico con 1

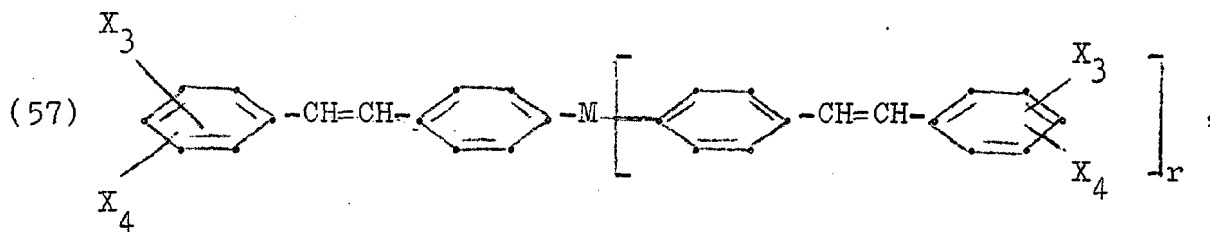
a 4 átomos de carbono, un grupo fenílico, un grupo fenilalquilico con 1 a 4 átomos de carbono en el grupo alquilico, halógeno o un grupo sulfonamídico,

5. G_3 representa hidrógeno o un grupo alquilico o bien, junto con un radical G_2 vecino y el anillo benzenico junto al cual se hallan estos radicales G , puede formar un anillo naftalínico,

g representa hidrógeno o metilo y

10. J_5 significa un radical p-isopropilfenílico, difenílico o 1- o 2-naftílico, en cuyo caso los radicales terminales denílicos o naftílicos pueden contener todavía 1 a 3 grupos alquilicos, 1 a 2 átomos de halógeno o un grupo alcoxílico.

15. XIII. Compuestos de la fórmula



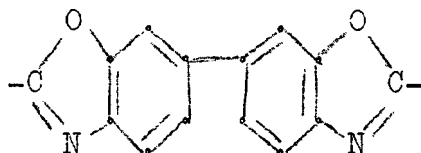
20.

en la que

M representa un radical 1,2,4-oxdiazólico, 1,3,4-triazólico, tiadiazólico, s-triazínico o bis-

benzoxazólico de la fórmula

(57a)



5.

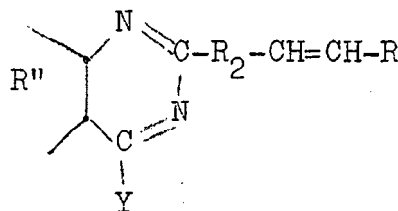
X_3 y X_4 significan grupos de hidrógeno, de halógeno, de alquilo (de cadena recta y de cadena ramificada) o de alcoxilo, o bien uno de los sustituyentes X_3 y X_4 significa un grupo fenílico o dos sustituyentes vecinos significan un anillo carbocíclico yuxtacondensado; y

10.

r representa los números 1 o 2.

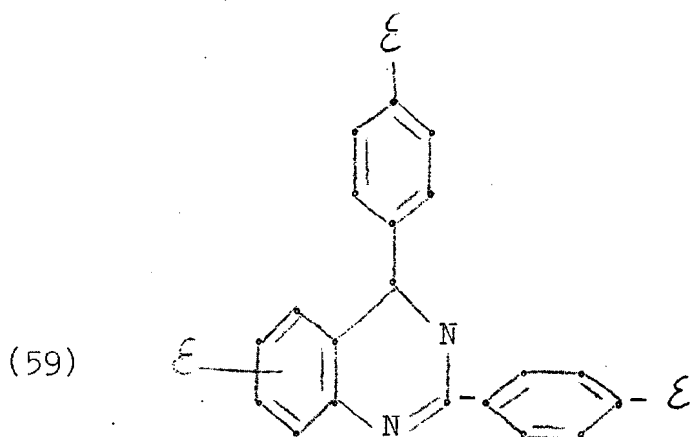
XIV. Compuestos de la fórmula

15.



20. en la que

- R'' significa un anillo bencénico condensado con el anillo diazínico de la manera indicada por las rayas de valencia,
5. Y significa un átomo de hidrógeno o un radical bencénico,
- R₂ significa un radical bencénico ligado en posición 1,4 al anillo diazínico y al grupo -CH=
- R significa un radical aromático.
- XV. Compuestos de la fórmula

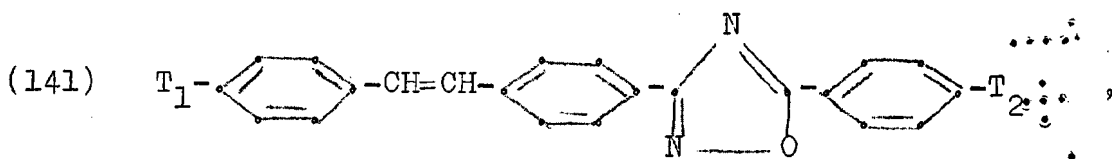


15.

en la que de los radicales

- ε uno o dos representan un radical estirílico o p-fenilestirílico, mientras los restantes significan átomos de hidrógeno.
- 20.

XVI. Compuestos de la fórmula



5. en la que

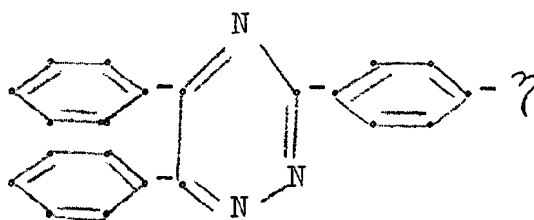
T_1 representa hidrógeno o un radical fenílico y

R_2 representa hidrógeno, un radical estirilico o un radical p-fenilestirilico.

XVII. Compuestos 1,2,4-triazínicos de la fórmula

10.

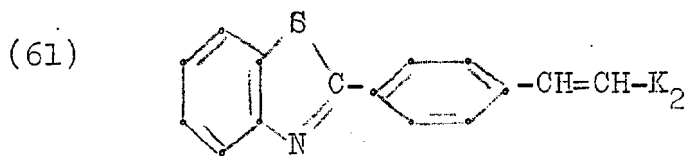
(60)



15. en la que

ζ representa un radical estirilico o p-fenilestirilico.

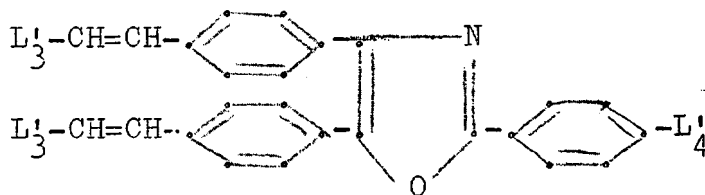
XVIII. Compuestos benzotiazólicos de la fórmula



5. en la que

K_2 representa un radical difenílico o 1- o 2-naftílico.

XIX. Compuestos de la fórmula



en la que

15. L'_3 significa un radical difenílico o maftílico y
 L'_4 significa hidrógeno, un radical estirílico o un radical p-fenilestirílico.

XX. Compuestos de la fórmula

(306)

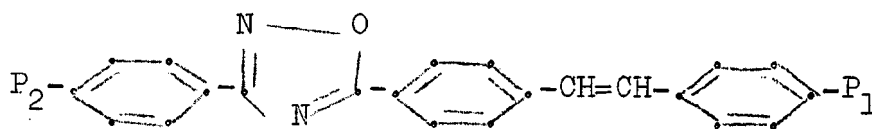


en la que

M_1 y M_2 representan hidrógeno o fenilo, mientras que Z_1 representa un miembro puente $=CH-$ o $=N-$.

XXI. Compuestos de la fórmula

(314)



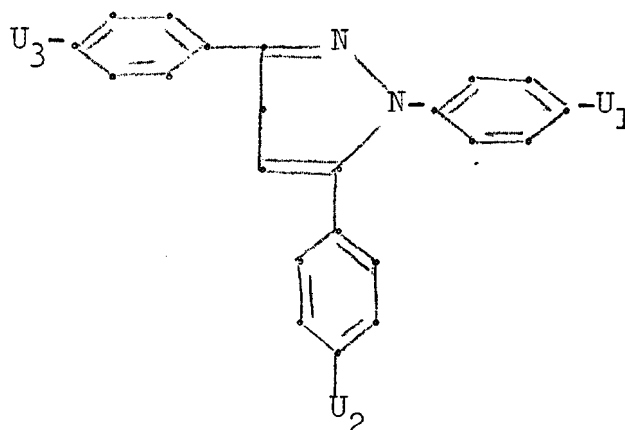
en la que

P_1 representa hidrógeno, un grupo alquílico provisto de 1 a 6 átomos de carbono o un grupo fenílico y

P_2 representa hidrógeno o un grupo fenílico.

XXII. Compuestos de la fórmula

(340)



5.

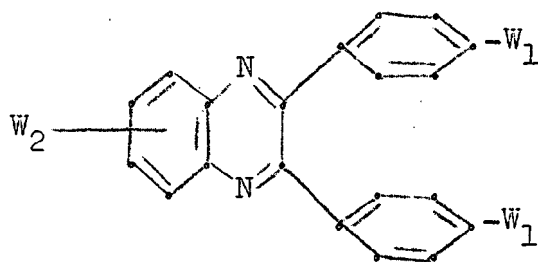
en la que

U_1 , U_2 y U_3 significan un átomo de hidrógeno, un radical estirílico o un radical fenilesterílico, y uno por lo menos de los símbolos U es distinto de hidrógeno

XXIII. Compuestos de la fórmula

15.

(379)

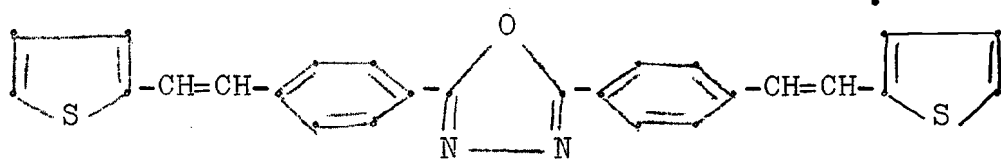


20. en la que

W_1 y W_2 significan un átomo de hidrógeno, un grupo estirílico o un grupo p-fenilestirílico, pero uno por lo menos de los símbolos W es distinto de hidrógeno.

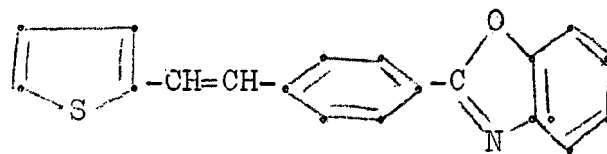
5. XXIV. Compuestos de la fórmula

(386)



10. o de la fórmula

(387)



15. cuyos anillos aromáticos terminales pueden contener todavía grupos alquílicos. átomos de halógeno o grupos alcoxílicos.

En estas fórmulas reseñadas con las cifras I a XXIV, son también posible como grupos alquílicos, en prin-

cipio, los grupos alquílicos de cadena larga; pero la mayoría de las veces entran en consideración prácticamente los grupos alquílicos que contienen hasta unos 8 átomos de carbono, preferentemente los que contienen de 1 a 4 átomos de carbono y, en especial, los de cadena ramificada.

5. Aún cuando en los grupos alcoxílicos son posibles también miembros más elevados, es decir, que contengan 4 y más átomos de carbono, así como grupos polialquilenoxílicos, la mayor importancia práctica corresponde a los grupos alcoxílicos que contienen de 1 a 4 átomos de carbono.
10. Entre los halógenos que se han citado tiene particular interés el cloro.

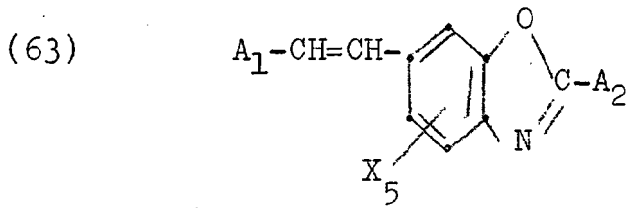
- Los nuevos compuestos de las fórmulas indicadas en los grupos anteriores I a XXIV pueden emplearse como productos intermediarios, por ejemplo para la preparación de colorantes o productos farmacéuticos. En los nuevos compuestos pueden introducirse también ulteriormente, por métodos ya de sí conocidos, grupos hidrosolubilizantes ácidos.
- 15.

- Gran números de compuestos de la fórmula general (49), en particular los de las fórmulas (50), (51), (52), (53), (54), (55), (56), (57), (61), (111), (158), (306), (363) y (371), pueden (según asimismo se ha descubierto) emplearse como aclaradores ópticos, con tal de que no contengan ningún grupo cromóforo.
- 20.

25. Desde el punto de vista de un empleo como acla-

radadores ópticos para los más diversos materiales orgánicos en los que es apreciable una aclaración óptica, los tipos de compuestos asequibles ventajosamente por el procedimiento antes expuesto pueden clasificarse también como sigue:

5. a) Compuestos de la fórmula



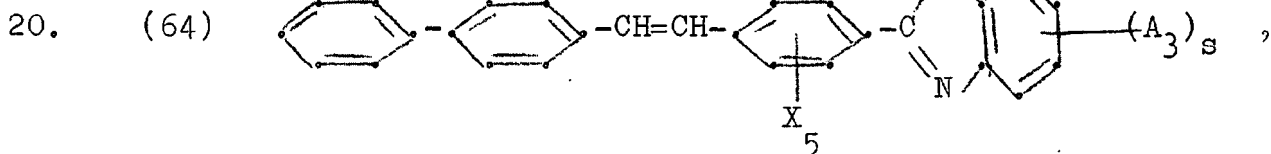
en la que

A_1 significa un radical fenílico, difenilílico o naftílico,

A_2 significa un radical fenílico, difenílico, naftílico o estilbenílico y

X_5 representa hidrógeno, alquilo o halógeno.

15. b) Compuestos de la fórmula



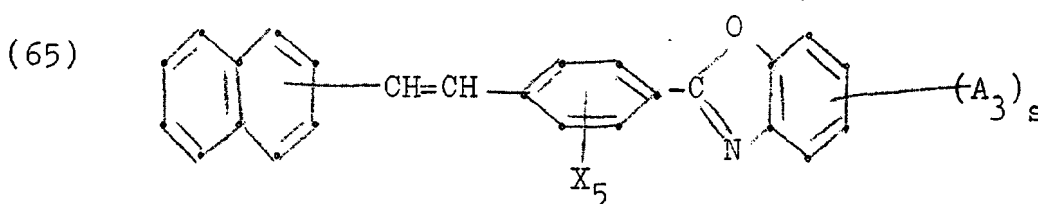
en la que

5. A_3 representa hidrógeno, un grupo alquílico con 1 a 18 átomos de carbono, un radical arílico (en particular, fenílico), un radical aralquílico (en particular, fenil- C_{1-4} -alquílico) o un átomo de halógeno,

s significa un número entero por valor de 1 a 3, de preferencia 1, y

X_5 representa hidrógeno, alquilo o halógeno.

10. c) Compuestos de la fórmula



15.

en la que

20. A_3 representa hidrógeno, un grupo alquílico con 1 a 18 átomos de carbono, un radical arílico (en particular, fenílico), un radical aralquílico (en particular, fenil- C_{1-4} -alquílico) o un átomo de halógeno,

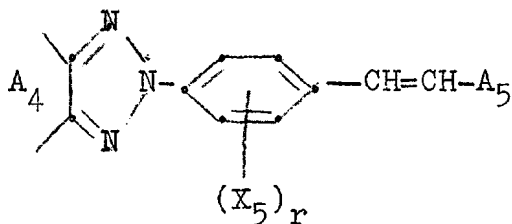
s significa un número entero por valor de 1 a 3

de preferencia 1, y
 X_5 representa hidrógeno, alquilo o halógeno.

d) Compuestos de la fórmula

5.

(66)



10. en la que

A_4 representa el complemento del anillo bencénico o naftalínico,

A_5 significa un radical difenilílico o naftílico y

X_5 representa hidrógeno, alquilo o halógeno,

15.

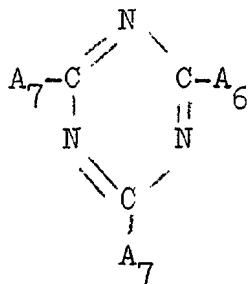
mientras que

r representa 1 o 2.

e) Compuestos de la fórmula

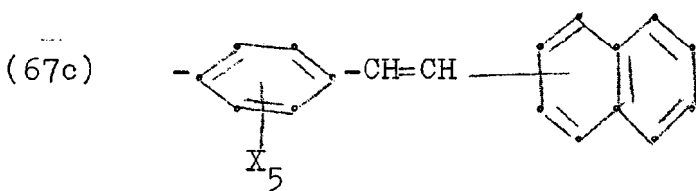
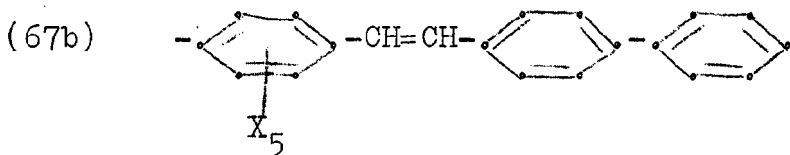
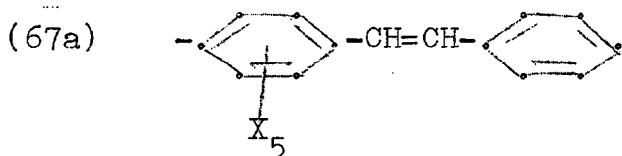
20.

(67)



en la que

A₆ significa un radical de la serie



15. A₇ significa un radical fenílico, difenílico o naftílico o un radical R₆

y los citados radicales aromáticos pueden contener todavía uno o dos sustituyentes X₅ con el significado de hidrógeno, alquilo o halógeno, preferentemente en los núcleos fenilénicos designados con A₆

20.



Los tipos de compuestos que se han destacado aquí respecto a su acción aclaradora tienen, en estado de disolución o de división fina, una fluorescencia más o menos marcada. Sirven para la aclaración óptica de los más

5. diversos materiales orgánicos de origen natural o sintético, o respectivamente de materiales que contienen sustancias de dicha índole, para los cuales interesa una aclaración óptica. Como materiales de esta clase cabe citar a título de ejemplos, y sin que la enumeración que sigue constituya ninguna limitación al respecto, los siguientes grupos de materiales orgánicos:
 - I. Materiales orgánicos sintéticos de peso molecular alto, como
 15. A) productos de polimerización a base de compuestos orgánicos que contengan por lo menos un enlace doble polimerizable de carbono-carbono (homopolimerizados o copolimerizados, lo mismo que sus productos de tratamiento ulterior, como productos de reticulación, de injerto o de desintegración, cortes de polimerizado, etc.), como ejemplos de los cuales cabe citar: polimerizados a base de ácidos carboxílicos alfa,beta-insaturados (por ejemplo, compuestos acrílicos), de hidrocarburos olefínicos, de compuestos de vinilo y vinilideno, de hidrocarburos halogenados, de aldehidos y cetonas insaturados, de compuestos alílicos, etc.; además, productos de polimeriza-
 - 20.
 - 25.

- ción como los que son asequibles por abertura del anillo (por ejemplo, poliamidas del tipo del policaprolactamo); y polimerizados de formaldehído, o polímeros de formaldehído, asequibles tanto mediante poliadicción como mediante poli-
5. condensación, como poliéteres, poliacetales y tioplastos;
- B) productos de policondensación o precondensados a base de compuestos bifuncionales o polifuncionales con grupos condensables, sus productos de homocondensación y de condensación mixta, así como productos del tratamiento ulterior (por ejemplo, poliésteres, saturados e insaturados, no ramificados y ramificados), poliamidas, resinas de maleinato, sus precondensados y productos de estructura análoga, policarbonatos, resinas de silicón y otros;
- 10.
15. C) productos de poliadicción, como poliuretanos (reticulados y no reticulados) y resinas epóxicas.
- II. Materiales orgánicos semisintéticos, como por ejemplo ésteres de celulosa, nitrocelulosa, éter de celulosa, celulosa regenerada o sus productos de tratamiento ulterior y materiales orgánicos sintéticos de caseína.
- 20.
- III. Materiales orgánicos naturales de origen animal o vegetal, por ejemplo a base de celulosa o proteínas, como la lana, el algodón, la seda, el cuero, las pastas de madera en distribución fina, las resinas naturales y asimismo el
25. caucho, la gutapercha, la bálata y sus productos de tratamiento anterior y de modificación.

- Los materiales orgánicos que entran en consideración pueden hallarse en los estados de elaboración más diversos (materias primas, semifabricados o productos acabados) y en los estados de agregación más diversos. Pueden hallarse, de una parte, en forma de las estructuras moldeadas más diversas; por ejemplo, como placas, perfiles, piezas de fundición inyectada, recortes, granulados, espumas, películas, hojas, barnices, cintas, revestimientos, impregnaciones y estratificaciones o hilos, fibras, copos, cerdas o alambres. Dichos materiales pueden de otra parte hallarse también en estados no moldeados, en las formas de división y estados de agregación, homogéneos y no homogéneos, más diversos; por ejemplo, como polvos, soluciones, emulsiones, dispersiones, solcos, geles, masillas, pastas, ceras, masas para pegar, masas para espatular, etc.
- 5.
- 10.
- 15.

- Los materiales fibrosos pueden hallarse, por ejemplo, en forma de hilos sin fin, fibras cortadas o hebra, copos, artículos extruídos, filamentos, hilos torcidos, vellón de fibra, fieltros, guatas, estructuras de floculación, tejidos textiles o ventajes textiles, géneros de punto y asimismo de papeles, cartones o pastas para papel, etc.
- 20.

- En calidad de aclaradores, estos compuestos pueden añadirse a dichos materiales antes de la deformación o durante ella. Así, por ejemplo, en la preparación de películas y otros cuerpos moldeados se los puede añadir a la
- 25.

masa de prensa o disolver, dispersar o distribuir finamente de algún otro modo en la masa para hilar antes de la hilatura.

Los aclaradores ópticos pueden añadirse también a las sustancias de partida, a las mezclas para reacción a los pro-

5. ductos intermedios para la preparación de materiales orgánicos totalmente sintéticos o semisintéticos, o sea también antes de la reacción química o durante ella, por ejemplo en una policondensación, una polimerización o una poliadición.

10. Los nuevos aclaradores ópticos pueden, como es lógico, utilizarse también en todos los casos en que materiales orgánicos del tipo antes expuesto se combinan en alguna forma con materiales inorgánicos. Se distinguen por estabilidad al calor, a la luz y a la migración sumamente buenas.

15. La cantidad de los nuevos aclarados ópticos que cabe emplear, en relación al material que se ha de aclarar ópticamente, puede variar dentro de amplios límites. Ya con cantidades muy pequeñas, en ciertos casos, por ejemplo, de 0,001 % en peso, puede lograrse un efecto claro y duradero. Pero también pueden emplearse cantidades hasta
20. el 0,5 % en peso aproximadamente y más. Para la mayoría de las necesidades prácticas, tienen interés preferentemente las cantidades entre 0,01 y 0,2 % en peso.

25. Los compuestos utilizables como aclaradores ópticos pueden también, por ejemplo, aplicarse así:

a) En mezcla con colorantes o pigmentos o como

aditivo a baños tintóreos, pasta de estampar, pastas de mordentar y pastas de reserva; asimismo, para el tratamiento ulterior de tinturas, estampados o estampados mordentados,

- b) en mezclas con los llamados "carriers", con
5. antioxidantes, agentes antiactínicos, estabilizadores térmicos, blanqueadores químicos o como aditivo a baños de blanqueo,
- c) en mezcla con humectantes, agentes de apresto, como el almidón, o aprestos obtenibles sintéticamente,
10. d) en combinación con detergentes, en cuyo caso los detergentes y los aclaradores pueden añadirse por separado a los baños de lavado que se utilicen o, más ventajosamente, se emplean detergentes que lleven mezclados los aclaradores,
15. e) en combinación con materiales de soporte poliméricos (productos de polimerización, de policondensación o de poliadición), en los que los aclaradores, eventualmente junto con otras sustancias, se hallan incluidos en forma disuelta o dispersa,
20. f) como aditivos a los más diversos productos industriales, para hacer éstos aptos para el mercado o evitar inconvenientes en la capacidad de empleo; por ejemplo, como adición a colas, adhesivos, materiales de pintura, etc.

Los compuestos que se han destacado como aclaradores ópticos pueden emplearse también como centelleadores para diversos fines del arte fotográfico, por ejemplo

25.

para la reproducción electrofotográfica o para la supersensibilización.

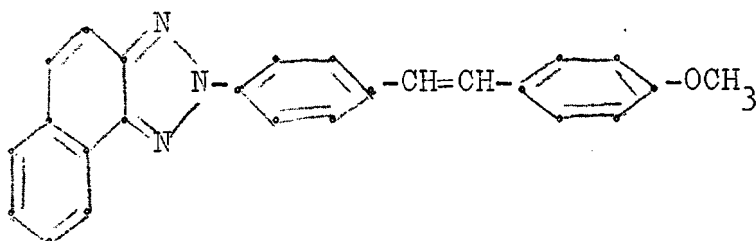
En las tablas que siguen más adelante, se indica lo siguiente:

5. Columna I = Número de la fórmula
Columna II = Elementos estructurales
Columna III = Rendimiento bruto, %
Columna IV = Medio de cristalización, y cada uno de los medios se designa con las cifras siguientes:
10. 1 = agua
2 = etanol
3 = dioxano
4 = dimetilformamida
15. 5 = tetracloroetileno
6 = clorobenceno
7 = o-diclorobenceno
8 = triclorobenceno
9 = tolueno
20. 10 = n-hexano
11 = xileno
- Columna V = Color del producto de la reacción purificado, y en cada caso las cifras designan:
25. 1 = incoloro

- 7 7,05 g de 4'-metoxibenzal-anilina ($C_6H_5-N=HC-C_6H_4-OCH_3$) se agitan en 200 cc de dimetilformamida anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez con 11,2 g de butirato potásico terciario, El color de la mezcla reaccional vira inmediatamente del amarillo pálido al azul oscuro, y la temperatura sube en el curso de 10 minutos en unos 12° C. Se prosigue la agitación durante 15 minutos más, sin calentamiento externo, lo que hace que la temperatura baje en unos 3° C. Luego se instilan , a temperatura de 5 a 15° C, 400 cc de agua, se filtra por succión el producto reaccional y se lava con agua hasta neutralidad.

- El material del filtro de succión, húmedo, se disuelve en caliente en 270 cc de dimetilformamida, se trata con 25 cc de ácido clorhídrico al 10% y, al cabo de algunos minutos, con 300 cc de agua y se enfría hasta unos 10° C. Después de filtración por succión, lavado con agua y metanol y secado consecutivo, se obtienen unos 11,7 g, correspondientes al 93 % de la teoría, del compuesto de la fórmula

20. (102)



- en forma de un polvo de color amarillo pálido y punto de fusión de 206 a 207,5° C. La recristalización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, da hojuelas brillantes, de color amarillo pálido y punto de fusión de 214 a 214,5° C.
- 5.

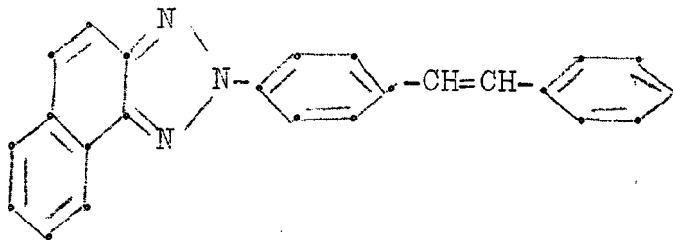
Análisis: $C_{25}H_{19}ON_3$ (377,43)

calculado: C 79,55 H 5,07 N 11,13

hallado: C 79,80 H 5,11 N 11,24,

10. Si en lugar de los 7,05 g de 4-metoxibenzal-anilina, se emplean 6,05 g de benzal-anilina, se obtienen 10,4 g, correspondientes al 90% de la teoría, del compuesto de la fórmula

15. (103)



20. en forma de un polvo claro, de color amarillo beige, que funde a temperatura de 171 a 171,5° C. Después de recrís-

talización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen hojuelas brillantes, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 173,5 a 174° C.

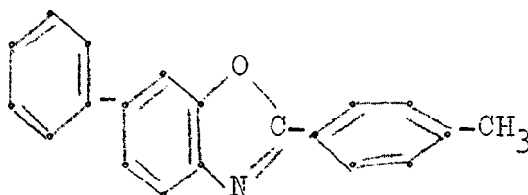
Análisis: $C_{24}H_{17}N_3$ (347,40)

5.	calculado:	C 82,97	H 4,93	N 12,10
	hallado:	C 82,96	H 5,04	N 12,23.

EJEMPLO 2

Se agitan 7,1 g 1-[6'-fenil-benzoxazolil-(2')] -4-metilbenceno de la fórmula

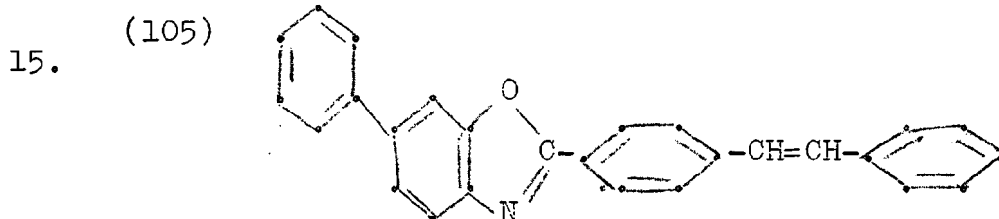
10. (104)



15. con 4,53 g de benzal-anilina en 150 cc de dimetilformamida anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez con 7,45 g de butilato potásico terciario. El color de la solución reaccional vira inmediatamente del amarillo al pardorrojizo, y la temperatura sube en el curso de 4 minutos
20. de 20°C a 31°C, por ejemplo se prosigue la agitación durante

unos 10 minutos más, sin calentamiento exterior, lo que hace que la temperatura baje en unos 5°C. Luego se instilan, a temperatura de 5 a 15°C, 350 cc de agua, se filtra por succión el producto reaccional precipitado y se lava con agua hasta neutralidad.

5. El material del filtro de succión, húmedo, se disuelve en caliente en 250 cc de dimetilformamida, se trata con 25 cc de ácido clorhídrico al 10% y, al cabo de algunos minutos, con 350 cc de agua y se enfria hasta unos 10°C. Después de filtración por succión, lavado con agua y metanol y secado consecutivo, se obtienen unos 5,38 g, correspondientes al 57,7% de la teoría, de 4-[6'-fenil-benzoxazolil-(2')]-estilbeno, de la fórmula



20. en forma de un polvo beige débilmente amarillento y con punto de fusión de 222 a 223°C. La recristalización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, da ho-

jueles brillantes, de color amarillo verdoso pálido y que funden de 226 a 226,5°C.

Análisis: $C_{27}H_{19}ON$ (373,43)

calculado: C 86,84 H 5,13 N 3,75

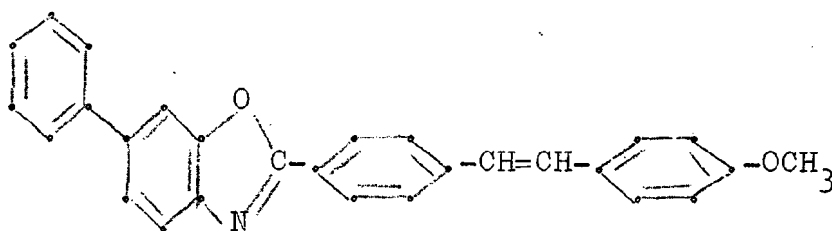
5.

hallado: C 86,71 H 5,03 N 3,75 .

Si, en lugar de los 4,53 g de benzalanilina, se emplean 5,3 g de 4'-metoxibenzalanilina, se obtienen 6,2 g (correspondientes al 61,6% de la teoría) del compuesto de la fórmula

10.

(106)



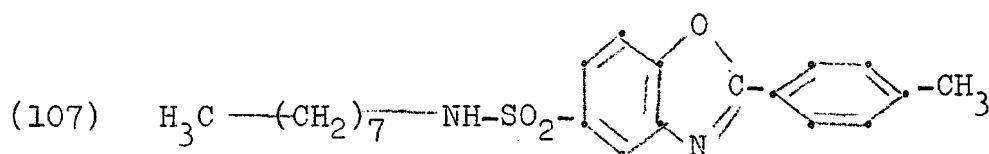
15.

en forma de un polvo amarillo claro, que funde a temperatura de 245 a 247°C. Después de la recristalización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen hojuelas brillantes, claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 250 a 251°C.

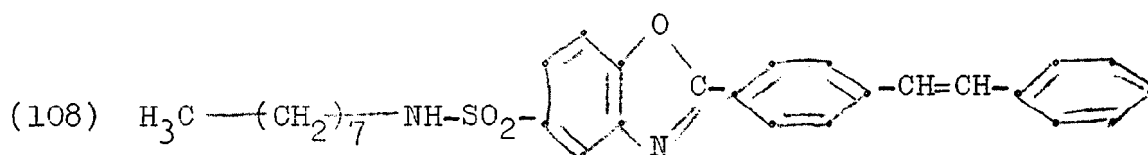
Análisis: $C_{23}H_{21}O_2N$ (403,46)
calculado: C 83,35 H 5,25 N 3,47
hallado: C 83,11 H 5,44 N 3,46 .

De manera análoga pueden prepararse a partir

5. de 10,01 g del compuesto de la fórmula



10. y 4,53 g de benzal-anilina 8,1 g, correspondientes al 66,2% de la teoría, del compuesto de la fórmula



15.

Después de la recristalización por tres veces en etanol, con ayuda de carbón activo, se obtienen hojuelas brillantes, incoloras y de punto de fusión de 194 a 194,5°C.

Análisis: $C_{29}H_{32}O_3N_2S$ (488,65)
calculado: C 71,28 H 6,60 N 5,73
hallado: C 71,01 H 6,65 N 5,73 .

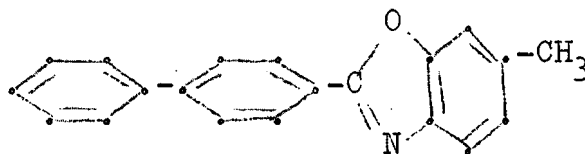
20.

EJEMPLO 3

Se agitan 7,13 g de 2-difenilil-(4')-6-metil-
benzoxazol de la fórmula

5.

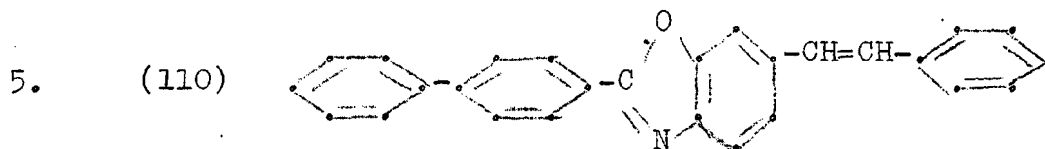
(109)



con 4,53 g de benzal-anilina en 200 cc de dimetilformamida
anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez
10. con 7,45 g de butilato potásico terciario. El color de
la solución reaccional vira inmediatamente del amarillo
pálido al pardo oscuro y la temperatura sube en el cur-
so de 4 minutos en 5 a 10°C. Se prosigue la agitación
durante unos 35 minutos más, sin calentamiento exterior,
15. lo que hace que la temperatura baje en unos °C. Luego,
a temperatura de 5 a 15°C, se instilan 350 cc de agua,
se filtra por succión el producto reaccional precipitado
y se lava con agua hasta neutralidad.

20. El material del filtro de succión, húmedo,
se disuelve en caliente en 200 cc de dimetilformamida, se
trata con 25 cc de ácido clorhídrico la 10% y se enfria al
cabo de una hora con 200 cc de agua hasta unos 10° C. Después
de filtración por succión, lavado con agua y metanol y secado

consecutivo, se obtienen unos 6,3 g, correspondientes a la 67,5% de la teoría, del compuesto de la fórmula



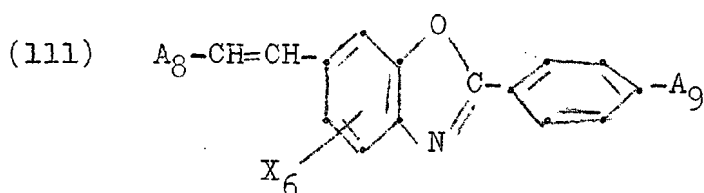
en forma de un polvo amarillo pardusco. La recristalización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, da agujetas brillantes, de color verde pálido y que funden a temperatura de 203 a 203,5°C.

10. Análisis: $C_{27}H_{19}ON$ (373,43)







calculado: C 86,84 H 5,13 N 3,75


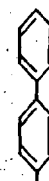

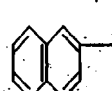
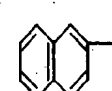



hallado: C 86,72 H 5,01 N 3,67

15. De manera análoga pueden prepararse los derivados de benzoxazol reseñados en la tabla siguiente, de la fórmula



20. en cuyo caso el tiempo de reacción se prolonga hasta 60 minutos.

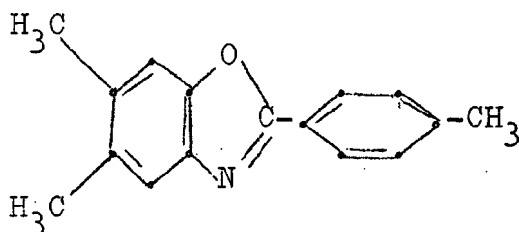
I	II		III	IV	V	VI	VII
	A ₈	X ₆	A ₉				
112		H	H	2	1	146 - 146,5	C ₂₁ H ₁₅ ON C 84,82 H 5,09 N 4,71 C 84,87 H 5,24 N 4,55
113		H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2	1	141 - 141,5	C ₂₅ H ₂₃ ON C 84,95 H 6,56 N 3,96 C 84,76 H 6,68 N 4,00
114		H		2/3	9	232 - 232,5	C ₂₈ H ₂₁ O ₂ N C 83,35 H 5,25 N 3,47 C 83,23 H 5,12 N 3,45
115		H	-Cl	5	5	199 - 199,5	C ₂₂ H ₁₆ O ₂ NCl C 73,03 H 4,46 N 3,87 C 73,16 H 4,51 N 3,90
116		H	-H	5	3	215 - 216	C ₂₇ H ₁₉ ON C 86,84 H 5,13 N 3,75 C 86,85 H 5,22 N 3,75

I	II		III	IV	V	VI	VII
	A ₈	X ₆	A ₉				
117		H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	5	2	199,5 - 200	$\text{C}_{31}\text{H}_{27}\text{ON}$ C 86,68 N 6,34 N 3,26 C 86,72 N 6,38 N 3,21
118		H		6	9	289 - 289,5	$\text{C}_{33}\text{H}_{23}\text{ON}$ C 88,17 H 5,16 N 3,12 C 87,98 H 5,19 N 3,15
119		H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	3/2	1	185,5-186	$\text{C}_{29}\text{H}_{25}\text{ON}$ C 86,32 H 6,25 N 3,47 C 86,27 H 6,22 N 3,53
120		H		5	9	248 - 249	$\text{C}_{31}\text{H}_{21}\text{ON}$ C 87,91 H 5,00 N 3,31 C 87,75 H 4,86 N 3,45
121		-CH ₃		3/2	3	179,5-180,5	$\text{C}_{28}\text{H}_{21}\text{ON}$ C 86,79 H 5,46 N 3,62 C 86,59 H 5,53 N 3,63

EJEMPLO 4

Se agitan 5,93 g de 1-[5',6'-dimetil-benzoxazolil-(2')]-4-metil-benzol de la fórmula

(127)



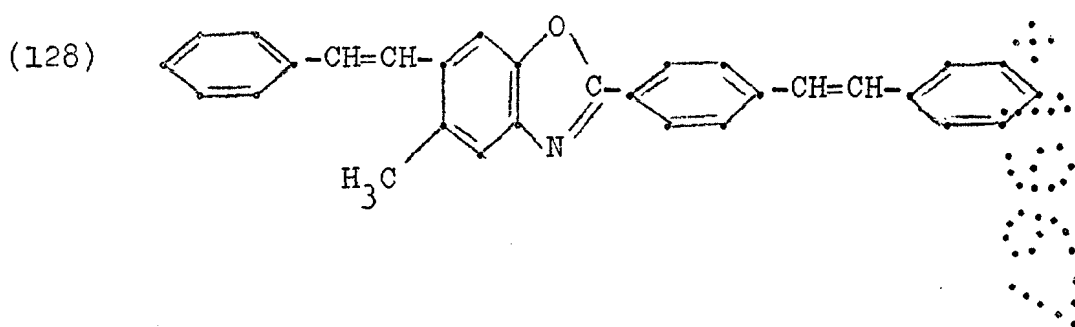
5.

10.

15.

20.

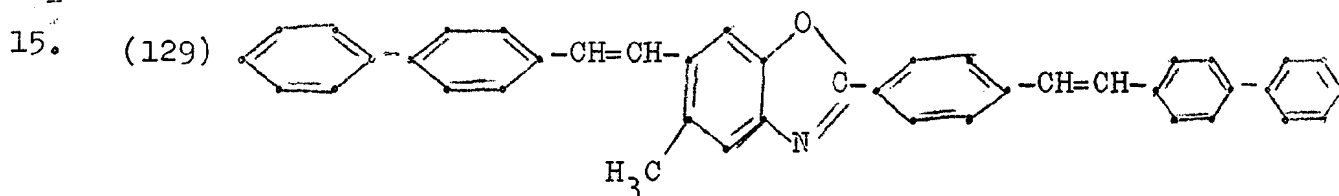
(punto de fusión: 207 a 207,5° C) con 9,06 g de benzalanilina, en 250 cc de diametilformamida anhidra, con exclusión del aite, y se tratan de una vez con 16,8 g de butilato potásico terciario. La mezcla reaccional, de color beige claro, se tiñe inmediatamente de un pardo violado y la temperatura sube en 6° C. Se prosigue la agitación durante unos 90 minutos más, sin calentamiento exterior, y luego se instilan primeramente 300 cc de agua y después 100 cc de ácido clorhídrico acuoso al 10%. El producto reaccional precipitado se filtra por succión, se lava con agua y metanol y se seca. Se obtienen unos 4,5 g, correspondientes al 43,5% de la teoría, del compuesto de la fórmula



5. en forma de un polvo de color pardo. Después de cromatografiar en tetracloroetileno sobre oxido de aluminio activo y recristalizar en dioxano/etanol, se obtienen agujetas finas, de color amarillo verdoso, claras y de punto de fusión de 222 a 223° C.

10. Análisis: $C_{30}H_{23}ON$ (413, 49)
calculado: C 87,14 H 5,61 N 3,39
hallado: C 87,12 H 5,62 N 3,49.

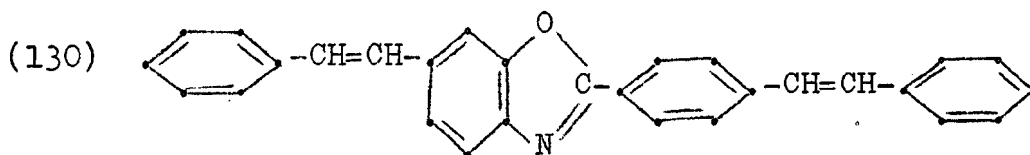
De manera análoga pueden prepararse los derivados siguientes de benzoxazol:



Rendimiento: unos 12,8 g, correspondientes al 90,5% de la teoría. Agujetas finas, de color amarillo verdoso, a partir de o-diclorobenzol. Punto de fusión: 296,5 a 298,5° C.

Análisis: $C_{42}H_{31}ON$ (565,68)

5. calculado: C 89,17 H 5,52 N 2,48
 hallado: C 88,96 H 5,70 N 2,64



10. Rendimiento: el 22% de la teoría. Agujetas finas y brillantes, claras, de color amarillo verdoso, a partir de tetracloroetileno.

Punto de fusión: 260 a 260,5° C.

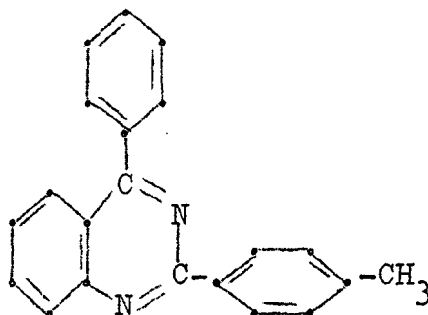
Análisis: $C_{29}H_{21}ON$ (399,47)

15. calculado: C 87,19 H 5,30 N 3,51
 hallado: C 87,04 H 5,32 N 3,71

EJEMPLO 5

Se agitan 14,8 g del compuesto de la fórmula

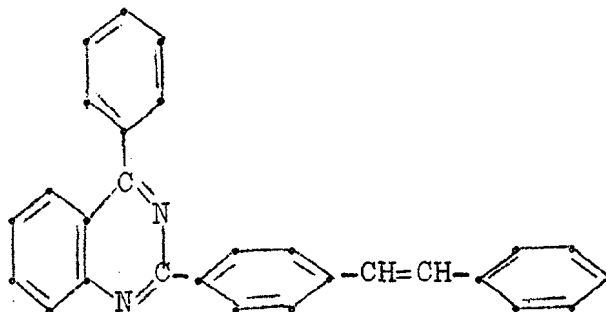
5. (131)



10. con 9,6 g de benzalanilina, en 200 cc de diametilformamida anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez con 16,8 g de butilato potásico terciario. El color de la mezcla reaccional se tiñe inmediatamente de un amarillo pálido a un verde oscuro y la temperatura sube en el curso de 15 minutos en unos 7° C. Se prosigue la agitación
15. durante 1 3/4 horas más, sin calentamiento exterior, lo que hace que la temperatura baje en unos 5° C. Luego se instilan , a temperatura de 10 a 20° C, 300 cc de agua, se filtra por succión el producto reaccional y se lava con agua hasta neutralidad.
20. El material del filtro de succión, húmedo, se disuelve en caliente en 300 cc de dimetilformamida, se trata con 25 cc de ácido clorhídrico al 10% y al cabo de 50 minutos se trata con 300 cc de agua y se enfría

hasta unos 10° C. Después de filtrar por succión, lavar con agua y metanol y secar consecutivamente, se obtienen unos 18,1 g, correspondientes al 94,1% de la teoría, del compuesto de la fórmula

5. (132)



10.

en forma de un polvo de color amarillo claro y punto de fusión de 160 a 161° C. Después de la recrystalización por tres veces en dimetilformamida/agua (10:1), con ayuda de carbón activo, se obtienen agujetas finas, de color amarillo claro y punto de fusión de 162,5 a 163° C.

15.

Análisis: $C_{28}H_{20}N_2$ (384,46)

calculado: C 87,47 H 5,24 N 7,29

hallado: C 87,24 H 5,28 N 7,48

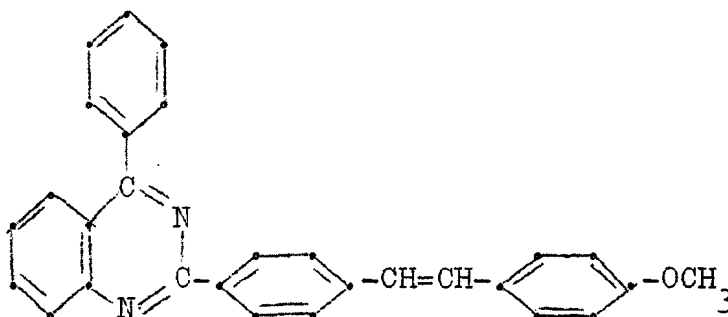
20.

Si, en lugar de 9,6 g de benzalanilina se emplean 10,6 g de 4'-metoxibenzalanilina, se obtienen 18,9 g, correspondientes al 94,2% de la teoría, del compuesto de

la fórmula

(133)

5.



10. en forma de agujetas finas, de color amarillo, que funden a 163,5 - 165° C. Después de la recristalización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen agujetas afieltradas, de color amarillo luciente y punto de fusión 167,5 a 168,5° C.

Análisis: $C_{29}H_{22}ON_2$ (414,48)

calculado: C 84,03 H 5,35 N 6,76

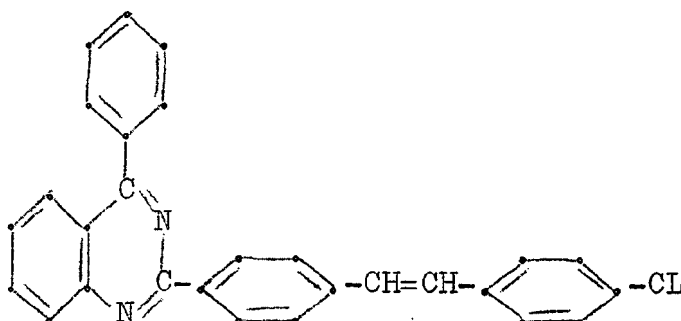
15.

hallado: C 84,14 H 5,42 N 6,89.

Con 10,8 g de 4'-clorobenzalanilina se obtienen unos 19,8 g, correspondientes al 94,5 % de la teoría, del compuesto de la fórmula

(134)

5.



Rendimiento: el 94,5 % de la teoría.

Cristales muy finos, de color amarillo pálido, a partir de dimetilformamida/etanol. Punto de fusión: 185 a 186° C.

Análisis: $C_{28}H_{19}N_2Cl$ (418,93)

10.

calculado: C 80,28 H 4,57 N 6,69

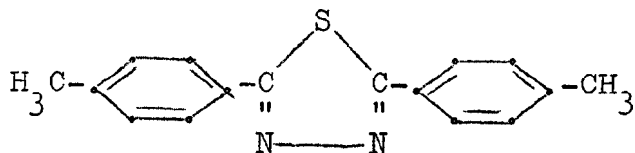
hallado: C 80,06 H 4,57 N 6,66.

EJEMPLO 6

6,65 g del compuesto de la fórmula

15.

(135)

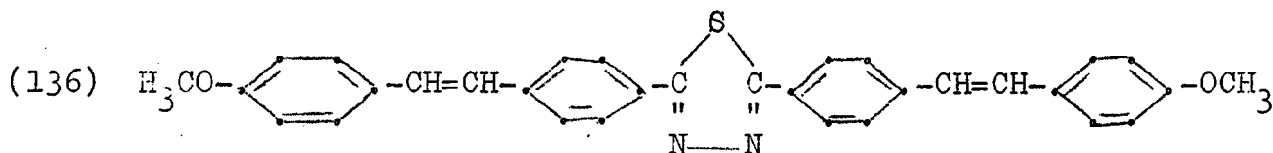


se agitan con 10,55 g de 4'-metoxibenzalanilina en 200 cc. de dimetilformamida anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez con 11,2 g de butilato potásico terciario.

5. El color de la mezcla reaccional vira inmediatamente del amarillo pálido al verdiazul, y la temperatura sube, en el curso de unos 4 minutos, en unos 12° C solamente. Se prosigue la agitación durante 2 ½ horas más, sin calentamiento externo, y esto hace que la temperatura baje nuevamente. Luego se instilan, a temperatura de 10 a 20° C, 400 cc de agua, se filtra por succión el producto reaccional y se lava con agua hasta neutralidad.

15. El material del filtro de succión, húmedo, se disuelve en caliente en 3 l de dimetilformamida, se trata con 25 cc de ácido clorhídrico al 10% y al cabo de una hora con 3 l de agua y se enfria hasta unos 10° C. Después de filtrar por succión, lavar con agua y metanol y secar consecutivamente, se obtienen unos 10,5 g, correspondientes al 83,5% de la teoría, de 2,5-bis-[4"-metoxi-estilbenil-(4')]-1,3,4-tiadiazol, de la fórmula

20.



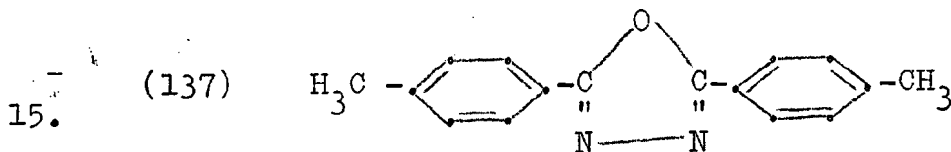
en forma de un polvo de color amarillo y de punto de fusión de 294 a 297° C. La recristalización por dos veces a partir de o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, da ho-
juelas brillantes, de color amarillo claro y de punto de
5. fusión de 300 a 300,5° C.

Análisis: $C_{32}H_{26}O_2N_2S$ (502,64)

calculado: C 76,46 H 5,21 N 5,57

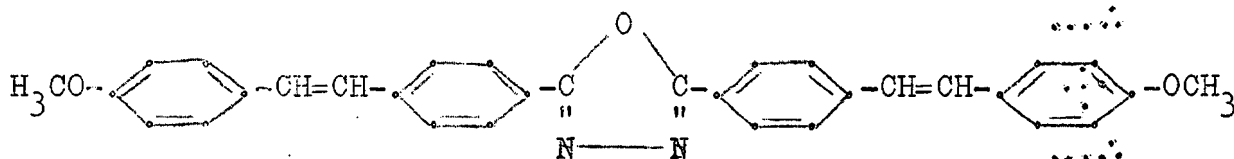
hallado: C 76,75 H 5,36 N 5,50.

10. Si, en lugar de 6,65 g de 2,5-bis[4'-metil-
fenil-(1')]-1,3,4-tiadiazol de la fórmula (), se emplea
una cantidad equimolecular de 2,5-bis[4'-metil-fenil(1')]
-1,3,4-oxodiazol de la fórmula



se obtienen entonces unos 10,8 g, correspondientes al 89%
de la teoría, de 2,5-bis-[4"-metoxi-estilbenil-(4')]-1,3,4-
oxodiazol de la fórmula

(138)



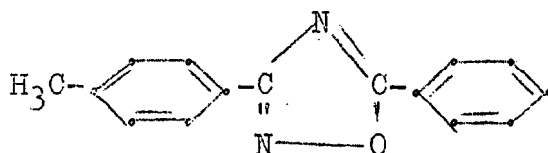
5. en forma de un polvo de color amarillo claro, que da, después de recristalización por tres veces en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, hojuelas brillantes, de color amarillo pálido y punto de fusión 311 a 311,5° C.

Análisis: $C_{32}H_{26}O_3N_2$ (486,54)

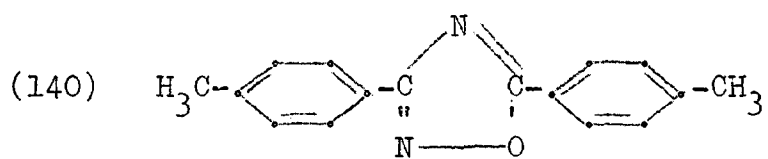
10. calculado: C 78,99 H 5,39 N 5,76
hallado: C 78,90 H 5,67 N 5,78.

De manera análoga pueden prepararse, a partir de 3-[4'-metil-fenil-(1')]-5-fenil-1,2,4-oxdiazol, de la fórmula

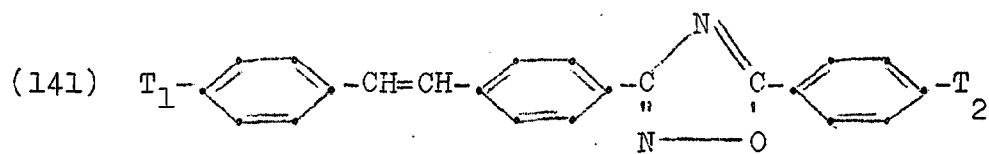
15. (139)







y de 3,5-di-[4'-metil-fenil-(1')]-1,2,4-oxdiazol, de la fórmula



5. los derivados de 1,2,4-oxdiazol de la fórmula



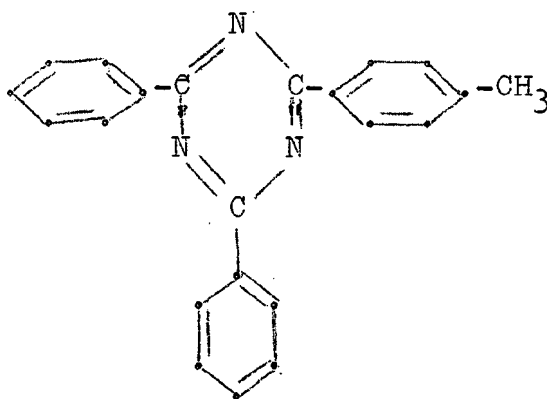
10. que se reseñan en la tabla que sigue.

I	T ₁	II T ₂	III	IV	V	VI	VII
142	H	H	70,2	1	2	159 - 159,5	C ₂₂ H ₁₆ ON ₂ C 81.46 H 4.97 N 8.64 C 81.51 H 4.91 N 8.78
143		H	75.0	5	1	228 - 228.5	C ₂₈ H ₂₀ ON ₂ C 83.97 H 5.03 N 7.00 C 84.20 H 5.15 N 6.77
144	H	-CH=CH- 	64.5	5	8	246.5 - 247	C ₃₀ H ₂₂ ON ₂ C 84.48 H 5.20 N 6.57 C 84.61 H 5.25 N 6.53
145		-CH=CH- 	91.7	7	9	329 - 330	C ₄₂ H ₃₀ ON ₂ C 87.17 H 5.23 N 4.84 C 87.14 H 5.28 N 4.79

EJEMPLO 7

10,8 g de 2,4-difenil-6-[4'-metilfenil-(1')]-
1,3,5-triazina, de la fórmula

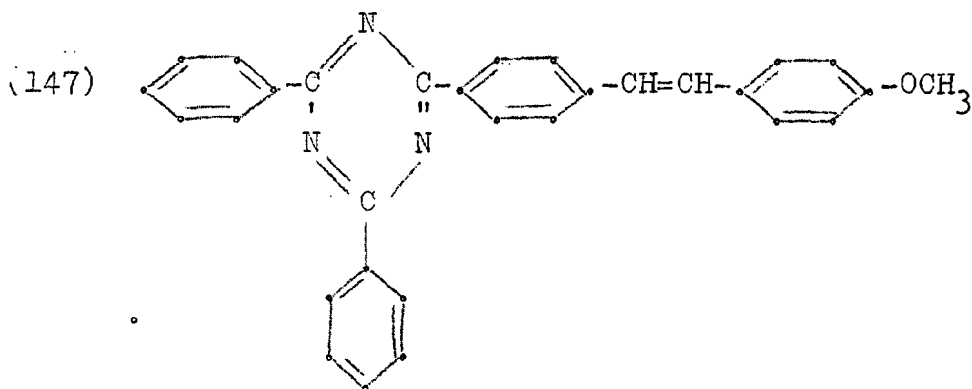
(146)



5.

10. y 7,05 g de 4'-metoxibenzalanilina se agitan en 200 cc de dimetilformamida anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez con 11,2 g de butilato potásico terciario. El color de la mezcla reaccional vira inmediatamente del beige claro al violado azulino y la temperatura
15. aumenta en el curso de 2 minutos en algunos grados centígrados. Se prosigue la agitación durante una hora más, sin calentamiento externo, lo que hace que la temperatura vuelva a bajar algo. Se instilan entonces 400 cc de agua, a temperatura de 10 a 15° C, se filtra por succión la mezcla
20. reaccional y se la lava con agua, hasta neutralidad

A continuación el material húmedo del filtro de succión se disuelve en caliente en 120 cc de dimetilformamida, se trata con 25 cc de ácido clorhídrico al 10% y, al cabo de algunos minutos, con 120 cc de agua y se enfría hasta unos 10° C. Después de filtrar por succión, lavar con agua y con metanol y secar consecutivamente, se obtiene alrededor de 14,7 g (correspondientes al 100 % de la teoría) de 2,4-difenil-6-[4"-metoxi-estilbenil-(4')]-1,3,5-triazina, de la fórmula



15.

en forma de un polvo amarillo con punto de fusión de 243,5 a 246,5° C. Después de cromatografía en tetracloroetileno con óxido de aluminio activado y recristalización en dioxano-etanol, se obtienen agujetas afieltradas, de color amarillo

20. verdoso pálido y punto de fusión de 235,5° C.

Análisis: $C_{30}H_{23}ON_3$ (441,51)

calculado: C 81,61 H 5,25 N 9,52

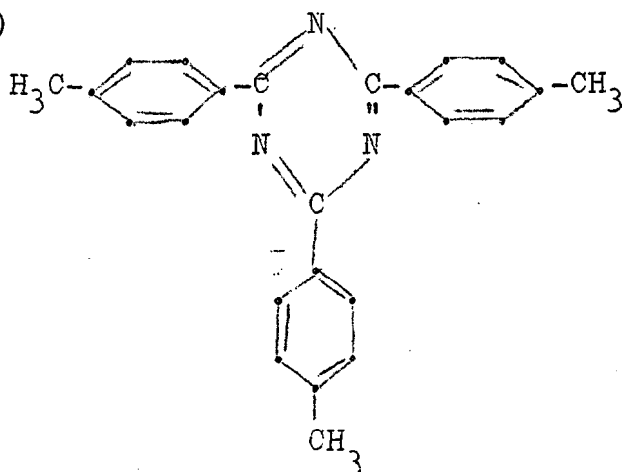
hallado: C 81,70 H 5,38 N 9,45

EJEMPLO 8

11,7 g de 2,4,6-tri-[4'-metilfenil-(1')]-1,3,5-triazina, de la fórmula

(148)

5.



10.

15.

20.

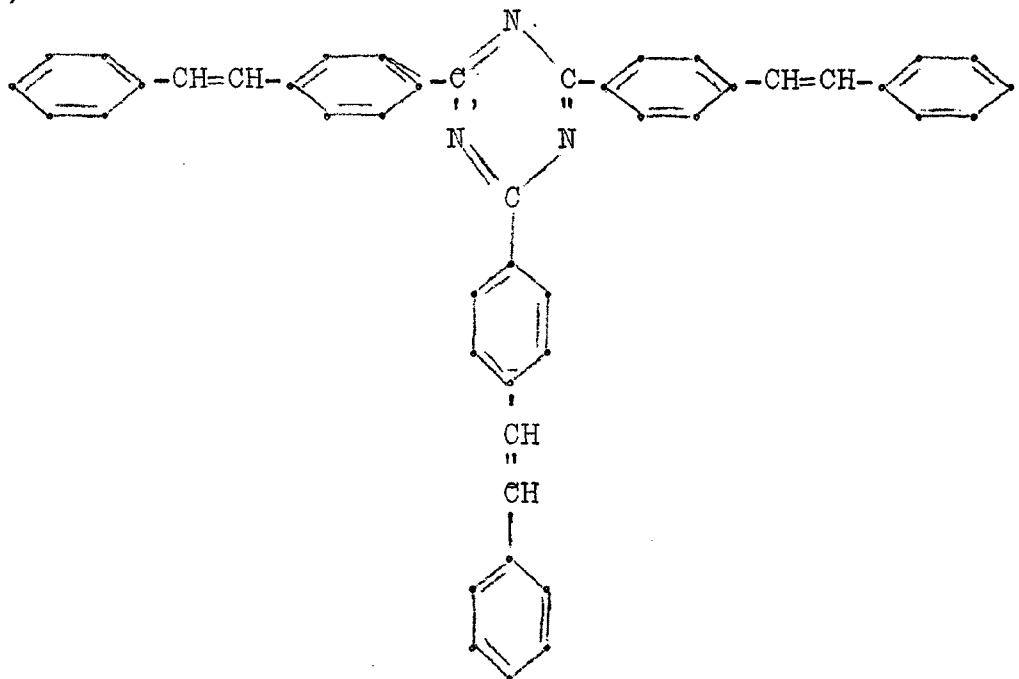
y 18,1 g de benzalanilina se agitan en 350 cc de dimetilformamida anhidra, con exclusión del aire, y se tratan de una vez con 28,0 g de butilato potásico terciario. El color de la mezcla reaccional vira inmediatamente del amarillo pálido al violado y la temperatura asciende en el curso de 5 minutos en unos 10°C. Se prosigue la agitación durante 1 ½ horas todavía, sin calentamiento externo, lo que hace que la temperatura vuelva a bajar. Se instiñan entonces 350 cc de agua, a temperatura de 10 a 20° C, se filtra por succión el producto de la reacción y se lava con

agua hasta neutralidad.

5 . El material húmedo del filtro de succión se disuelve luego en 500 cc de dimetilformamida, en caliente, y se trata con 50 cc de ácido clorhídrico al 10 % y a continuación con 500 cc de agua. Se refrigera hasta unos 10° C, se filtra por succión, se lava, primeramente con agua y luego con metanol, y se seca. Se obtienen alrededor de 20,4 g (correspondientes al 99,5 % de la teoría) de 2,4,6-tri-[estilbenil-(4')]-1,3,5-triazina, de la fórmula

10.

(149)



en formas de agujetas muy finas, de color amarillo claro,

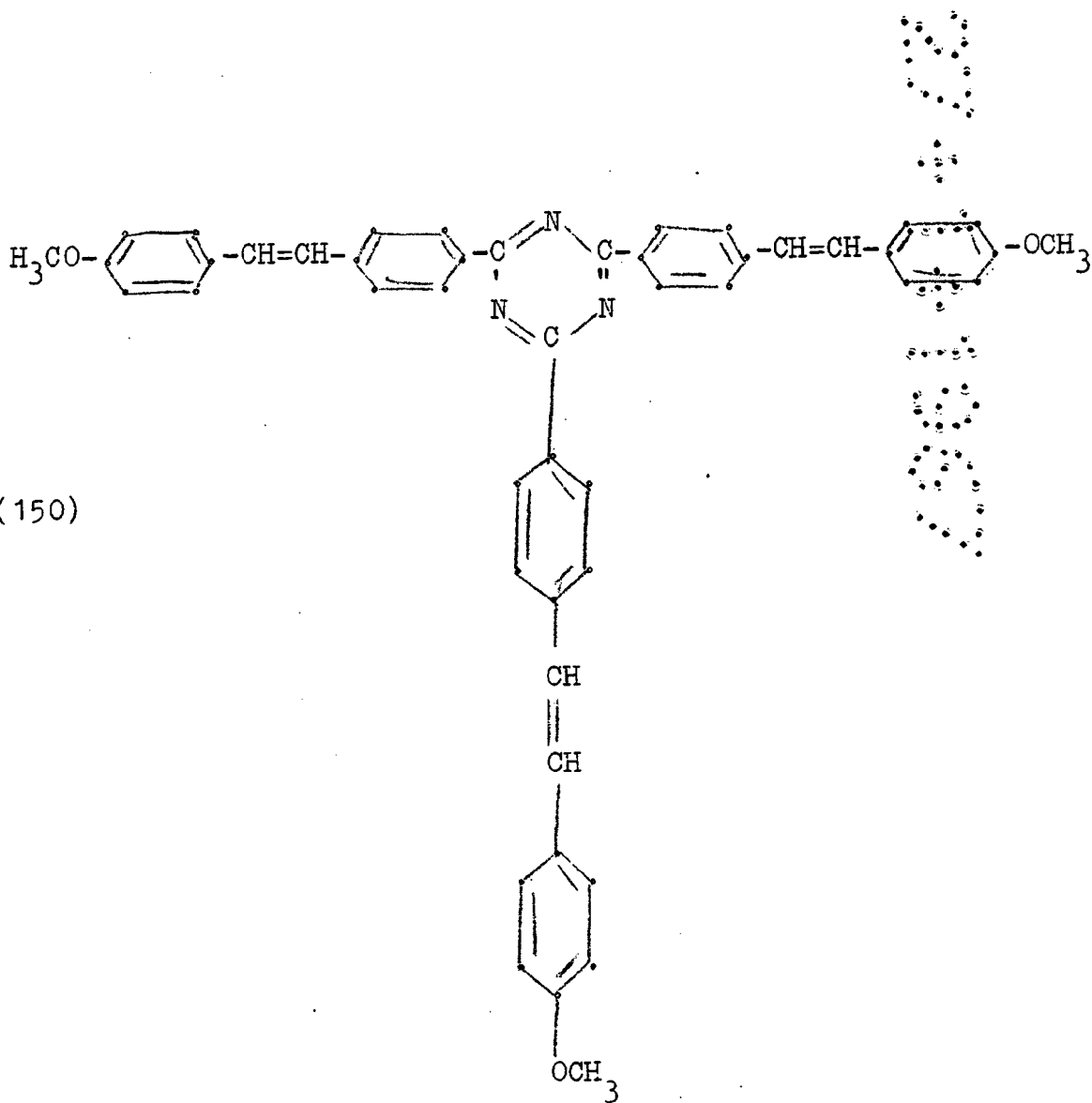
que funden a temperatura de 251 a 254°C. Después de cuatro recristalizaciones en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen agujetas claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 275 a 277°C.

5. Análisis: $C_{45}H_{33}N_3$ (615,78)

calculado: C 87,77 H 5,40 N 6,82

Hallado: C 87,56 H 5,50 N 6,96

10. Si en lugar de los 18,1 g de benzalanilina, se emplean 21,1 g de 4'-metoxibenzalanilina, se obtienen alrededor de 22,7 g (correspondientes al 96,6% de la teoría) de 2,4,6-tri- α -metoxi-estilbenil-(4')-7-1,3,5-triazina, de la fórmula



5. en forma de un polvo amarillo, con punto de fusión de 263,5 a 265° C. Después de cromatografía en o-diclorobenceno con óxido de aluminio activado y de dos recristalizaciones en tetracloroetileno, se obtienen agujetas muy finas, amarillas y con punto de fusión de 300° C.

Análisis: $C_{48}H_{39}O_3N_3$ (705,82)
calculado: C 81,68 H 5,57 N 5,95
hallado: C 81,53 H 5,51 N 5,87.

10. EJEMPLO 9

15. Se agitan en 300 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, 11,7 g de 2,4,6-tri-[4'-metilfenil-(1')]-1,3,5-triazina, de la fórmula (148), 18,1 g de benzalanilina y 12,6 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10% aproximadamente. Al cabo de algunos minutos aparece una coloración azul oscura. Se aumenta la temperatura hasta 90° C, en el curso de una hora, se agita durante 40 minutos a dicha temperatura y luego se enfría hasta unos 10° C. A continuación se instilan consecutivamente, a temperatura de 10 a 20° C, 100 cc de agua, 20. 150 cc de ácido clorhídrico al 10 % y otros 250 cc de agua. Se separa por succión el producto precipitado de la reacción, se le lava con agua hasta neutralidad y, mediante ulterior lavado con metanol, se le exime del producto se-

cundario. Después de secar, se obtienen alrededor de 19,7 g (correspondientes al 96,2% de la teoría) de 2,4,6-tri-[estilbenil-(4')]-1,3,5-triazina, de la fórmula (149), en forma de un polvo amarillo, que funde a temperatura de 262 a 267° C. Después de cromatografiar en tetracloroetileno con óxido de aluminio activado y de recrystalizar luego por tres veces en tetracloroetileno, se obtienen agujetas afieltradas claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 293 a 293,5° C.

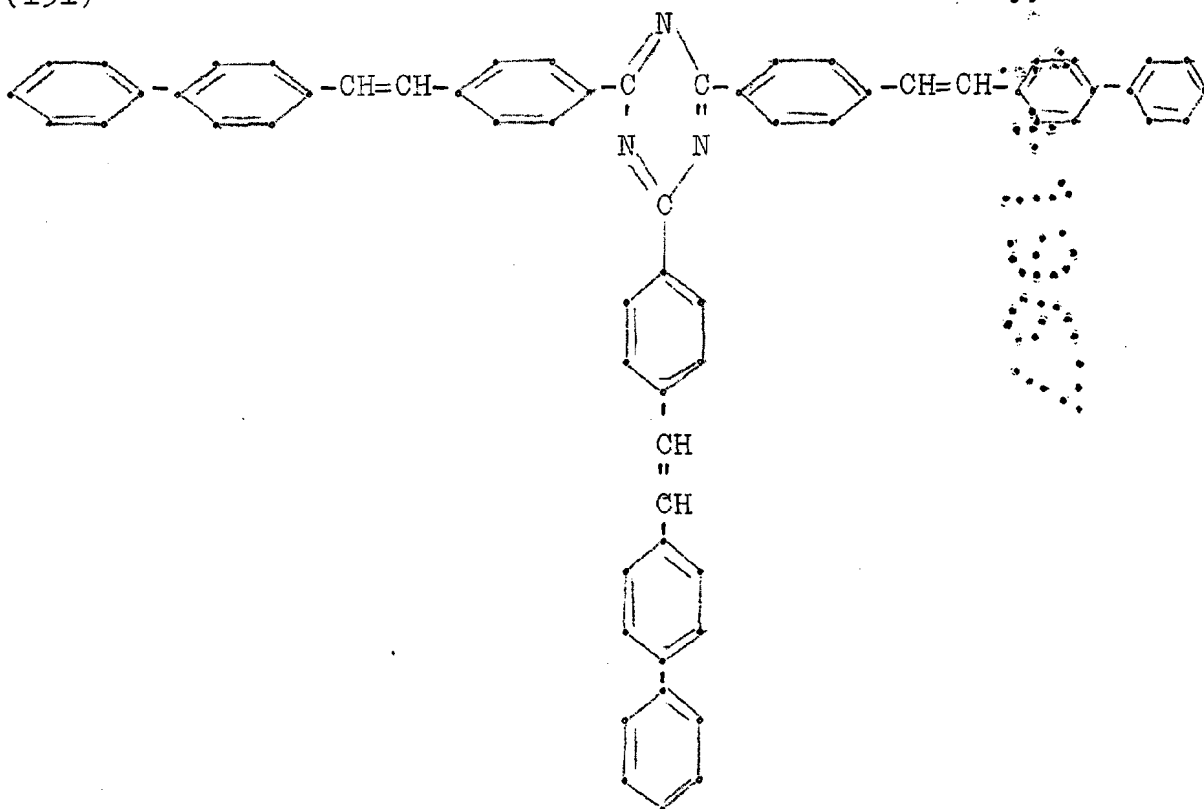
10. Análisis: $C_{45}H_{33}N_3$ (615,78)

calculado: C 87,77 H 5,40 N 6,82

hallado: C 87,55 H 5,55 N 6,98.

Si, en lugar de 18,1 g de benzalanilina, se emplean 25,73 g de anilo de difenil-(4)-aldehído y se procede a la reacción durante 30 minutos a 60° C, se obtiene la 2,4,6-tri-[4"-fenil-estilbenil-(4')]-1,3,5-triazina, de la fórmula

(151)



Rendimiento: 93,1 % del teórico.

Cristales amariloverdosos a partir de o-diclorobenceno;

Punto de fusión: 361 a 362° C.

20. Análisis: $C_{63}H_{45}N_3$ (844,67)

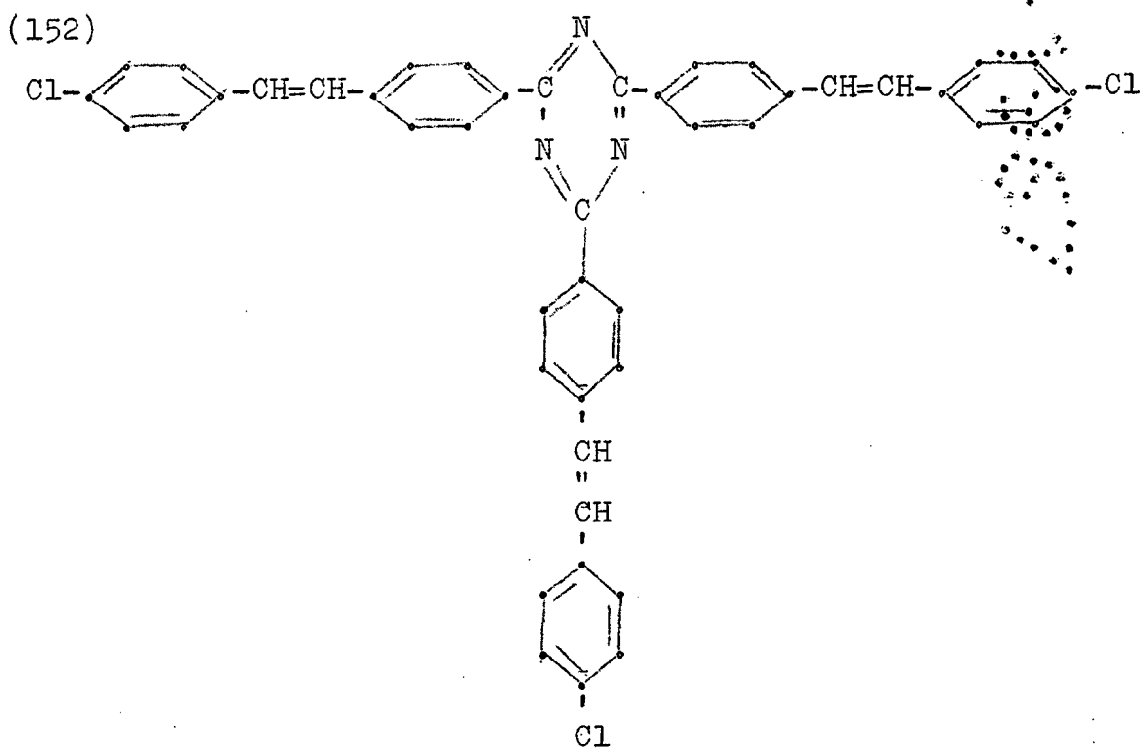
calculado: C 89,65 H 5,37 N 4,98

hallado: C 89,74 H 5,28 N 5,10.

De manera semejante pueden prepararse los derivados de estilbenil-1,3,5-triazina siguientes:

25. A partir de 2,4,6-tri-[4'-metilfenil-(1')]7-

1,3,5-triazina, de la fórmula (148), y 4'-clorobenzalanhilina, el compuesto de la fórmula



Rendimiento: el 94,0 % del teórico.

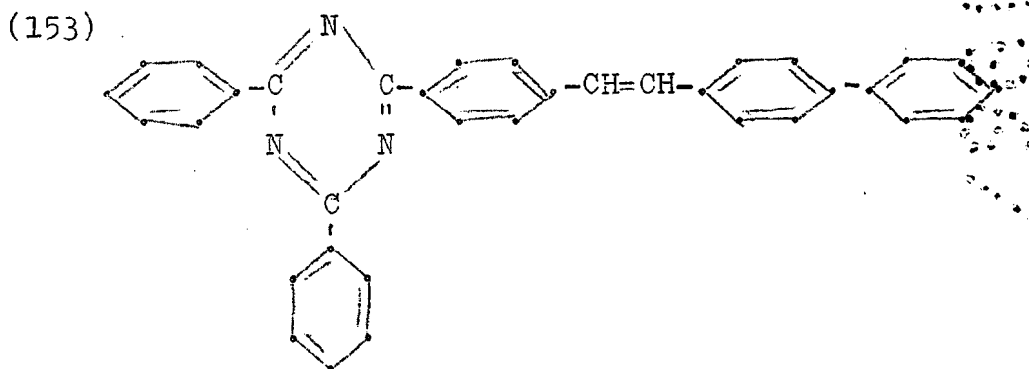
Agujetas muy finas, de color amarillo claro, a partir de tetracloroetileno.

Punto de fusión: 315 a 317° C.

20. Análisis: $C_{45}H_{30}N_3Cl_3$ (719,12)

calculado:	C	75,16	H	4,21	N	5,84
hallado:	C	75,17	H	4,22	N	6,00.

A partir de 2,4-difenil-6-[4'-metilfenil-(1')]-1,3,5-triazina, de la fórmula (146), y anilo de difenil-(4)-aldehído, el compuesto de la fórmula



Rendimiento: el 98,5% del teórico.

15. Agujetas muy finas, de color amarillo claro, a partir de tetracloroetileno.

Punto de fusión: 284 a 285°C.

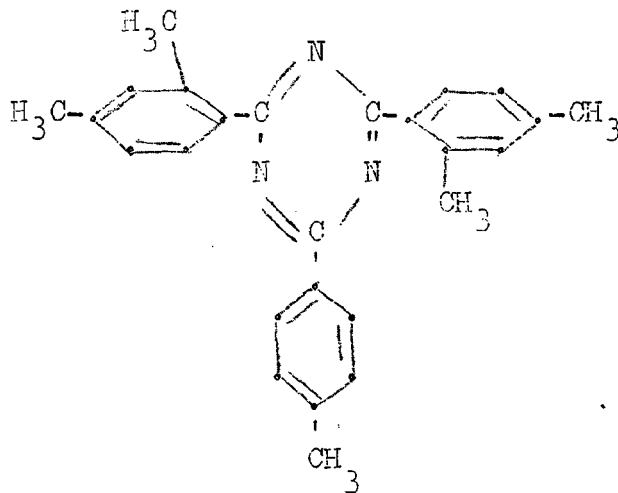
Análisis: $C_{35}H_{25}N_3$ (487,57)

calculado: C 86,21 H 5,17 N 8,62

hallado: C 86,35 H 5,28 N 8,54.

20. A partir de 2,4,6-tri-[2',4'-dimetil-fenil-(1')]-1,3,5-triazina, de la fórmula

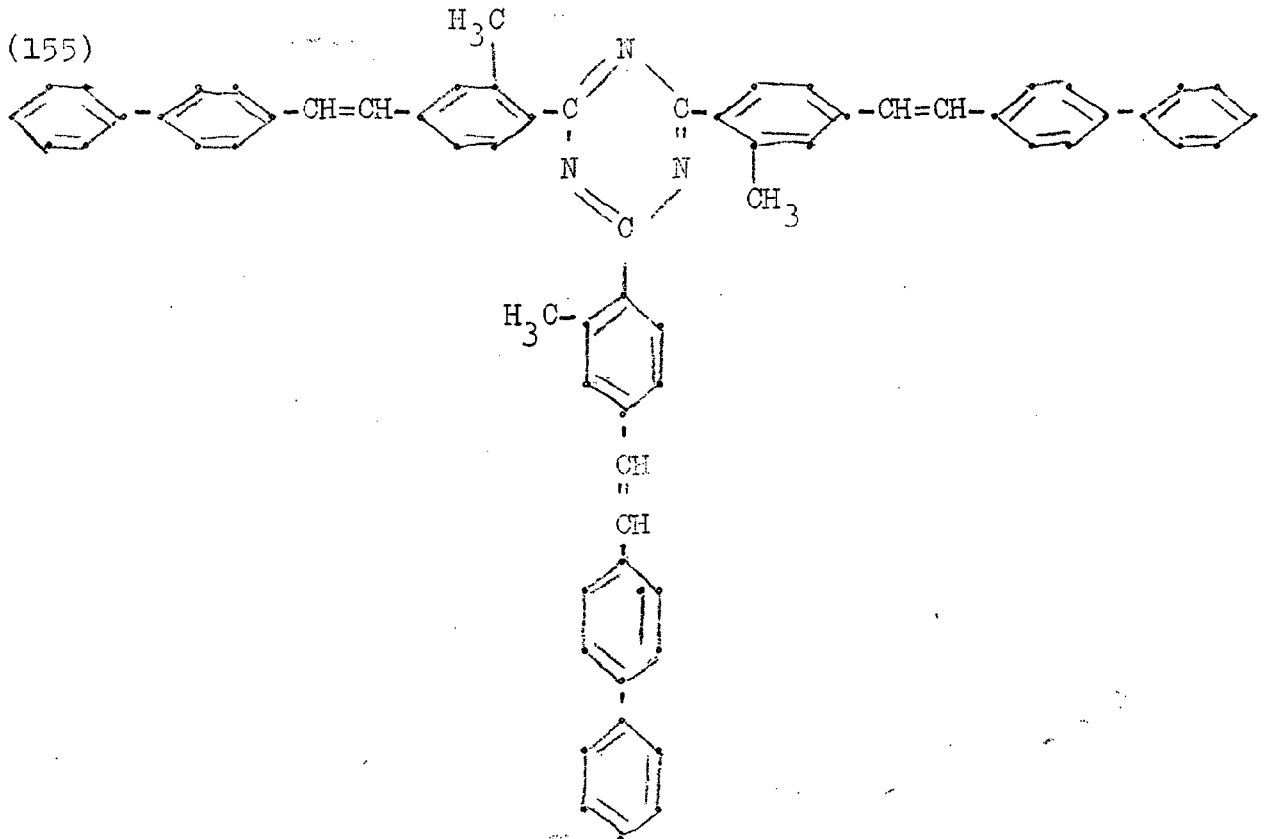
(154)



5.

y anilo de difenil-(4)-aldehido, el compuesto de la fórmula

10.



15.

20.

Rendimiento: el 100 % del teórico.

Agujetas amarillas, muy finas, a partir de xileno.

Punto de fusión: 162 a 162,5° C.

Análisis: C₆₆H₅₁N₃ (886,16)

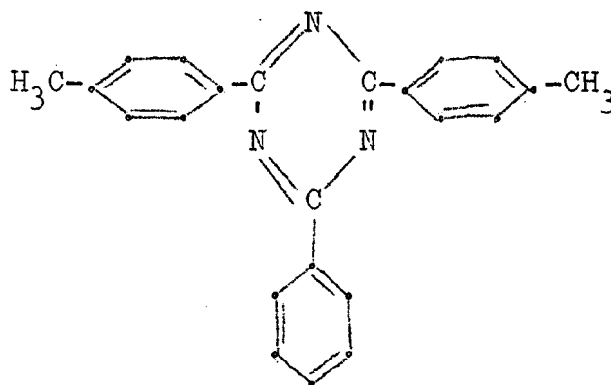
calculado: C 89,46 H 5,80 N 4,74

hallado: C 89,16 H 5,83 N 4,68.

EJEMPLO 10

16,87 g de 2,4-di-[4'-metilfenil-(1')]-6-fenil-1,3,5-triazina, de la fórmula

(156)



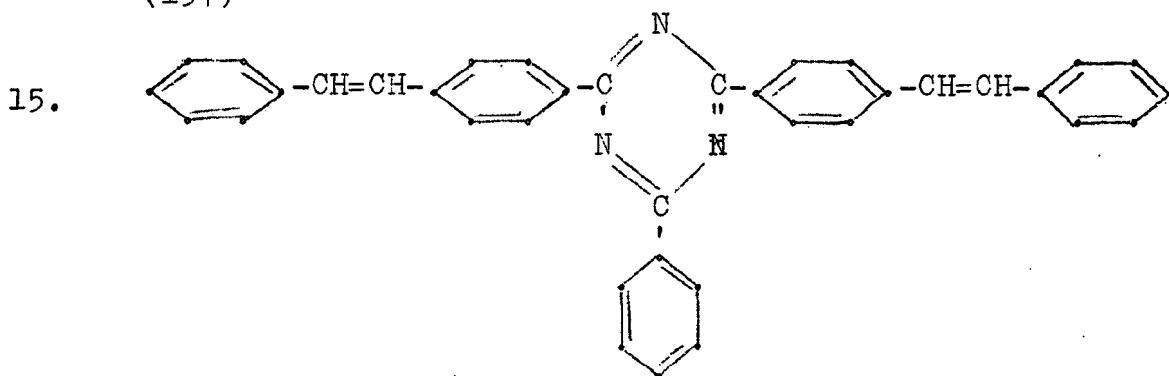
15.

(punto de fusión: 218 a 218,5° C), 18,1 g de benzalanilina
10. y 50 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de
agua del 10 % aproximadamente, se agitan en 400 cc de dime-
tilformamida y con exclusión del aire, lo que hace que al

cabo de algunos minutos aparezca una coloración violada. Se lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos; se agita todavía durante 30 minutos a dicha temperatura y luego se enfría hasta la temperatura ambiente. A continuación

5. se instilan consecutivamente 50 cc de agua y 500 cc de ácido clorhídrico al 10%. Se separa por succión el producto de reacción precipitado, se le lava con agua hasta neutralidad y, mediante ulterior lavado con 300 cc de metanol, se le exime de un producto secundario. Después de secar, se obtienen alrededor de 24,8 g (correspondientes al 96,6% de la teoría) de 2,4-di-[estilbenil-(4')]-6-fenil-1,3,5-triazina, de la fórmula
- 10.

(157)



20. en forma de polvo amarillo claro. Después de cromatografía en tetracloroetileno con óxido de aluminio activado y recristalización en tetracloroetileno, se obtienen cris-

tales casi incoloros, de punto de fusión 241 a 241,5^o.C.

Análisis: $C_{37}H_{27}N_3$ (513,61)

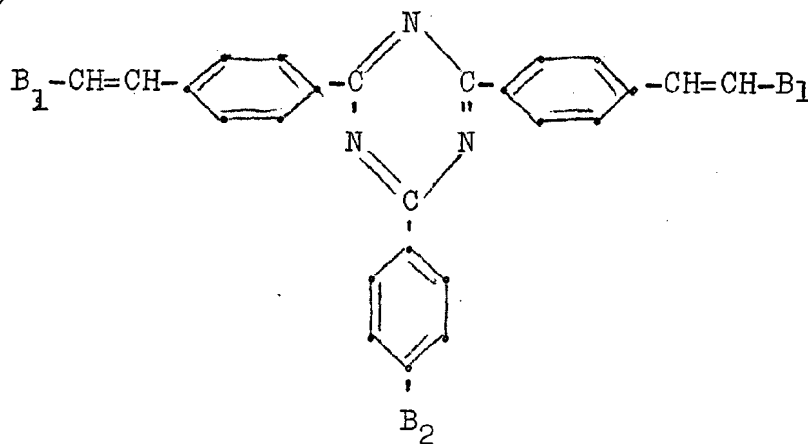
calculado: C 86,52 H 5,30 N 8,18

hallado: C 86,46 H 5,03 N 7,99

5.

De manera semejante pueden prepararse los derivados 1,3,5-triazínicos de la fórmula


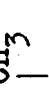


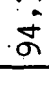




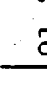
(158)



10

15.

que se reseñan en la table que sigue.

I	II	B ₁	B ₂	III	IV	V	VI	VII
159			$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	97,0	9/10	6	230,5 - 231	C 41,35,3 C 86,43 H 6,19 N 7,38 C 86,33 H 6,08 N 7,56
160				94,3	5	8	240,5 - 241	C 43,31,3 C 87,58 H 5,30 N 7,13 C 87,44 H 5,55 N 7,13
161		H	H	94,9	7	9	351 - 352,5	C 49,35,3 C 88,39 H 5,30 N 6,31 C 88,33 H 5,43 N 6,28
162		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	98,0	3/2	10	325 - 328	C 53,43,3 C 88,18 H 6,00 N 5,82 C 88,37 H 6,28 N 5,80
163				91,7	7	2	359 - 360	C 55,39,3 C 89,04 H 5,30 N 5,66 C 88,08 H 5,51 N 5,73

EJEMPLO 11

- 14,8 g del compuesto de la fórmula (131), 9,06 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente se agitan en 300^{cc} de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca gradualmente una coloración violada. Se lleva la temperatura en el curso de 30 minutos a 60°C. se prosigue la agitación a esta temperatura durante 30 minutos y luego se enfría hasta la temperatura ambiente. A continuación se instilan consecutivamente 100 cc de agua y 260 cc de ácido clorhídrico al 10 %. El producto de la reacción, precipitado, se lava con abundancia de agua y luego con 600 cc de metanol y se seca. Se obtienen alrededor de 16,7 g (correspondientes al 87,0 % de la teoría) del compuesto de la fórmula (132), en forma de un polvo amarillo, que funde a temperatura de 159,5 a 160° C. Después de cromatografiar en tetracloroetileno con óxido de aluminio activado y de recrystalizar en dioxano-etanol, se obtienen agujetas finas y afieltradas, casi incoloras, de punto de fusión 164,5 a 165° C.

Análisis: $C_{28}H_{20}N_2$ (384,46)

calculado: C 87,47 H 5,24 N 7,29

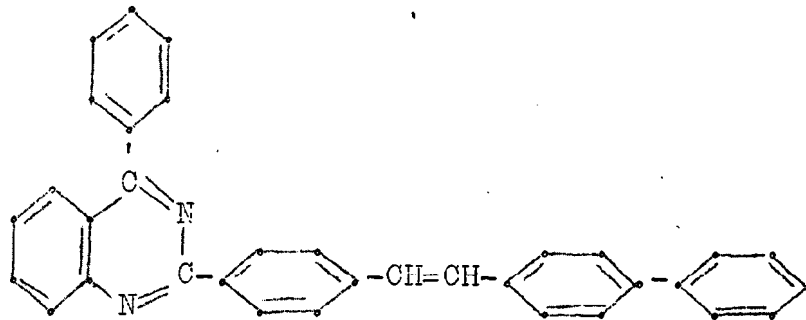
hallado: C 87,20 H 5,10 N 7,32 .

De manera semejante pueden prepararse los de-

derivados de quinazolina siguientes:

5.

(164)



Rendimiento: 94,3 % del teórico.

10.

Agujetas finas y afieltradas, de color amarillo claro, a partir de tetracloroetileno.

Punto de fusión: 226,5 a 227° C.

Análisis: $C_{34}H_{24}N_2$ (460,55)

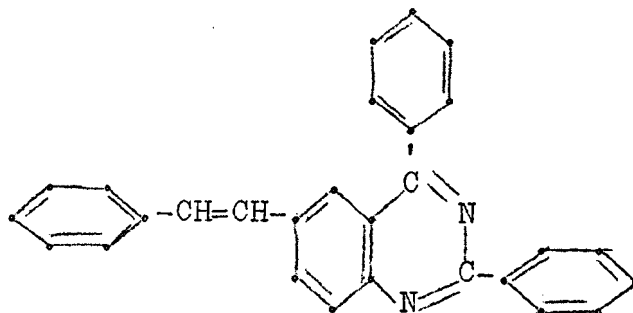
calculado: C 88,66 H 5,25 N 6,08

15.

hallado: C 88,46 H 4,96 N 6,04.

20.

(165)



Rendimiento: 93,5 % del teórico.

Agujetas finas y afieltradas, de color amarillo claro, a partir de tetracloroetileno.

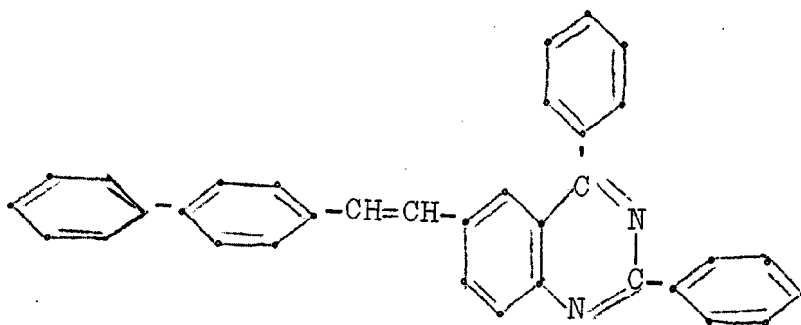
Punto de fusión: 198 a 198,5° C

5. Análisis: $C_{28}H_{20}N_2$ (384,46)

calculado: C 87,47 H 5,24 N 7,29

hallado: C 87,67 H 5,35 N 7,12.

10. (166)



Rendimiento: 97,0 % del teórico.

15. Agujetas brillantes, claras de color amarillo verdoso, a partir de dioxano-etanol.

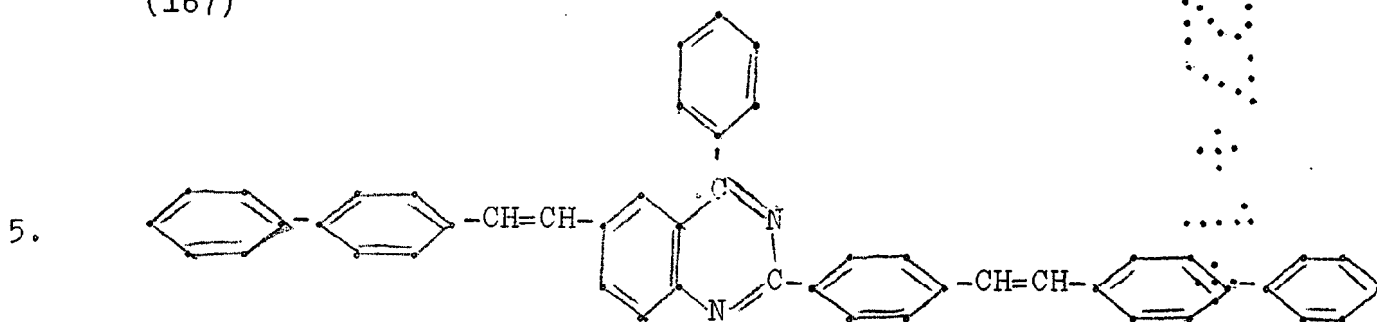
Punto de fusión: 243 a 243,5° C.

Análisis: $C_{34}H_{24}N_2$ (460,55)

20. calculado: C 88,66 H 5,25 N 6,08

hallado: C 88,42 H 5,43 N 6,15

(167)

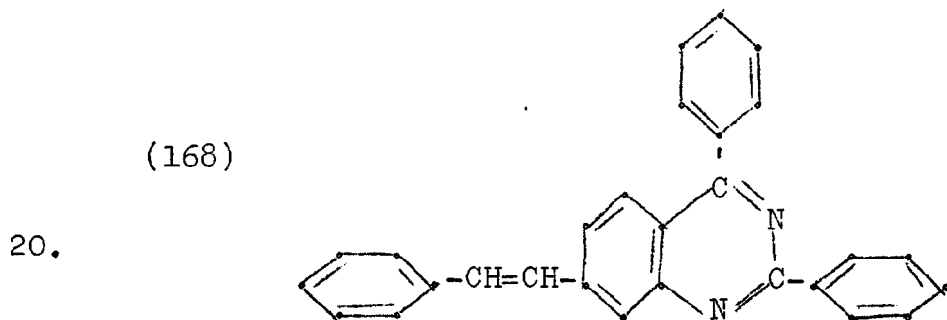


10. Rendimiento: 96,5 % del teórico
Agujetas finas, de color amarillo verdoso luciente, a partir de o-diclorobenceno.
Punto de fusión: 384 a 385° C.

Análisis: $C_{48}H_{34}N_2$ (638,77)

15. calculado: C 90,25 H 5,37 N 4,39
 hallado: C 90,16 H 5,41 N 4,45.

(168)



Rendimiento: 87,5 % del teórico.

Agujetas afieltradas, de color amarillo claro, a partir de dioxano-etanol.

Punto de fusión: 166 a 166,5° C.

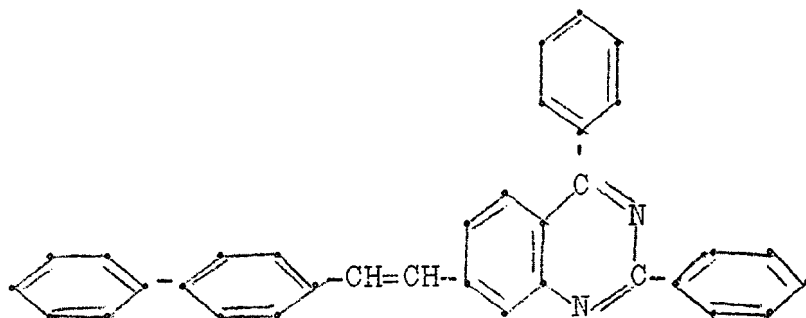
5. Análisis: $C_{28}H_{20}N_2$ (384,46)

calculado: C 87,47 H 5,24 N 7,29

hallado: C 87,46 H 5,34 N 7,21 .

10.

(169)



15.

Rendimiento: 92,5 % del teórico.

Agujetas afieltradas, de color amarillo pálido, a partir de tetracloroetileno.

Punto de fusión: 242 a 242,5° C

Análisis: $C_{34}H_{24}N_2$ (460,55)

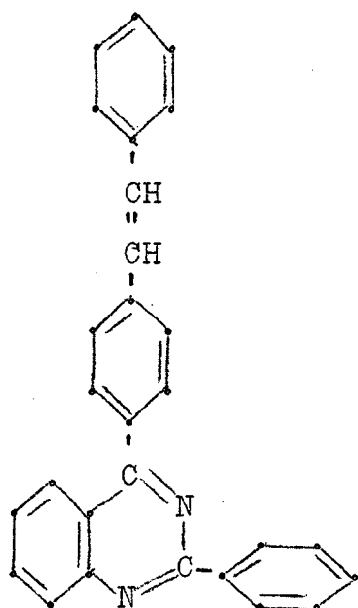
20.

calculado: C 88,66 H 5,25 N 6,08

hallado: C 88,71 H 5,32 N 5,84

(170)

5.



10.

Rendimiento: 92,0 % del teórico.

Cristales muy finos, casi incoloros, a partir de tetraclo-
roetileno.

15. Punto de fusión: 218 a 219° C.

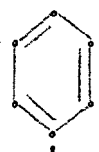
Análisis: $C_{28}H_{20}N_2$ (384,46)

calculado: C 87,47 H 5,24 N 7,29

hallado: C 87,52 H 5,33 N 7,54.

(171)

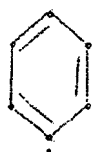
5.



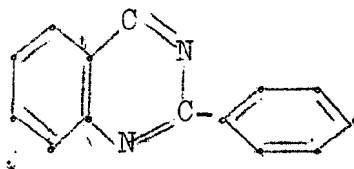
CH

||

CH



10.



15.

Rendimiento: 97,7 % del teórico.

Cristalitos brillantes, de color amarillo pálido, a partir de o-diclorobenceno.

Punto de fusión: 300 a 301^o C.

Análisis: $C_{34}H_{24}N_2$ (460,55)

20.

calculado: C 88,66 H 5,25 N 6,08

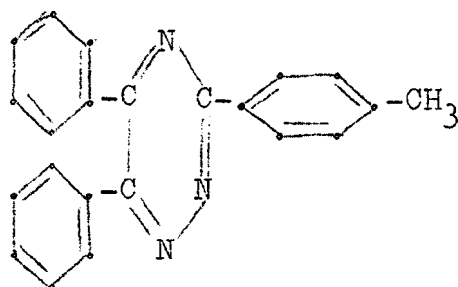
hallado: C 88,73 H 5,31 N 5,93

EJEMPLO 12

10,31 g de 3-[4'-netil-fenil-(1')]-5,6-difenil-1,2,4-triazina, de la fórmula

(172)

5.



10.

(punto de fusión: 137,5 a 138° C), 6,04 g de benzalanilina y 16,7 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10% aproximadamente se agitan en 200 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca gradualmente una coloración pardoamarillenta. Se

15.

lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos, se prosigue la agitación durante 30 minutos a dicha temperatura y luego se enfría hasta la temperatura ambiente. A continuación se instilan consecutivamente 100 cc de agua y 200 cc de ácido clorhídrico al 10 %. El producto de la

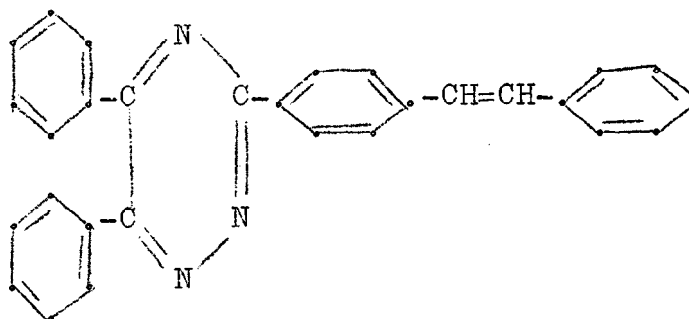
20.

reacción, precipitado, se lava con agua en abundancia y con 500 cc de metanol y^{se} seca. Se obtienen alrededor de

9,5 g (correspondientes al 69,2 % de la teoría) de 3-[estilbenil-(4')]-5,6-difenil-1,2,4-triazina, de la fórmula

(173)

5.



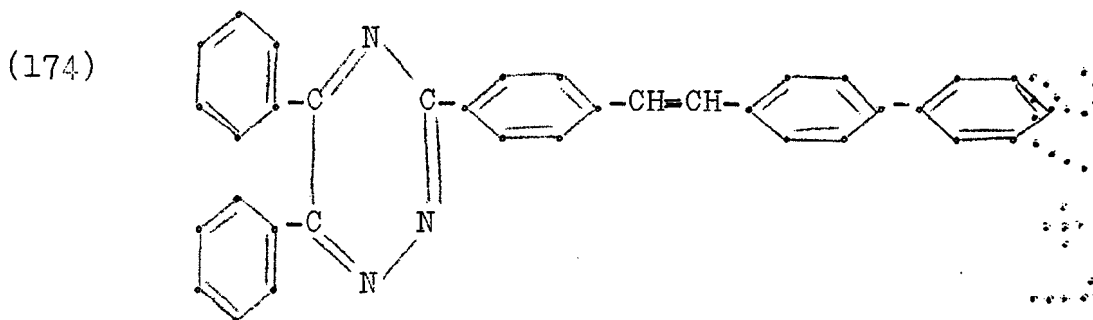
10.

en forma de un polvo de color amarillo claro. Después de tres recristalizaciones en dimetilformamida-etanol-agua, con ayuda de carbón activo, se obtienen cristales afieltrados, muy finos, de color amarillo claro y punto de fusión de 202,5 a 203,5° C.

15.

Análisis: $C_{29}H_{21}N_3$ (411,48)
calculado: C 84,64 H 5,14 N 10,21
hallado: C 84,60 H 5,32 N 10,24.

De manera semejante se obtiene el derivado de 1,2,4-triazina siguiente:



Rendimiento: 85,5 % del teórico.

Agujetas brillantes, de color amarillo claro, a partir de dimetilformamida.

Punto de fusión: 264 a 265° C.

10. Análisis: $C_{35}H_{25}N_3$ (487,57)
calculado: C 86,21 H 5,17 N 8,62
hallado: C 86,04 H 5,05 N 8,40

EJEMPLO 13

15. 12,96 g del compuesto de la fórmula (101), 9,1 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10% aproximadamente se agitan en 300 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca poco a poco una coloración roja. Se lleva la temperatura a 60° C en el curso de
20. 30 minutos, se agita durante 30 minutos todavía a dicha

- temperatura y se enfría luego hasta la temperatura ambiente. A continuación se instilan consecutivamente 100 cc de agua y 240 cc de ácido clorhídrico al 10 %. El producto de la reacción, precipitado, se lava con agua en abundancia y luego con 80 cc de metanol y se seca. Se obtienen alrededor de 15,7 g (correspondientes al 90,5 % de la teoría) del derivado naftotriazólico de la fórmula (103), en forma de un polvo de color beige, que funde a temperatura de 173,5 a 174° C. La recristalización por tres veces en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, da ho-
- 5.
10. juelas brillantes, de color amarillo verdoso pálido y punto de fusión de 182 a 182,5° C.

Análisis: $C_{24}H_{17}N_3$ (347,40)

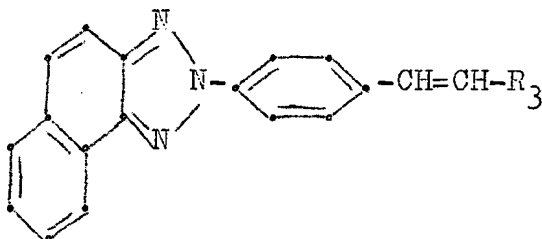
calculado: C 82,97 H 4,93 N 12,10

15. hallado: C 83,07 H 4,94 N 12,09.




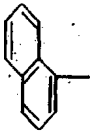

De manera semejante pueden prepararse los derivados naftotriazólicos de la fórmula

(175)

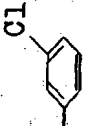
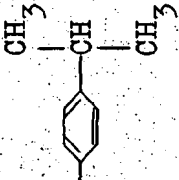
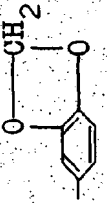
20.



reseñados en la tabla que sigue.

I	II B ₃	III	IV	V	VI	VII
102		91.2	5	8	215 - 215.5	C ₂₅ H ₁₉ ON ₃ C 79.55 H 5.07 N 11.13 C 79.34 H 5.07 N 11.17
176		86.5	5	9	237.5 - 238	C ₂₄ H ₁₆ N ₃ Cl C 75.49 H 4.22 N 11.00 C 75.29 H 4.04 N 10.91
177		92.6	7	9	255 - 256	C ₃₀ H ₂₁ N ₃ C 85.08 H 5.00 N 9.92 C 84.98 H 4.86 N 10.07
178		94.6	5	10	215 - 215.5	C ₂₈ H ₁₉ N ₃ C 84.61 H 4.82 N 10.57 C 84.43 H 4.86 N 10.58
179		79.5	5	9	236.5 - 237	C ₂₈ H ₁₉ N ₃ C 84.61 H 4.82 N 10.57 C 84.85 H 5.00 N 10.64



I	II B ₃	III	IV	V	VI	VII
180		66.0	5	8	182 - 182.5	$C_{24}H_{16}N_3Cl$ C 75.49 H 4.22 N 11.00 C 75.32 H 4.42 N 11.09
181		84.4	2/4	5	173.5 - 174	$C_{27}H_{23}N_3$ C 83.26 H 5.95 N 10.79 C 82.88 H 5.99 N 10.83
182		69.5	5	9	232 - 233	$C_{25}H_{17}O_2N_3$ C 76.71 H 4.38 N 10.74 C 76.89 H 4.47 N 10.77

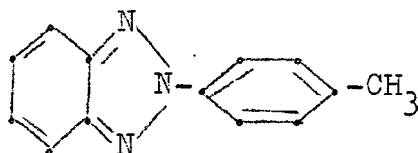
SECRET

EJEMPLO 14

5,19 g del derivado benzotriazólico de la fórmula

5.

(183)

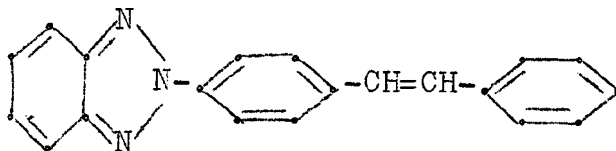


10.

(punto de fusión: 119,5 a 120° C), 4,53 g de benzalanilina y 12,5 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente se hacen reaccionar en 150 cc de dimetilformamida, según las indicaciones del Ejemplo 13, y se someten a la elaboración final. Se obtienen alrededor de 3,7 g (correspondientes al 49,8 % de la teoría) del compuesto benzotriazólico de la fórmula

15.

(184)

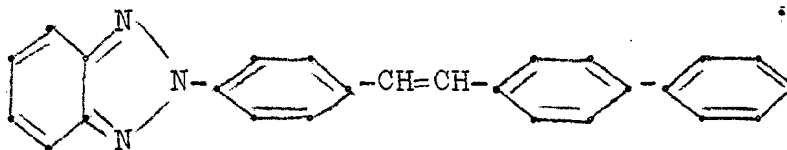


20. en forma de un polvo de color beige claro y punto de fusión de 194 a 194,5° C. La recristalización por dos veces en etanol, con ayuda de carbón activo, de hojuelas brillantes, incolores, que funden a temperatura de 196 a 196,5° C.

Análisis: $C_{20}H_{15}N_3$ (297,34)
calculado: C 80,71 H 5,09 N 14,13
hallado: C 80,74 H 4,82 N 14,21.

5. Si en lugar de benzalanilina, se emplean 6,43 g de anilo de difenil-(4)-aldehído, se obtiene el compuesto de la fórmula

(185)



10.

Rendimiento: 86,7 % del teórico.

Agujetas brillantes, de color amarillo verdoso pálido, a partir de tetracloroetileno.

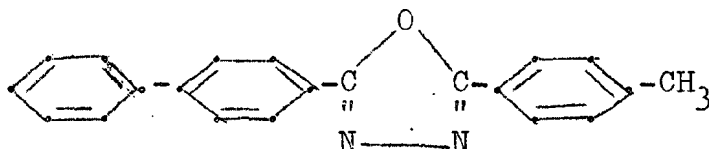
Punto de fusión: 271 a 271,5° C.

15. Análisis: $C_{26}H_{19}N_3$ (373,44)
calculado: C 83,62 H 5,13 N 11,25
hallado: C 83,57 H 5,22 N 11,10.

EJEMPLO 15

10,41 g de 2-[4'-metil-fenil-(1')]-5-[bifenilil-(4'')]-1,3,4-oxdiazol, de la fórmula

(186)

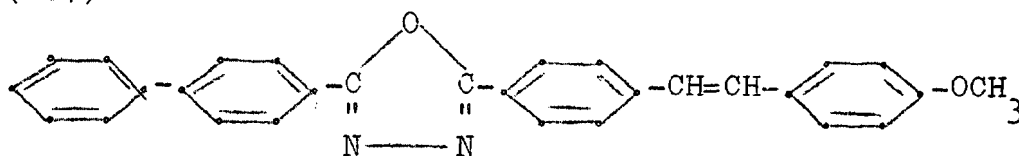


- 7,05 g de 4'-metoxibenzalanilina y 6,3 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente se agitan en 200 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que al cabo de algunos minutos aparezca una coloración rojoazulina. Se aumenta la temperatura hasta 90° C en el curso de 45 minutos, se agita durante 30 minutos todavía a temperatura de 90 a 95° C y luego se enfría hasta unos 10° C. A continuación se instilan consecutivamente, a temperatura de 10 a 15° C, 100 cc de agua, 100 cc de ácido clorhídrico al 10 % y otros 250 cc de agua, Se separa por succión el producto de reacción precipitado, se le lava con agua hasta neutralidad y, mediante ulterior lavado con metanol, se le exime de un producto secundario. Después de secar, se obtienen alrededor de 9,8 g (correspondientes al 68,3 % de la teoría) de 2-[4''-metoxi-estil-
- 10.
- 15.
- 20.

benil-(4')]-5-[bifenilil-(4'')]-1,3,4-oxidiazol, de la fórmula

(187)

5.



10. en forma de un polvo de color amarillo claro, que, después de tres recristalizaciones, primeramente en o-diclorobenceno y luego en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, proporciona agujetas afieltradas, de color amarillo pálido y punto de fusión 248 a 248,5°C.

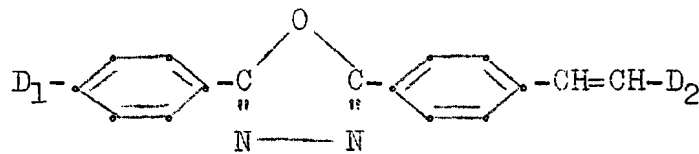
Análisis: C₂₉H₂₂O₂N₂ (430,48)

calculado: C 80,90 H 5,15 N 6,51


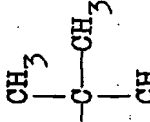







hallado: C 81,09 H 5,19 N 6,52.









15. De manera semejante pueden sintetizarse los derivados 1,3,4,oxidazólicos de la fórmula




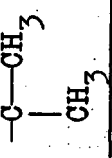





(188)




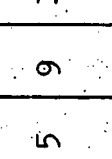






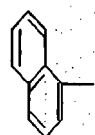
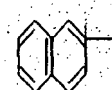
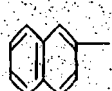

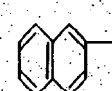

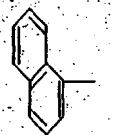
5. que se reseñan en la table que sigue; la temperatura de la reacción se limita entonces a $60^{\circ} C$ y en cambio se utilizan 8 moles de hidróxido potásico por grupo metílico que se haga reaccionar.

I	D ₁	D ₂	III	IV	V	VI	VII
189	H		50.6	2	2	168.5-169.5	C ₂₂ H ₁₆ ON ₂ C 81.46 H 4.97 N 8.64 C 81.29 H 5.25 N 8.89
190			59.4	2	1	166 - 167	C ₂₆ H ₂₄ ON ₂ C 82.07 H 6.36 N 7.36 C 82.00 H 6.27 N 7.47
191			72.5	5	1	227 - 228	C ₂₈ H ₂₀ ON ₂ C 83.97 H 5.03 N 7.00 C 83.93 H 5.06 N 7.07
192			84.9	7	8	278 - 279	C ₃₀ H ₂₂ ON ₂ C 84.48 H 5.20 N 6.57 C 84.52 H 5.18 N 6.53
193			85.6	7	8	309 - 310	C ₃₆ H ₂₆ ON ₂ C 86.03 H 5.21 N 5.57 C 86.03 H 5.25 N 5.64

I	II		III	IV	V	VI	VII
	D ₁	D ₂					
194	H		84.0	5	5	217 - 217.5	$C_{28}H_{20}ON_2$ C 83.97 H 5.03 N 7.00 C 83.96 H 5.16 N 6.94
195	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$		88.4	5	8	235 - 235.5	$C_{32}H_{28}ON_2$ C 84.18 H 6.18 N 6.14 C 83.98 H 6.25 N 6.13
196			88.5	7	8	286.5 - 287	$C_{34}H_{24}ON_2$ C 85.69 H 5.08 N 5.88 C 85.99 H 4.83 N 5.83
197	$-CH=CH-$ 		90.9	7	8	305 - 306	$C_{36}H_{26}ON_2$ C 86.03 H 5.31 N 5.57 C 85.74 H 5.18 N 5.63
198	$-CH=CH-$ 		93.6	8	8	371 - 372.5	$C_{42}H_{30}ON_2$ C 87.17 H 5.23 N 4.84 C 86.91 H 5.30 N 4.81

I	II		III	IV	V	VI	VII
	D ₁	D ₂					
199			86.5	7	8	375 - 376	C ₄₂ H ₃₀ ON ₂ C 87.17 H 5.23 N 4.84 C 87.21 H 5.47 N 4.78
200	H		64.0	5	3	209.5 - 210	C ₂₂ H ₁₅ ON ₂ Cl C 73.64 H 4.21 N 7.81 C 73.54 H 4.23 N 7.78
201			67.0	5	1	217.5 - 219	C ₂₆ H ₂₃ ON ₂ Cl C 75.26 H 5.59 N 6.75 C 75.20 H 5.67 N 6.88
202			78.4	7	2	250 - 251	C ₂₈ H ₁₉ ON ₂ Cl C 77.33 H 4.40 N 6.44 C 77.10 H 4.63 N 6.50
203			73.8	5	8	289 - 290	C ₃₀ H ₂₁ ON ₂ Cl C 78.17 H 4.59 N 6.08 C 78.04 H 4.46 N 5.99

I	II D ₁	D ₂	III	IV	V	VI	VII
204	---CH=CH--- 		88.2	7	8	310 - 311	$\text{C}_{30}\text{H}_{20}\text{ON}_2\text{Cl}_2$ C 72.74 H 4.07 N 5.65 C 72.66 H 4.23 N 5.79
205	H		58.1	5	9	176	$\text{C}_{23}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{N}_2$ C 77.95 H 5.12 N 7.91 C 77.74 H 5.15 N 7.91
206			65.7	5	9	190.5 - 191	$\text{C}_{27}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{N}_2$ C 79.00 H 6.38 N 6.83 C 79.18 H 6.24 N 6.81
138	---CH=CH--- 		83.0	7	5	310 - 311	$\text{C}_{32}\text{H}_{26}\text{O}_3\text{N}_2$ C 78.99 H 5.39 N 5.76 C 79.12 H 5.63 N 5.87
207	H		85.4	5	9	188.5-189.5	$\text{C}_{26}\text{H}_{18}\text{ON}_2$ C 83.40 H 4.85 N 7.48 C 83.49 H 4.97 N 7.55

I	II		III	IV	V	VI	VII
	D ₁	D ₂					
208	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$		71.5	5	5	164.5-165.5	$\text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{ON}_2$ C 83.69 H 6.09 N 6.51 C 83.52 H 5.99 N 6.53
209	H		66.3	7	5	200.5 - 202	$\text{C}_{26}\text{H}_{18}\text{ON}_2$ C 83.40 H 4.85 N 7.48 C 83.57 H 5.00 N 7.47
210	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{---C---CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$		69.9	5	5	219 - 219.5	$\text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{ON}_2$ C 83.69 H 6.09 N 6.51 C 83.99 H 6.05 N 6.63
211			71.0	7	8	265 - 265.5	$\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{ON}_2$ C 85.31 H 4.92 N 6.22 C 85.31 H 4.98 N 6.30
212			79.0	2/4	9	218.5 - 219	$\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{ON}_2$ C 85.31 H 4.92 N 6.22 C 85.29 H 5.13 N 6.17



EJEMPLO 16

12,52 g de 2,5-bis-[4'-metil-fenil-(1')]-

1,3,4-oxdiazol, de la fórmula (137), 18,12 g de benzalaceti-

5. lina y 12,6 g de hidróxido potásico en polvo con un conte-

nido de agua del 10 % aproximadamente se agitan en 300 cc

de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace

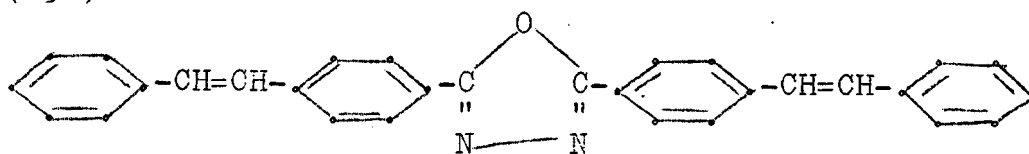
10. que al cabo de algunos minutos aparezca una coloración ro-

ja. Se aumenta la temperatura en el curso de 25 minutos

15. hasta 90° C, se agita durante 40 minutos todavía a tempe-

ratura de 90 a 95° C y luego se enfría hasta unos 10° C.
A continuación se instilan consecutivamente, a temperatura
de 10 a 20° C, 100 cc de agua, 140 cc de ácido clorhídrico
la 10 % y otros 250 cc de agua. Se separa por succión el
producto precipitado de la reacción, se le lava con agua
hasta neutralidad y, mediante ulterior lavado con metanol,
se le exime de un producto secundario. Después de secar,
se obtienen alrededor de 18,0 g (correspondientes al 84,5
% de la teoría) de 2,5-bis-[estilbenil-(4')]-1,3,4-oxdiazol,
de la fórmula

20. (192)

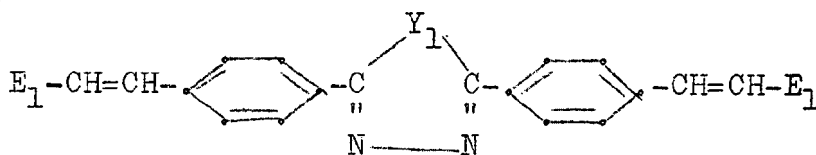


en forma de un polvo de color amarillo claro, que funde a temperatura de 270 a 274° C. Después de tres recristalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen hojuelas brillantes, de color amarillo verdoso pálido y punto de fusión de 279 a 280° C .






Análisis: $C_{30}H_{22}ON_2$ (426,49)
calculado: 84 C 84,48 H 5,20 N 6,57
hallado: C 84,25 H 5,28 N 6,51.

De manera análoga pueden sintetizarse los derivados 1,3,4-oxdiazólicos y 1,3,4-tiadiazólicos de la fórmula

(213)



15. que se reseñan en la tabla que sigue; en esta table, la columna VIII indica la temperatura de la reacción en grados centígrados.

I	Y ₁	II	B ₁	III	IV	V	VI	VII	VIII
204	-O-			96	7	8	305 - 305.5	$C_{30}H_{20}ON_2Cl_2$ C 72.44 H 4.07 N 5.65 C 72.68 H 4.06 N 5.54	90-95
138	-O-			75.2	7	9	309.5 - 310	$C_{32}H_{26}O_3N_2$ C 78.99 H 5.39 N 5.76 C 79.01 H 5.58 N 5.83	90-95
214	-O-			92.0	7	8	334 - 335	$C_{38}H_{26}ON_2$ C 86.66 H 4.98 N 5.32 C 86.65 H 5.15 N 5.28	60
215	-S-			93.2	7	5	361 - 362	$C_{30}H_{22}N_2S$ C 81.42 H 5.01 N 6.33 C 81.14 H 5.00 N 6.28	60
216	-S-			94.9	8	10	> 400	$C_{42}H_{30}N_2S$ C 84.81 H 5.08 N 4.71 C 84.76 H 5.19 N 4.79	60

I	Y ₁	II E ₁	III	IV	V.	VI	VII	VIII
217	-0-		91.6	11	1	285 - 286.5	$C_{36}H_{34}ON_2$ C 84.67 H 6.71 N 5.49 C 84.82 H 6.71 N 5.73	60
218	-0-		92.5	11	6	255 - 255.5	$C_{38}H_{26}ON_2$ C 86.66 H 4.98 N 5.32 C 86.76 H 5.19 N 5.24	60

030103

EJEMPLO 17

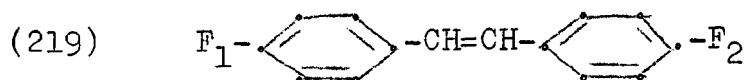
- 14,3 g de 1-[6'-fenil-benzoxazolil-(2')]-4-metil-benceno, de la fórmula (104), 9,2 g de benzalanilina y 6,3 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente se agitan en 300 cc de dimetildormamida, con exclusión del aire. Se eleva la temperatura en el curso de una hora hasta 90° C, y ello hace que aparezca al principio una coloración violada y luego una coloración pardooscura. Se agita todavía la mezcla reaccional durante 30 minutos, a temperatura de 90 a 95° C, y luego se enfría hasta unos 10° C y se instilan, a temperatura de 10 a 20°^C/y consecutivamente, 100 cc de agua, 150 cc de ácido clorhídrico al 10 % y otros 300 cc de agua. Se separa por succión el producto de reacción precipitado, se le lava con agua hasta neutralidad y, con metanol, se le exime de un producto secundario. Después de secar, se obtienen unos 9,9 g (correspondientes al 53,2 % de la teoría) de 4-[6'-fenil-benzoxazolil-(2')]-estilbeno, de la fórmula (105), en forma de un polvo de color beige amarillento y punto de fusión de 222 a 225,5° C. Después de tres recristalizaciones en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen agujetas y hojuelas brillantes, de color amarillo verdoso pálido, que funden a temperatura de 224 a 224,5° C.

Análisis: C₂₇H₁₉ON (373,43)

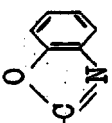
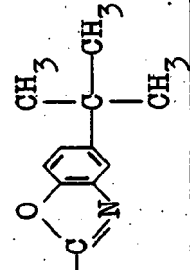
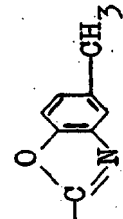
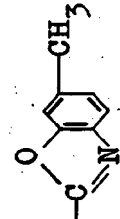
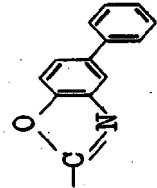
calculado: C 86,84 H 5,13 N 3,75

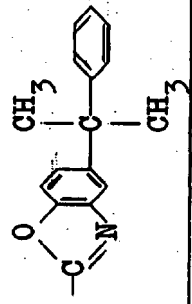
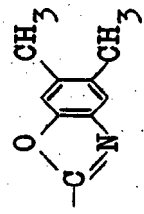
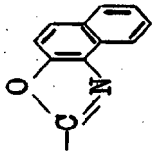
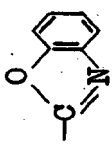
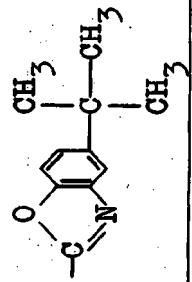
hallado: C 86,63 H 5,09 N 3,67

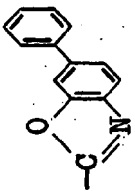
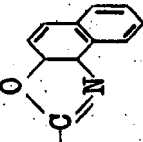
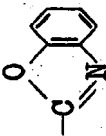
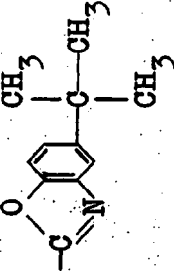
De manera semejante pueden prepararse los derivados de 4-[ariloxazoplil-(2')]-estilbeno de la fórmula



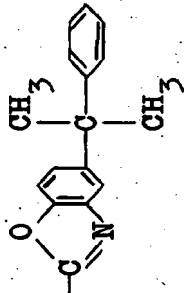
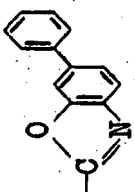
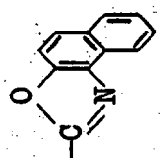
que se reseñan en la tabla que sigue; la temperatura de la reacción se ha limitado a 60° C, y en cambio se han utilizado 4 moles de hidróxido potásico por grupo metílico que se hace reaccionar.

I	F ₁	II F ₂	III	IV	V	VI	VII
220	H		45.7	2	1	197 - 197.5	C ₂₁ H ₁₅ ON C 84.82 H 5.09 N 4.71 C 84.61 H 4.89 N 4.90
221	H		51.0	2	1	174 - 174.5	C ₂₅ H ₂₃ ON C 84.95 H 6.56 N 3.96 C 85.09 H 6.59 N 4.00
222	H		43.4	2	1	182.5 - 183	C ₂₂ H ₁₇ ON C 84.86 H 5.50 N 4.50 C 84.59 H 5.52 N 4.44
223	H		32.1	1/4	8	180 - 180.5	C ₂₂ H ₁₇ ON C 84.86 H 5.50 N 4.50 C 85.12 H 5.58 N 4.66
224	H		55.2	5	5	233 - 233.5	C ₂₇ H ₁₉ ON C 86.84 H 5.13 N 3.75 C 86.73 H 5.20 N 3.77

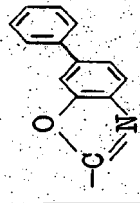
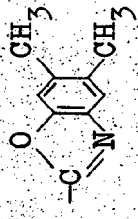
I	F ₁	II	F ₂	III	IV	V	VI	VII
225	H		36.2	2/3	1	144 - 144.5	$C_{30}H_{25}ON$ C 86.71 H 6.06 N 3.37 C 86.75 H 6.05 N 3.40	
226	H		78.0	5	1	233 - 233.5	$C_{23}H_{19}ON$ C 84.89 H 5.89 N 4.30 C 84.64 H 5.72 N 4.40	
227	H		64.5	2/3	9	204 - 204.5	$C_{25}H_{17}ON$ C 86.43 H 4.93 N 4.03 C 86.69 H 5.15 N 3.98	
228	-Cl		69.4	5	2	239 - 239.5	$C_{21}H_{14}ONCl$ C 76.02 H 4.25 N 4.22 C 75.95 H 4.19 N 4.36	
229	-Cl		71.1	5	2	228.5 - 229	$C_{25}H_{22}ONCl$ C 77.41 H 5.72 N 3.61 C 77.37 H 5.76 N 3.68	

I	F ₁	II F ₂	III	IV	V	VI	VII
230	-Cl		58.7	5	8	255 - 255.5	C ₂₇ H ₁₈ ONCl C 79.50 H 4.45 N 3.43 C 79.36 H 4.51 N 3.37
231	-Cl		75.5	5	9	222 - 223	C ₂₅ H ₁₆ ONCl C 78.63 H 4.22 N 3.67 C 78.68 H 4.34 N 3.83
232	-OCH ₃		52.6	2/3	3	220.5 - 222	C ₂₂ H ₁₇ O ₂ N C 80.71 H 5.23 N 4.28 C 80.46 H 5.38 N 4.20
233	-OCH ₃		44.3	5	2	211 - 211.5	C ₂₆ H ₂₅ O ₂ N C 81.43 H 6.57 N 3.65 C 81.53 H 6.72 N 3.69



I	F ₁	II	F ₂	III	IV	V	VI	VII
234	-OCH ₃			53.9	5	9	197 - 197.5	C ₃₁ H ₂₇ O ₂ N C 83.57 H 6.11 N 3.14 C 83.64 H 6.18 N 3.16
106	-OCH ₃			56.6	5	3	254 - 254.5	C ₂₈ H ₂₁ O ₂ N C 83.35 H 5.25 N 3.47 C 82.93 H 5.36 N 3.33
235	-OCH ₃			56.2	5	9	216 - 217	C ₂₆ H ₁₉ O ₂ N C 82.74 H 5.07 N 3.71 C 82.52 H 5.23 N 3.54

20041103

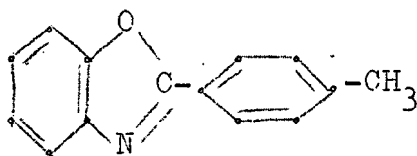
I	F ₁	II F ₂	III	IV	V	VI	VII
236	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$		72.5	4	9	196.5 - 197	$\text{C}_{30}\text{H}_{25}\text{ON}$ C 86.71 H 6.06 N 3.37 C 86.58 H 6.18 N 3.43
237	H		78.0	5	1	233 - 233.5	$\text{C}_{23}\text{H}_{19}\text{ON}$ C 84.89 H 5.89 N 4.30 C 84.64 H 5.72 N 4.40

30143

EJEMPLO 18

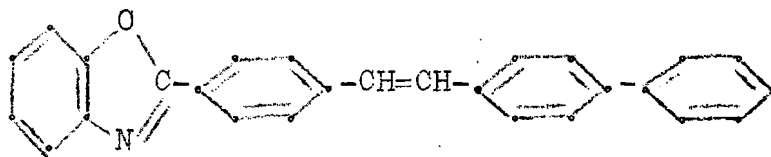
10,47 g de 1-[benzoxazolil-(2')]-metil-ben-
ceno, de la fórmula

5. (238)



10. 12,87 g de anilo de difenil-(4)-aldehído y 25 g de hidró-
xido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 %
aproximadamente, se agitan en 300 cc de dimetilformamida,
con exclusión del aire, lo que hace que aparezca una colo-
ración pardorrojiza. Se lleva la temperatura a 60° C en el
curso de 30 minutos, se agita a esta temperatura durante 30
15. minutos todavía y a continuación se enfría hasta la tempe-
ratura ambiente. Se instilan entonces, consecutivamente,
150 cc de agua y 250 cc de ácido clorhídrico al 10 %. Se
separa por succión el producto de reacción precipitado, se
le lava con agua hasta neutralidad y, mediante ulterior la-
vado con 600 cc de metanol, se le exime de un producto se-
20. cundario. Después de secar, se obtienen alrededor de 12,3
g (correspondientes al 66,0 % de la teoría) de 4-[benzoxa-
zolil-(2'')]-4'-fenil-estilbeno, de la fórmula

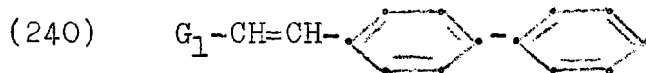
(239)



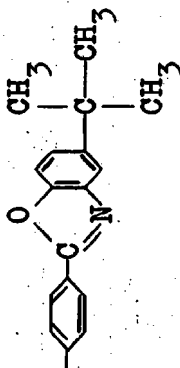
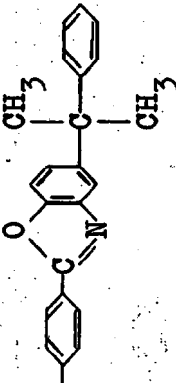
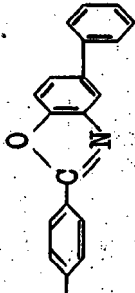
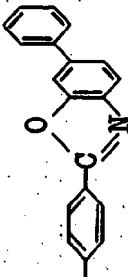
5. en forma de un polvo de color amarillo claro, que funde a temperatura de 270 a 272° C. Después de tres recristalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen alrededor de 8,4 g (correspondientes al 45,2 % de la teoría) de hojuelas brillantes, de color amarillo claro y punto de fusión de 276 a 276,5° C.
- 10.

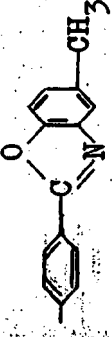
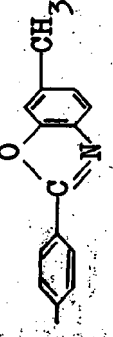
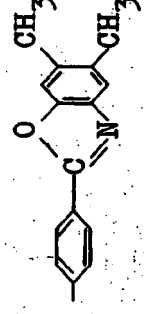
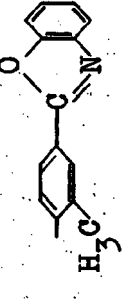
Análisis: $C_{27}H_{19}ON$ (373,43)
calculado: C 86,84 H 5,13 N 3,75
hallado: C 86,78 H 5,16 N 3,83

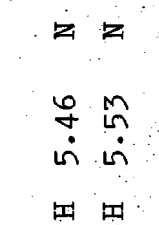
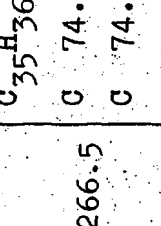
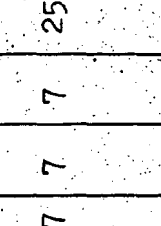

15. De manera análoga pueden sintetizarse los derivados de 4-[ariloxazolil-(2'')]-4'-fenil-estilbeno de la fórmula



que se reseñan en la tabla que sigue.

I	II G ₁	III	IV	V	VI	VII
241		80.0	4	3	264 - 265	$C_{31}H_{27}ON$ C 86.68 H 6.34 N 3.26 C 86.83 H 6.11 N 3.29
242		77.0	5	9	238 - 238.5	$C_{36}H_{29}ON$ C 87.95 H 5.94 N 2.85 C 87.90 H 5.84 N 2.75
243		69.0	7	6	294.5 - 295.5	$C_{33}H_{23}ON$ C 88.17 H 5.16 N 3.12 C 88.33 H 5.26 N 3.11
244		70.3	7	9	284 - 284.5	$C_{33}H_{23}ON$ C 88.17 H 5.16 N 3.12 C 88.28 H 5.04 N 3.19

I	II G ₁	III	IV	V	VI	VII
245		77.6	5	3	294.5 - 295	C ₂₈ H ₂₁ ON C 86.79 H 5.46 N 3.62 C 86.87 H 5.46 N 3.61
246		78.4	4	9	280 - 280.5	C ₂₈ H ₂₁ ON C 86.79 H 5.46 N 3.62 C 86.79 H 5.50 N 3.71
247		82.7	5	9	306 - 308	C ₂₉ H ₂₃ ON C 86.75 H 5.78 H 3.49 C 86.88 H 5.85 H 3.48
248		50.6	5	8	213 - 213.5	C ₂₈ H ₂₁ ON C 86.79 H 5.46 H 3.62 C 86.55 H 5.46 H 3.82

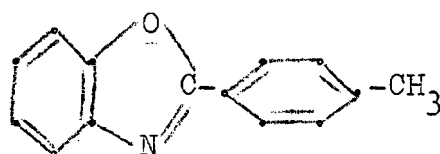
I	II G ₁	III	IV	V	VI	VII
249		82.5	5	3	201 - 202	$C_{28}H_{21}ON$ C 86.79 H 5.46 N 3.62 C 86.64 H 5.53 N 3.38
250		90	5	3	266 - 266.5	$C_{35}H_{36}O_3N_2S$ C 74.44 H 6.43 N 4.96 C 74.21 H 6.18 N 4.91
251		72.7	7	7	259.5 - 260	$C_{31}H_{21}ON$ C 87.91 H 5.00 N 3.31 C 87.91 H 5.11 N 3.26
252		94.8	11	9	279 - 279.5	$C_{31}H_{21}ON$ C 87.91 H 5.00 N 3.31 C 87.83 H 4.99 N 3.32

158

EJEMPLO 19

5,23 g de 1-[benzoxazolil-(2')]-4-metil-benceno, de la fórmula

(238)



10.

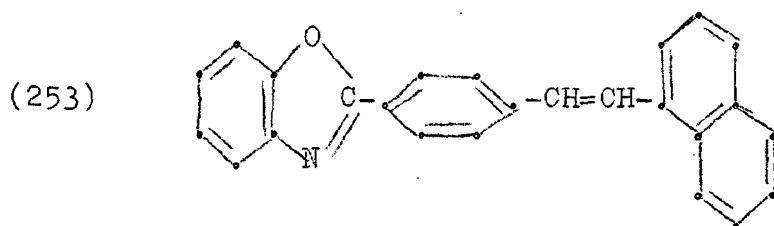
5,78 g de anilo de naft-(1)-aldehído y 12,5 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se agitan en 150 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca primeramente una coloración rojovinosa y luego una coloración violada. Se

15.

lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos, se agita a esta temperatura durante 30 minutos todavía y a continuación se enfría hasta la temperatura ambiente. Si ins-

20.

tilan entonces, consecutivamente, 200 cc de agua y 140 cc de ácido clorhídrico al 10 %, se enfría hasta 5° C el producto de la reacción precipitado, se le separa por succión se le lava con agua hasta neutralidad y, mediante ulterior lavado con un poco de metanol, se le exime de un producto secundario. Después de secar, se obtienen alrededor de 7,73 g (correspondiente al 89 % de la teoría) del compuesto de la fórmula



5. en forma de un polvo de color amarillo pardusco. Después de cromatografiar en óxido de aluminio activado, con tetracloroetileno, y de recrystalizar en dioxano-etanol, se obtienen agujetas y hojuelas brillantes, de color amarillo verdoso pálido y punto de fusión de 165 a 166° C.

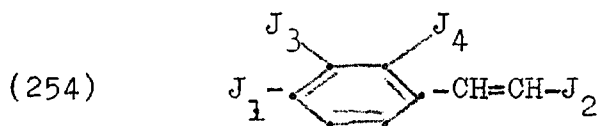
10. Análisis: $C_{25}H_{17}ON$ (347,39)

calculado: C 86,43 H 4,93 N 4,03

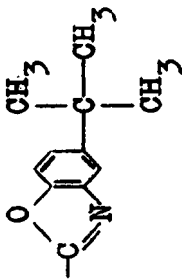
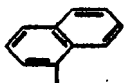
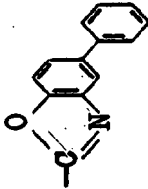
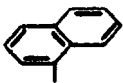
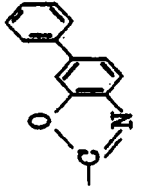
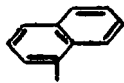
hallado: C 86,54 H 4,91 N 4,08

De manera semejante pueden sintetizarse los compuestos de la fórmula

15.



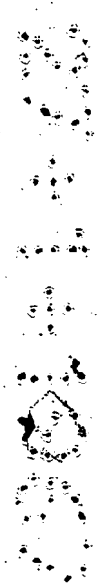
que se reseñan en la tabla siguiente.

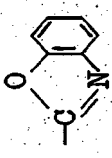
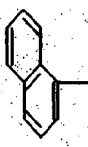
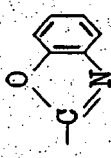

I	J ₁	II ⁺)	J ₂	III	IV	V	VI	VII
255				89.4	2/3	8	141 - 141.5	C ₂₉ H ₂₅ ON C 86.32 H 6.25 N 3.47 C 86.35 H 6.17 N 3.56
256				90.0	2/3	6	150.5 - 151	C ₃₁ H ₂₁ ON C 87.91 H 5.00 N 3.31 C 87.89 H 5.26 N 3.33
257				95.8	2/3	3	183 - 183.5	C ₃₁ H ₂₁ ON C 87.91 H 5.00 N 3.31 C 87.98 H 4.81 N 3.35

+) J₃, J₄ = H

I	J ₁	II ⁺	J ₂	III	IV	V	VI	VII
258				72.5	3	6	206.5 - 207	$C_{29}H_{19}ON$ C 87.63 H 4.82 N 3.52 C 87.88 H 4.99 N 3.60
259				65.7	2/3	2	225 - 226	$C_{25}H_{17}ON$ C 86.43 H 4.93 N 4.03 C 86.47 H 5.18 N 4.05
260				61.4	2/3	1	208 - 208.5	$C_{29}H_{25}ON$ C 86.32 H 6.25 N 3.47 C 86.15 H 6.30 N 3.52

+) J₃, J₄ = H



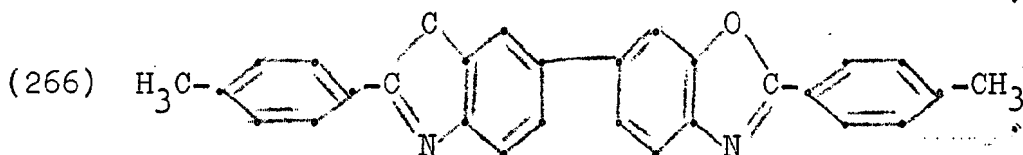
I	II				IV	V	VI	VII
	J ₁	J ₂	J ₃	J ₄				
264			H	-CH ₃	5	9	168 - 168.5	C ₂₆ H ₁₉ ON C 86.40 H 5.30 N 3.88 C 86.44 H 5.30 N 3.95
265			-CH ₃	H	2	9	144 - 144.5	C ₂₆ H ₁₉ ON C 86.40 H 5.30 N 3.88 C 86.38 H 5.22 N 3.93

104

EJEMPLO 20

10,42 g del compuesto bis-benzoxazólico de la fórmula

5.



10. (preparado por condensación de 1 mol de 3,3'-dioxibenzidina con 2 moles de ácido p-toluílico y cierre consecutivo del anillo por calentamiento a más de 200° C, con ácido bórico como catalizador; punto de fusión: 316 a 316,5° C), 9,06 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente se agitan en 300 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca poco a poco una coloración violadopardusca. Se lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos, se agita a dicha temperatura durante 35 minutos todavía y a continuación se enfría hasta la temperatura ambiente. Se instilan entonces, consecutivamente, 100 cc de agua y 230 cc de ácido clorhídrico al 10 %, se separa por succión el producto de la reacción precipitado, se le lava con agua y con metanol y se le seca. Se obtienen alrededor de 11,2 g (correspondientes al 75,6 % de la teoría) del compuesto de la fórmula
- 15.
- 20.
- 25.

(267)

5.



que, después de tres recristalizaciones en o-diclorobenceno, da cristalitas brillantes, de color amarillo claro y punto de fusión 352 a 353° C.

10.

Análisis: $C_{42}H_{28}O_2N_2$ (592,66)

calculado: C 85,11 H 4,76 N 4,73

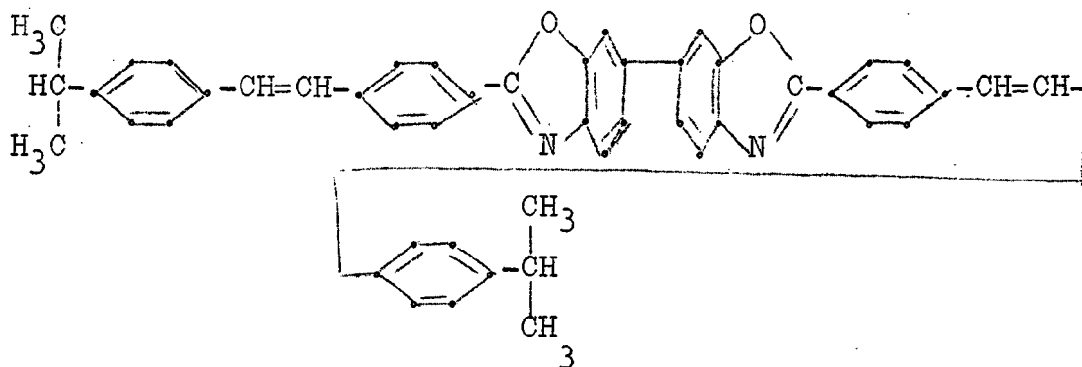
hallado: C 84,81 H 4,78 N 4,71

15.

De manera análoga puede prepararse el compuesto de la fórmula

(268)

20.



25.

Rendimiento: 62,7 % del teórico.

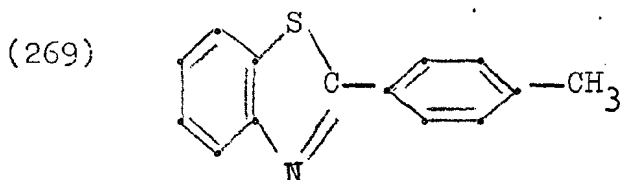
Cristalitos afieltrados, de color amarillo claro, a partir de o-diclorobenceno.

Punto de fusión: superior a 380° C.

5. Análisis: $C_{48}H_{40}O_2N_2$ (676,82)
- | | | | | | | |
|------------|---|-------|---|------|---|------|
| calculado: | C | 85,17 | H | 5,96 | N | 4,14 |
| hallado: | C | 85,01 | H | 5,93 | N | 4,14 |

EJEMPLO 21

10. 7,24 g de 1-[benzotiazolil-(2')]-4-metil-benceno,
de la fórmula

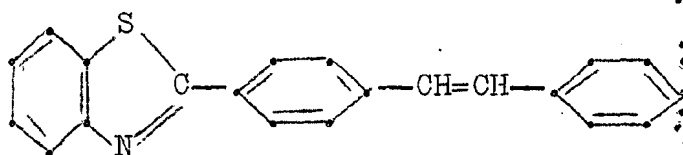


15. 6,04 g de benzalanilina y 16,7 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10% aproximadamente se agitan en 200 cc de dimetilformamida, con exclusión del
20. aire, lo que hace que aparezca una coloración violada. Se lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos, se agita durante 30 minutos todavía a dicha temperatura y a continuación se enfría hasta la temperatura ambiente. Se instilan entonces, consecutivamente, 100 cc de agua y 190
25. cc de ácido clorhídrico al 10 %, se separa por succión el producto de reacción precipitado, se le lava con agua hasta

neutralidad y, mediante ulterior lavado con 300 cc de metanol, se le exime de un producto secundario. Después de secar, se obtienen alrededor de 8,1 g (correspondientes al 80,6 % de la teoría) de 4-[benzotiazolil-(2')]-estilbena, de la fórmula

5.

(270)



10.

en forma de un polvo de color amarillo claro, que funde a temperatura de 226 a 228° C. Después de tres recristalizaciones en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen cristales muy finos, de color verde pálido y punto de fusión de 231 a 231,5° C.

15.

Análisis: $C_{21}H_{15}NS$ (313,43)

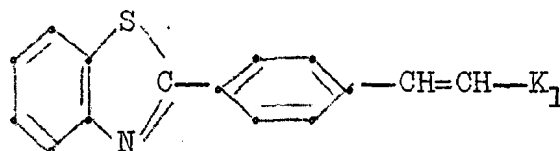
calculado: C 80,48 H 4,82 N 4,47

hallado: C 80,39 H 4,98 N 4,49 .

20.

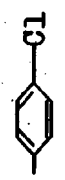

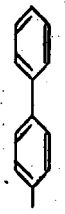
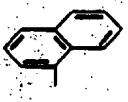

De manera semejante pueden sintetizarse los derivados de 4-[benzotiazolil-(2')]-estilbena de la fórmula

(271)



25.

que se reseñan en la tabla siguiente.

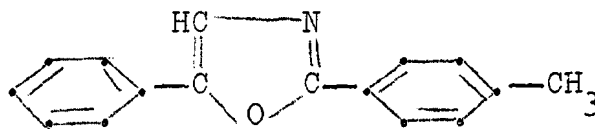
I	II K ₁	III	IV	V	VI	VII
272		82.8	5	8	263.5 - 264	C ₂₁ H ₁₄ NSCl C 72.51 H 4.06 N 4.03 C 72.60 H 4.01 N 3.95
273		90.8	5	9	244.5 - 245	C ₂₂ H ₁₇ ONS C 76.94 H 4.99 N 4.08 C 76.61 H 5.01 N 4.11
274		88.0	7	9	299 - 300	C ₂₇ H ₁₉ NS C 83.26 H 4.92 N 3.60 C 83.33 H 4.79 N 3.41
275		92.5	2/3	6	145.5 - 146	C ₂₅ H ₁₇ NS C 82.61 H 4.71 N 3.85 C 82.67 H 4.75 N 3.90
276		80.5	5	5	249.5 - 250	C ₂₅ H ₁₇ NS C 82.61 H 4.71 N 3.85 C 82.38 H 4.81 N 3.92

EJEMPLO 22

5,88 g de 2-[4'-metilfenil-(1')]-5-fenil-oxazol, de la fórmula

5.

(277)



10.

5,44 g de benzalanilina y 12,50 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente se agitan en 150 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca una coloración violadorrojiza. Se lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos, se agita a esta temperatura durante 30 minutos

15.

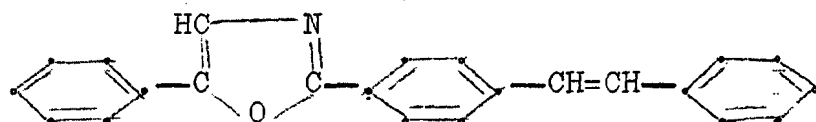
todavía y a continuación se enfría hasta la temperatura ambiente. Se instilan entonces, consecutivamente, 150 cc de agua y 130 cc de ácido clorhídrico al 10 %, se separa por succión el producto de la reacción precipitado, se le lava con agua hasta neutralidad y se le purifica mediante

20.

ulterior lavado con 150 cc de metanol. Después de secar, se obtienen alrededor de 6,2 g (correspondientes al 76,8 % de la teoría) de 2-[estilbenil-(4')]-5-fenil-oxazol, de la fórmula

25.

(278)



en forma de un polvo de color amarillo pálido, que funde a temperatura de 154,5 a 155,5° C. Dos recristalizaciones en etanol, con ayuda de carbón activo, dan agujetas y hojuelas muy finas, brillantes, de color verde pálido y punto de fusión de 156 a 156,5° C.

Análisis: $C_{23}H_{17}ON$ (323,37)

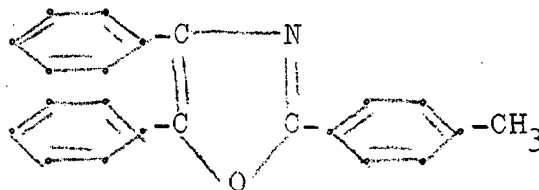
calculado: C 85,42 H 5,30 N 4,33

hallado: C 85,51 H 5,27 N 4,35 .

10. De manera semejante pueden prepararse, a partir de 2-[4'-metilfenil-(1')]-5-fenil-oxazol, de la fórmula (277), y 2-[4'-metilfenil-(1')]-4,5-difenil-oxazol, de la fórmula

(279)

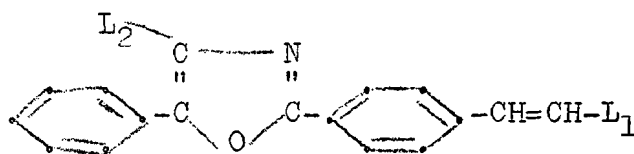
15.





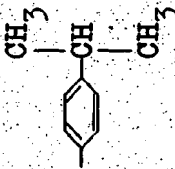

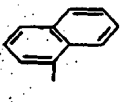
los derivados de 2-[etilbenil-(4')]-oxazol de la fórmula






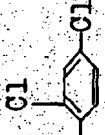



(280)



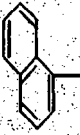
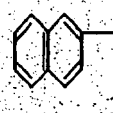
20.



que se reseñan en la tabla que sigue.

I	II	III	IV	V	VI	VII
	L ₁	L ₂				
281		H	5	8	204 - 205	C ₂₃ H ₁₆ ONCl C 77.20 H 4.51 N 3.91 C 77.14 H 4.56 N 3.86
282		H	5	8	191.5-192.5	C ₂₄ H ₁₉ O ₂ N C 81.56 H 5.42 N 3.96 C 81.39 H 5.47 N 3.83
283		H	2	2	142 - 142.5	C ₂₆ H ₂₃ ON C 85.45 H 6.34 N 3.83 C 85.33 H 6.19 N 3.98
284		H	5	9	230 - 230.5	C ₂₉ H ₂₁ ON C 87.19 H 5.30 N 3.51 C 87.29 H 5.35 N 3.27
285		H	11	9	169 - 169.5	C ₂₇ H ₁₉ ON C 86.84 H 5.13 N 3.75 C 87.09 H 5.25 N 3.70

I	II L ₁	L ₂	III	IV	V	VI	VII
286		H	89.0	11	8	214.5 - 215	C ₂₇ H ₁₉ ON C 86.84 H 5.13 N 3.75 C 87.02 H 5.28 N 3.87
287			85.1	5	3	181.5 - 182	C ₂₉ H ₂₁ ON C 87.19 H 5.30 N 3.51 C 87.36 H 5.32 N 3.69
288			84.0	5	9	206 - 207	C ₂₉ H ₂₀ ON Cl C 80.27 H 4.65 N 3.23 C 80.02 H 4.55 N 3.51
289			55.6	2	9	171.5 - 172	C ₂₉ H ₁₉ ON Cl ₂ C 74.37 H 4.09 N 2.99 C 74.40 H 4.19 N 3.15
290			69.0	5	9	182.5 - 183	C ₃₀ H ₂₃ O ₂ N C 83.89 H 5.40 N 3.26 C 84.01 H 5.52 N 3.16

I	II	III	IV	V	VI	VII
291	I_1  I_2 	92.5	5	9	255 - 255.5	$C_{35}H_{25}ON$ C 88.39 H 5.30 N 2.95 C 88.69 H 5.43 N 3.01
292		87.1	2/3	6	159.5 - 160	$C_{33}H_{23}ON$ C 88.17 H 5.16 N 3.12 C 88.22 H 5.05 N 3.10
293		86.2	5	9	202 - 202.5	$C_{33}H_{23}ON$ C 88.17 H 5.16 N 3.12 C 88.07 H 5.23 N 3.09

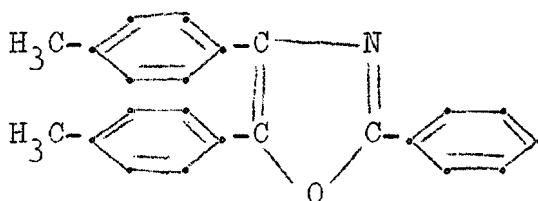
SECRET

EJEMPLO 23

8,13 g de 2-fenil-4,5-di-4'-metilfenil-(1')-oxazol, de la fórmula

(294)

5.



10.

12,9 g de anilo de difenil-(4)-aldehido y 25 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10% aproximadamente se agitan en 300 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca una coloración violada. Se lleva la temperatura a 60 ° C en el curso de 30 minutos, se agita la mezcla reaccional a temperatura de 60

15.

a 65° C durante 30 minutos todavía y a continuación se la enfría hasta la temperatura ambiente. Se instilan entonces, consecutivamente y refrigerando, 150 cc de agua y 180 cc de ácido clorhídrico al 10%. Luego se separa por succión el producto precipitado de la reacción, se le lava con agua

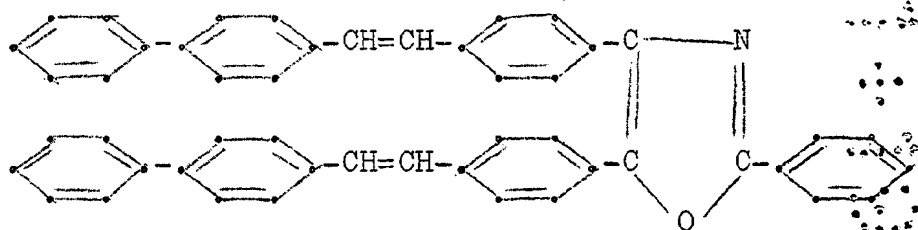
20.

hasta neutralidad y se le purifica mediante ulterior lavado con 400 cc de metanol. Después de secar, se obtienen alrededor de 15,3 g (correspondientes al 93,6 % de la teoría).

de 2-fenil-4,5-di-[4"-fenilestilbenil-(4')]7-oxazol, de la fórmula

(295)

5.



10. en forma de un polvo amarillo. Después de tres recristalizaciones en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorantem se obtienen cristales muy finos, de color amarillo verdoso y que funden a temperatura de 319 a 319,5° C.

Análisis: $C_{49}H_{35}ON$ (653,83)

15.

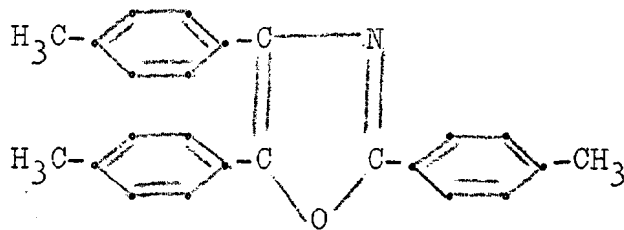
calculado: C 90,01 H 5,40 N 2,14

hallado: C 90,04 H 5,53 N 1,93.

20.

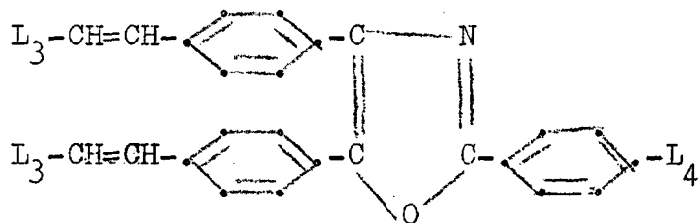
De manera semejante pueden prepararse, a partir de 2-fenil-4,5-di-[4'-metilfenil-(1')]7-oxazol, de la fórmula (294), y 2,4,5-tri-[4'-metilfenil-(1')]7-oxazol, de la fórmula

(296)


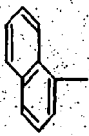






los derivados de estilbenil-oxazol de la fórmula

(297)



que se reseñan en la tabla que sigue.

I	L ₃	II	L ₄	III	IV	V	VI	VII
298			H	70.1	11	10	233 - 233.5	C ₃₇ H ₂₇ ON C 88.59 H 5.43 N 2.79 C 88.46 H 5.64 N 2.79
299			H	88.5	11	7	242.5 - 243	C ₄₅ H ₃₁ ON C 89.82 H 5.19 N 2.33 C 89.91 H 5.39 N 2.22
300		-CH=CH-		88.9	5	7	239.5 - 242	C ₄₅ H ₃₃ ON C 89.52 H 5.51 N 2.32 C 89.22 H 5.61 N 2.38
301		-CH=CH-		93.0	5	7	274 - 275	C ₆₃ H ₄₅ ON C 90.94 H 5.45 N 1.68 C 91.04 H 5.58 N 1.84

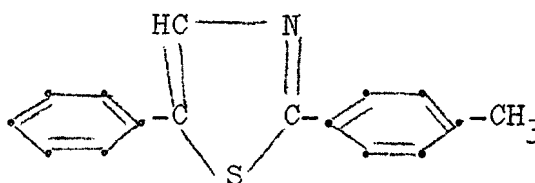


EJEMPLO 24

6,28 g de 2-[4'-metilfenil-(1')]7-5-fenil-tiazol, de la fórmula

(302)

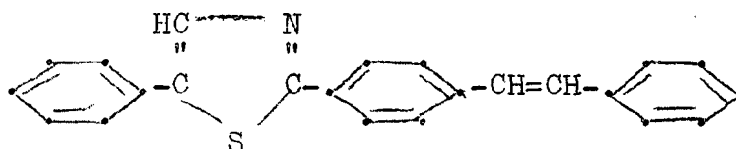
5.



10.

4,35 g de benzalanilina y 12,5 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 150 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo 22. Se obtienen alrededor de 7,4 g (correspondientes al 87,3 % de la teoría) de 2-[estilbenil-(4')]7-5-fenil-tiazol, de la fórmula

15. (303)



5. en forma de un polvo de color amarillo claro, que funde a temperatura de 208,5 a 209° C. Tras recristalizaciones, primeramente en tetracloroetileno y luego en xileno, con ayuda de tierra decolorante, dan hojuelas brillantes, claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 210 a 210,5° C.

Análisis: $C_{23}H_{17}NS$ (339,46)

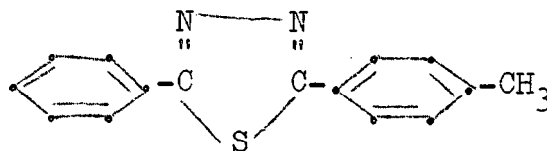
calculado: C 81,38 H 5,05 N 4,13

hallado: C 81,45 H 5,17 N 3,89.

10. De manera semejante pueden prepararse, a partir de 2-[4'-metilfenil-(1')]7-5-fenil-tiazol, de la fórmula (302), a partir de 2-[4'-metilfenil-(1')]7-5-fenil-1,3,4-tiadiazol, de la fórmula

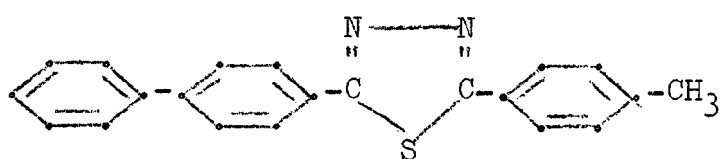
(304)

15.



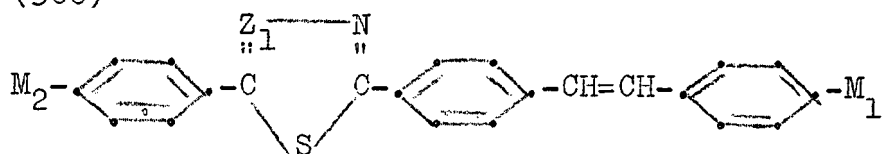
y a partir de 2-[4'-metilfenil-(1')]7-5-[difenil-(4'')]7-1,3,4-tiadiazol, de la fórmula

(305)








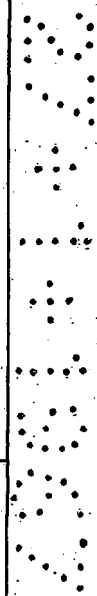
5. los derivados de 2-estilbenil-(4')7-tiazol y respectivamente -tiadiazol de la fórmula

(306)



10. que se reseñan en la tabla que sigue.

I	M ₁	II M ₂	Z ₁	III	IV	V	VI	VII
307		H	=CH-	93.5	11	7	279 - 281	C ₂₉ H ₂₁ N ₂ S C 83.82 H 5.09 N 3.37 C 83.97 H 5.30 N 3.23
308	H	H	=N-	84.7	5	3	227	C ₂₂ H ₁₆ N ₂ S C 77.62 H 4.74 N 8.23 C 77.50 H 4.84 N 8.33
309		H	=N-	91.3	7	6	320 - 320.5	C ₂₈ H ₂₀ N ₂ S C 80.74 H 4.84 N 6.73 C 80.62 H 4.77 N 6.70
310	H		=N-	93.3	7	6	317 - 318	C ₂₈ H ₂₀ N ₂ S C 80.74 H 4.84 N 6.73 C 80.56 H 4.97 N 6.57
311			=N-	95.0	7	10	371 - 373	C ₃₄ H ₂₄ N ₂ S C 82.89 H 4.91 N 5.69 C 82.86 H 5.07 N 5.49

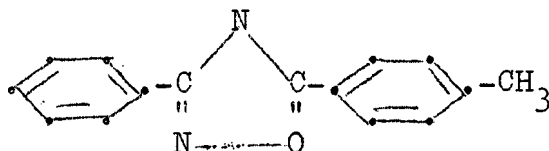


EJEMPLO 25

5,73 g de 3-fenil-5-[4'-metilfenil-(1')]7-1,2,4-oxdiazol, de la fórmula

(312)

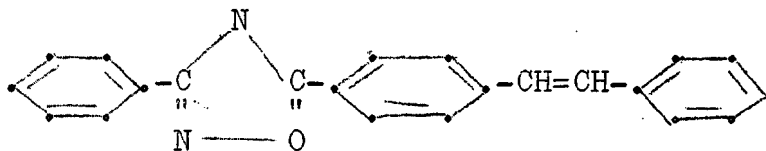
5.



4,55 g de benzalanilina y 12,5 de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 150 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo 22. Se obtienen alrededor de 4,4 g (correspondientes al 54,2 % de la teoría) de 3-fenil-5-[estilbenil-(4')]7-1,2,4-oxdiazol, de la fórmula

(313)

15.



un en forma de polvo amarillo claro. Mediante dos recristalizaciones en etanol, con ayuda de carbón activo, se obtienen agujetas afieltradas, incoloras, de punto de fusión de

20.

144 a 144,5°C

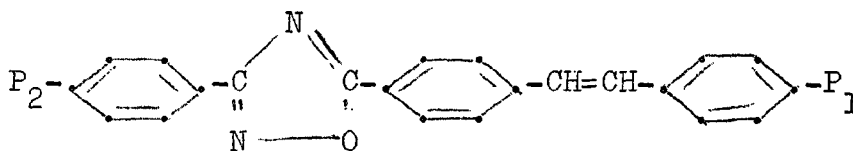
Análisis: $C_{22}H_{16}ON_2$ (324,36)

calculado: C 81,46 H 4,97 N 8,64



hallado: C 81,67 H 5,05 N 8,78.

5. De manera semejante pueden prepararse, a partir de 3-fenil-5-[4'-metilfenil-(1')]7-1,2,4-oxdiazol, de la fórmula (312), y 3,5-di-[4'-metilfenil-(1')]7-1,2,4-oxdiazol, de la fórmula (140), los derivados de 5-estilbenil-1,2,4,-oxdiazol de la fórmula

10. (314)



que se reseñan en la tabla que sigue.

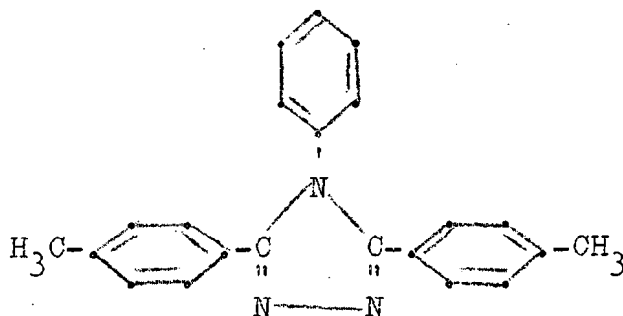
I	II P ₁	II P ₂	III	IV	V	VI	VII
315		H	70.0	11	6	230 - 230.5	C ₂₈ H ₂₀ ON ₂ C 83.97 H 5.03 N 7.00 C 83.97 H 5.10 N 7.02
316	H	-CH ₃	71.0	2	1	158 - 159	C ₂₃ H ₁₈ ON ₂ C 81.63 H 5.36 N 8.28 C 81.41 H 5.39 N 8.31
317		-CH ₃	90.0	11	6	294.5 - 295	C ₂₉ H ₂₂ ON ₂ C 84.03 H 5.35 N 6.76 C 84.13 H 5.31 N 6.66

2024.1.18

EJEMPLO 26

8,13 g de 1-fenil-2,5-di-4'-metil-fenil-
(1')-1,3,4-triazol, de la fórmula

5. (318)



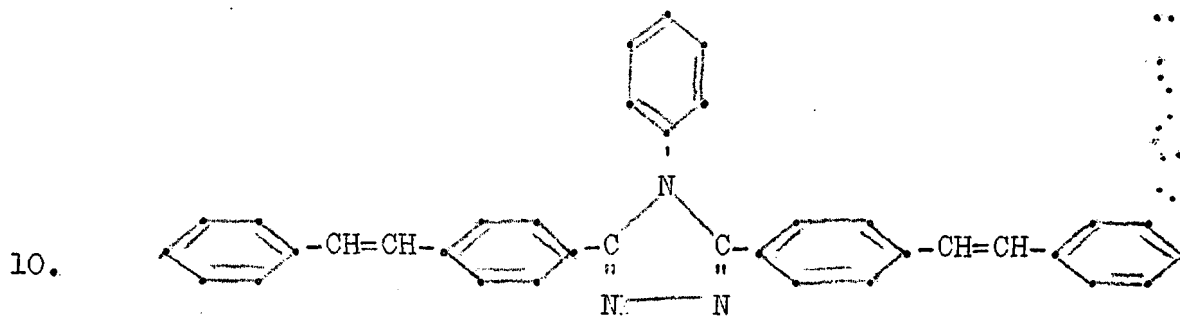
10.

9,06 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se agitan en 300 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire, lo que hace que aparezca gradualmente una coloración pardorrojiza. Se lleva la temperatura a 60° C en el curso de 30 minutos, se agita a dicha temperatura durante 30 minutos todavía y luego se enfría hasta la temperatura ambiente la mezcla reaccional, que ahora es rojoviолada, y se la filtra por succión. Seguidamente se instilan, uno después de otro, 100 cc de agua y 250 cc de ácido clorhídrico al 10 %. El producto de reacción precipitado se lava con agua en abun-

20.

dancia y luego con 300 cc de metanol y a continuación se seca. Se obtienen alrededor de 11,3 g (correspondientes al 90,0 % de la teoría) de 1-fenil-2,5-di- \square -estilbenil-(4') \square -1,3,4-triazol, de la fórmula

5. (319)



15. en forma de un polvo casi incoloro, que funde a temperatura de 333 a 339° C. Después de tres recrystalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen agujetas afieltradas, incoloras, muy finas y con punto de fusión de 343 a 344° C.

Análisis: $C_{36}H_{27}N_3$ (501,60)

calculado: C 86,20 H 5,43 N 8,38

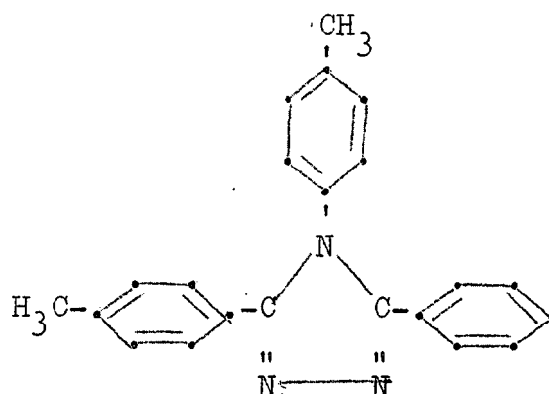
hallado: C 85,91 H 5,53 N 8,28.

20. De manera semejante pueden prepararse, a partir de 1-fenil-2,5-di- \square 4'-metilfenil-(1') \square -1,3,4-triazol,

de la fórmula (318), a partir de 5-fenil-1,2-di-4'-metilfenil-(1')-1,3,4-triazol, de la fórmula

5.

(320)

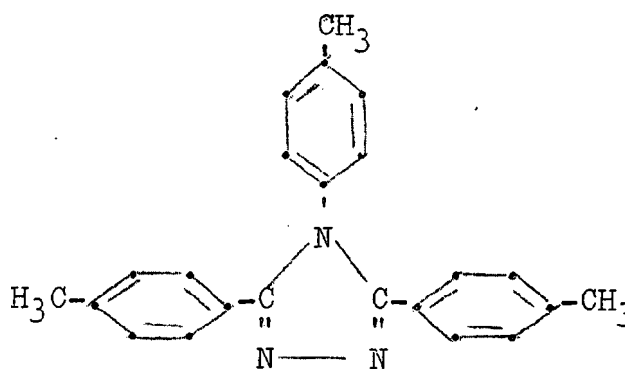


10.

y a partir de 1,2,5-tri-4'-metilfenil-(1')-1,3,4-triazol, de la fórmula

(321)

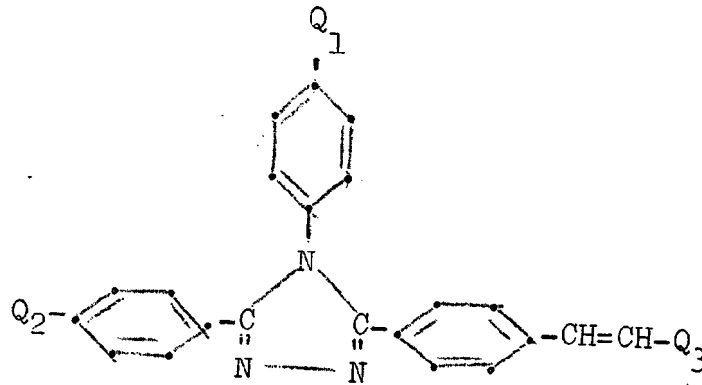
15.



los derivados de estilbenil-1,3,4-triazol de la fórmula


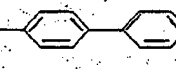
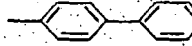


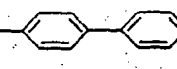
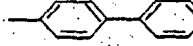
(322)

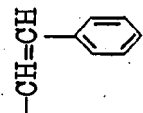
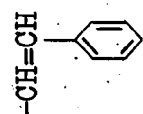

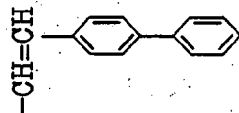
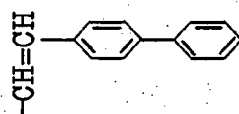
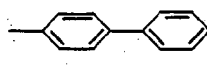
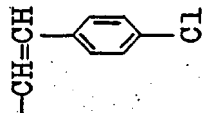
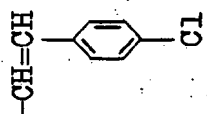

5.



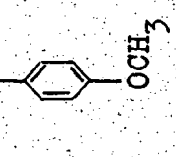
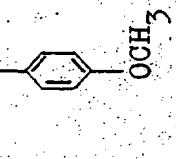
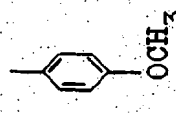
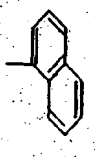
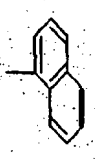
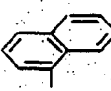
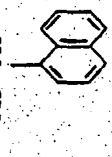
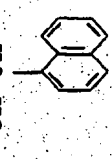
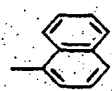
que se reseñan en la tabla que sigue.



I	Q ₁	II Q ₂	Q ₃	III	IV	V	VI	VII
323	H 	-CH=CH- 		88.7	7	1	> 380	C ₄₈ H ₃₅ N ₃ C 88.18 H 5.40 N 6.43 C 87.93 H 5.40 N 6.52
324	-CH=CH- 	H		96.5	6	1	268-268.5	C ₃₆ H ₂₇ N ₃ C 86.20 H 5.43 N 8.38 C 85.91 H 5.55 N 8.42
325	-CH=CH- 	H		85.6	7	1	296 - 297	C ₄₈ H ₃₅ N ₃ C 88.18 H 5.40 N 6.43 C 87.99 H 5.53 N 6.49

I	Q ₁	II Q ₂	Q ₃	III	IV	V	VI	VII
326				92.5	4	5	276-276.5	$C_{44}H_{33}N_3$ C 87.53 H 5.51 N 6.96 C 87.42 H 5.47 N 7.08
327				95.5	7	5	365 - 366	$C_{62}H_{45}N_3$ C 89.50 H 5.45 N 5.05 C 89.23 H 5.55 N 5.19
328				87.5	11	6	279.5-280.5	$C_{44}H_{30}N_3Cl_3$ C 74.74 H 4.28 N 5.94 C 74.71 H 4.20 N 6.01

326 327 328

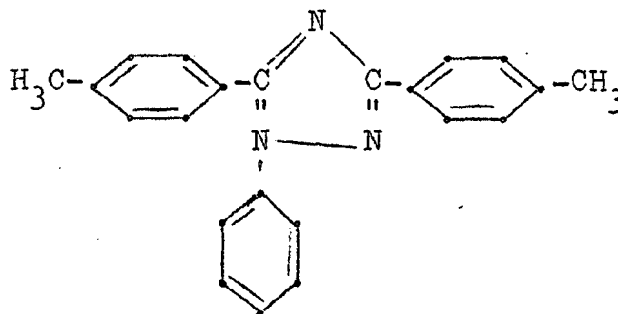
I	Q ₁	II Q ₂	Q ₃	III	IV	V	VI	VII
329	-CH=CH 	-CH=CH 		95.2	7	9	260 - 260.5	$\text{C } 47$ $\text{H } 39$ $\text{O } 3$ $\text{N } 3$ $\text{C } 81.36$ $\text{H } 5.67$ $\text{N } 6.06$ $\text{C } 81.31$ $\text{H } 5.66$ $\text{N } 5.99$
330	-CH=CH 	-CH=CH 		95.5	11	6	296.5 - 297	$\text{C } 56$ $\text{H } 39$ $\text{N } 3$ $\text{C } 89.21$ $\text{H } 5.21$ $\text{N } 5.57$ $\text{C } 88.96$ $\text{H } 5.26$ $\text{N } 5.55$
331	-CH=CH 	-CH=CH 		92.4	7	5	319 - 319.5	$\text{C } 56$ $\text{H } 39$ $\text{N } 3$ $\text{C } 89.21$ $\text{H } 5.21$ $\text{N } 5.57$ $\text{C } 88.92$ $\text{H } 5.21$ $\text{N } 5.83$

EJEMPLO 27

8,13 g de 1-fenil-3,5-di-[4'-metilfenil-(1)]-1,2,4-triazol, de la fórmula

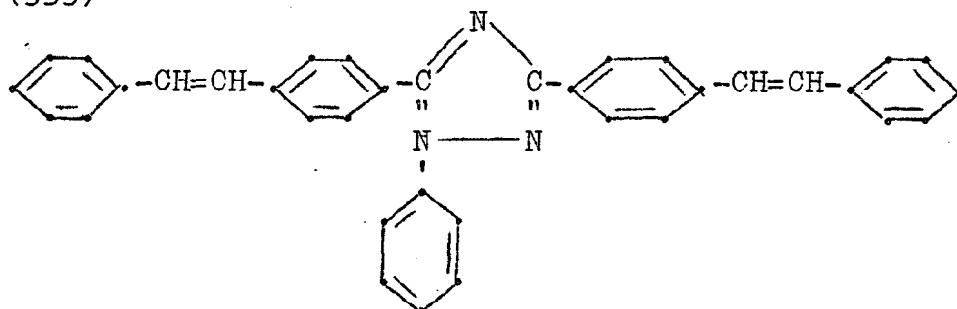
(332)

5.



10. 9,06 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10% aproximadamente, se hacen reaccionar en 300 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo 26, Se obtienen alrededor de 11,4 g (correspondientes al 91 % de la teoría) de 1-fenil-3,5-di-[estilbenil-(4')]-1,2,4-triazol, de la fórmula
- 15.

(333)

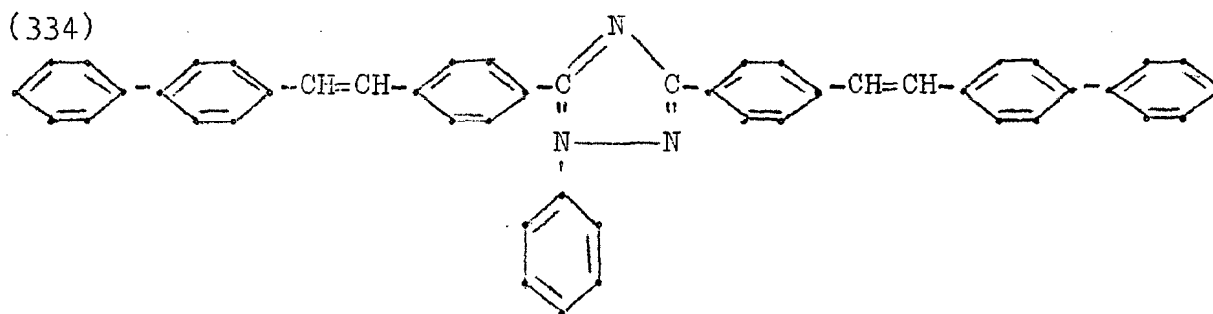


20.

en forma de un polvo de color amarillo verdoso. La recristalización por tres veces en xileno/n-hexano, con ayuda de tierra decolorante, da alrededor de 2,7 g (correspondientes al 21,6 % de la teoría) de agujetas finas, incoloras, con punto de fusión de 219,5 a 220° C

Análisis: $C_{36}H_{27}N_3$ (501,60)
calculado: C 86,20 H 5,43 N 8,38
hallado: C 86,17 H 5,55 N 8,29 .

De manera semejante se obtiene, a partir de 12,87 g de anilo de difenil-(4)-aldehído, el 1-fenil-3,5-di-[4"-fenil-estilbenil-(4')]-1,2,4-triazol, de la fórmula



Rendimiento: 90,5% del teórico.

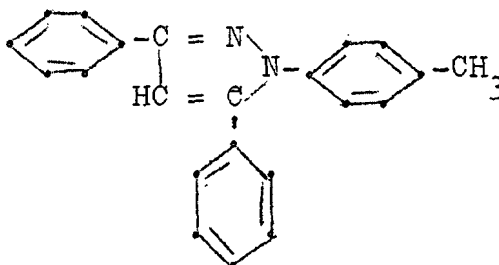
Cristales muy finos, pálidos, de color amarillo beige, a partir de dimetilformamida. Punto de fusión: 315 a 317° C.

Análisis: $C_{48}H_{35}N_3$ (653,78)
calculado: C 88,18 H 5,40 N 6,43
hallado: C 88,29 H 5,53 N 6,45.

EJEMPLO 28

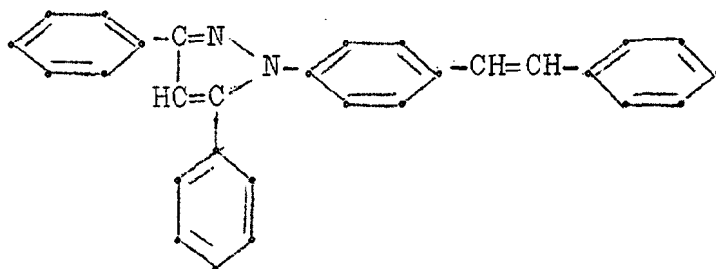
15,5 g de 1-[4'-metilfenil-(1')]-3,5-difenil-pirazol, de la fórmula

(335)



10. 9,1 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 300 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo 26. Se obtienen alrededor de 17,9 g (correspondientes al 89,8 % de la teoría) de una resina de color pardo claro.
15. Después de cromatografía en tolueno con óxido de aluminio activado y de dos recristalizaciones en ligroína, se obtienen alrededor de 1,2 g de agujetas finas, incoloras, de 1-[estilbenil-(4')]-3,5-difenil-pirazol, de la fórmula

(336)



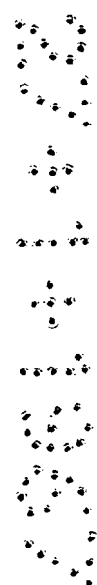
5.

con punto de fusión de 164,5 a 165° C.

Análisis: $C_{29}H_{22}N_2$ (398,48)

calculado: C 87,40 H 5,57 N 7,03

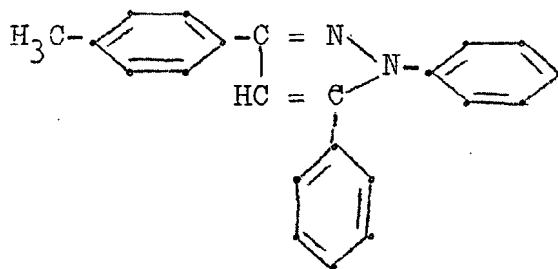
hallado: C 87,23 H 5,64 N 7,02.



10.

De manera semejante pueden prepararse, a partir de 1-[4'-metilfenil-(1')]-3,5-difenil-pirazol, de la fórmula (335), a partir de 3-[4'-metilfenil-(1')]-1,5-difenil-pirazol, de la fórmula

(337)

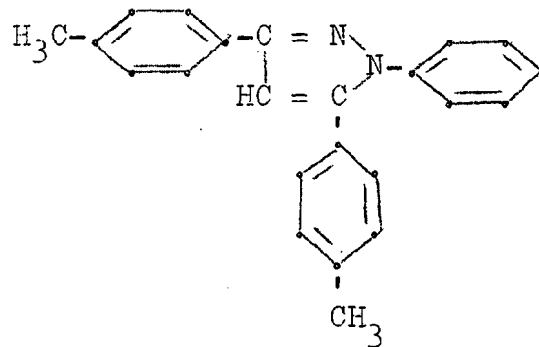


15.

20. a partir de 5-[4'-metilfenil-(1')]-1,3-difenil-pirazol, de

la fórmula

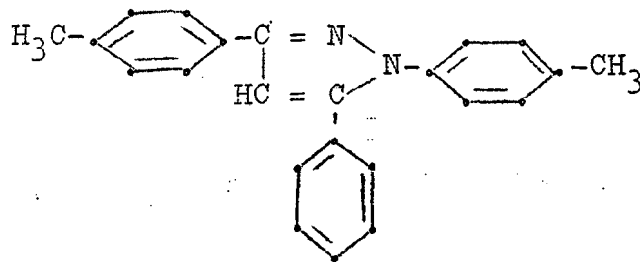
(338)



5.

y a partir de 1,3-di-[4'-metilfenil-(1')]-5-fenil-pirazol,
de la fórmula

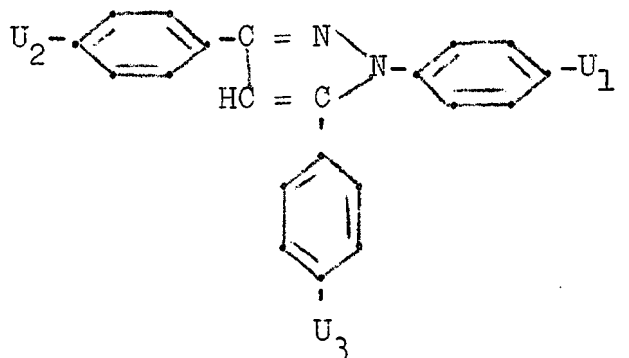
(339)



15.

los derivados de estilbenil-pirazol de la fórmula

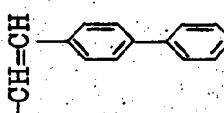

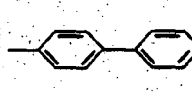
(340)



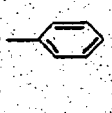
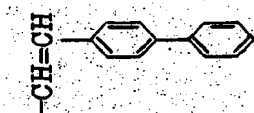
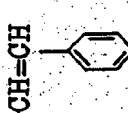
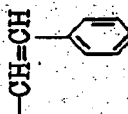
5.

10.



que se reseñan en la tabla que sigue. La cifra indicada entre paréntesis en la columna III significa el rendimiento en producto puro.

I	U ₁	II U ₂	U ₃	III	IV	V	VI	VII
341	--CH=CH 	H	H	99 (3,4)	10/11	1	212-213	$\text{C } 35$ $\text{H } 26$ $\text{N } 2$ $\text{C } 88.57$ H 5.52 N 5.90 $\text{C } 88.24$ H 5.54 N 5.94
342	H	--CH=CH 	H	93 (4,5)	10/11	1	216-216.5	$\text{C } 29$ $\text{H } 22$ $\text{N } 2$ $\text{C } 87.40$ H 5.57 N 7.03 $\text{C } 87.20$ H 5.72 N 7.01
343	H	--CH=CH 	H	17 (1)	11	1	277.5-278	$\text{C } 35$ $\text{H } 26$ $\text{N } 2$ $\text{C } 88.57$ H 5.52 N 5.90 $\text{C } 88.68$ H 5.49 N 5.83

341 342 343

I	U ₁	II U ₂	U ₃	III	IV	V	VI	VII
344	H	H	-CH=CH 	90 (5)	10	1	163.5-164	C ₂₉ H ₂₂ N ₂ C 87.40 H 5.57 N 7.03 C 87.17 H 5.72 N 7.14
345	H	H	-CH=CH 	95.7 (5.5)	2/4	2	208.5-209	C ₃₅ H ₂₆ N ₂ C 88.57 H 5.52 N 5.90 C 88.74 H 5.59 N 5.78
346	-CH=CH 	-CH=CH 	H	68.7 (1.6)	11	1	236-237	C ₃₇ H ₂₈ N ₂ C 88.77 H 5.64 N 5.60 C 88.28 H 5.62 N 5.64

344 345 346

I	II	III	IV	V	VI	VII
	U ₁	U ₂	U ₃			
347	--CH=CH 	--CH=CH 	H	6	318 - 319	$\text{C}_{49}\text{H}_{36}\text{N}_2$ C 90.15 H 5.56 N 4.29 C 89.60 H 5.65 N 4.47

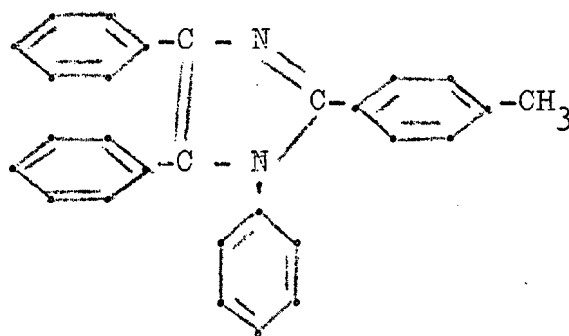
347

EJEMPLO 29

9,66 g de 1,4,5-trifenil-2-[4'-metil-fenil-(1')]-imidazol, de la fórmula

(348)

5.

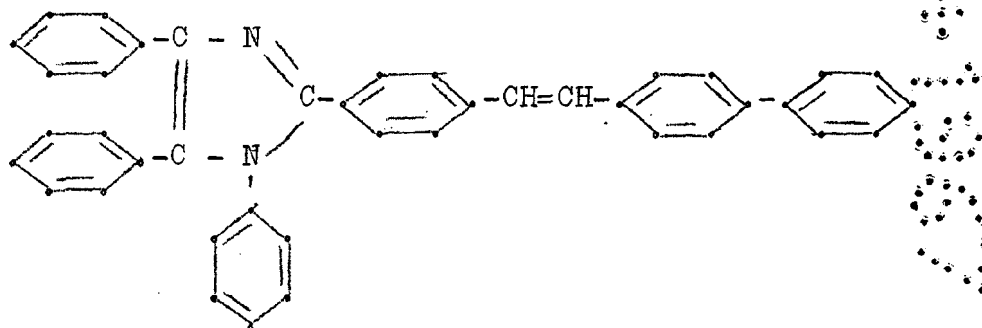


10. 6,45 g de anilo de difenil-(4)-aldhido y 12,5 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se agitan en 200 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire. Se lleva la temperatura a 90° C en el curso de 30 minutos, lo que hace que aparezca gradualmente una coloración roja. Se agita a temperatura de 90 a 15. 95° C durante 30 minutos todavía y luego se enfría la mezcla reaccional hasta la temperatura ambiente. Refrigerando, se instilan entonces, consecutivamente, 200 cc de agua y 110 cc de ácido clorhídrico al 10 %. Se separa por succión el producto de reacción precipitado, se le lava con 20. agua en abundancia y luego con 400 cc de metanol y se le seca. Se obtienen alrededor de 8,0 g (correspondientes al

58,2 % de la teoría) de 1,4,5-trifenil-2-[4"-fenil-estil-
benil-(4')]-imidazol, de la fórmula

(349)

5.



10.

en forma de un polvo amarillo claro, que funde a temperatura de 307 a 308° C. Tres recrystalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, dan 6,2 g (correspondientes al 45,1 % de la teoría) de agujetas afieltradas, claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 308

15.

a 308,5° C.

Análisis: $C_{41}H_{30}N_2$ (550,67)

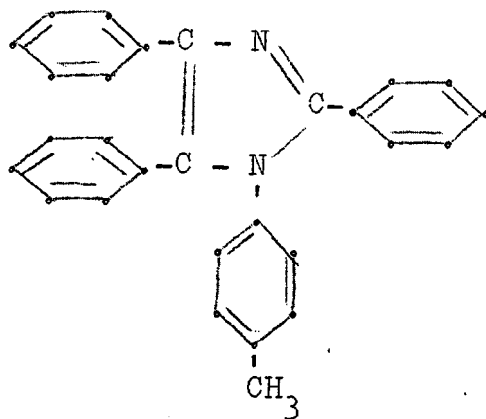
calculado: C 89,42 H 5,49 N 5,09

hallado: C 89,35 H 5,52 N 4,96.

20.

De manera semejante pueden prepararse, a partir de 1,4,5-trifenil-2-[4'-metil-fenil-(1')]-imidazol, de la fórmula (348), a partir de 2,4,5-trifenil-1-[4'-metil-fenil-(1')]-imidazol, de la fórmula

(350)

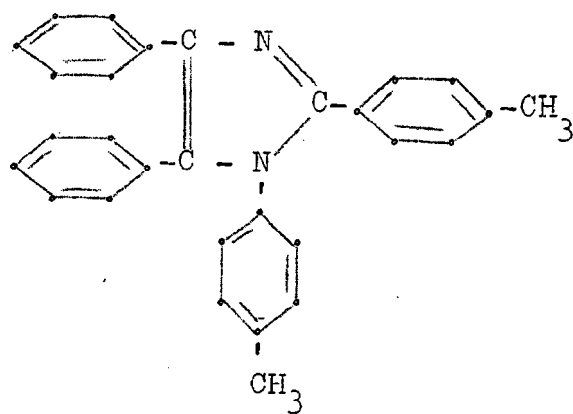


5.

y a partir de 4,5-difenil-1,2-di-[4'-metil-fenil-(1')]-imidazol, de la fórmula.

10.

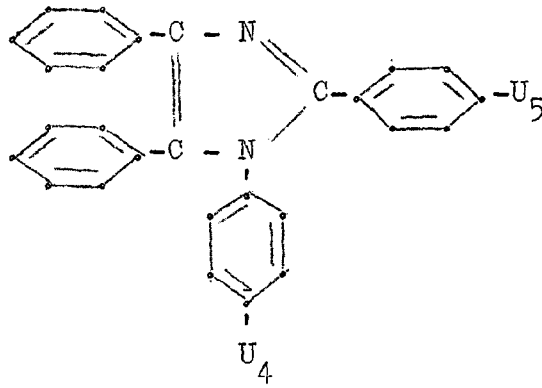
(351)



15.

los derivados de estilbenil-imidazol de la fórmula


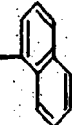
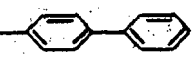


(352)

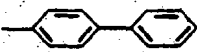
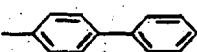
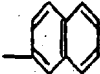


5.

que se reseñan en la tabla que sigue.



I	U ₄	II	U ₅	III	IV	V	VI	VII
353	H	-CH=CH- 	44.7	5	5	5	253-253.5	¹³ C ₃₅ ¹⁵ N ₂₆ C 88.57 H 5.52 N 5.90 C 88.77 H 5.61 N 6.00
354	H	-CH=CH- 	70.3	2/3	5	5	230.5-231.5	¹³ C ₃₉ ¹⁵ N ₂₈ C 89.28 H 5.38 N 5.34 C 89.53 H 5.51 N 5.44
355	-CH=CH- 	H	54.5	5	2	2	226.5-227	¹³ C ₄₁ ¹⁵ N ₃₀ C 89.42 H 5.49 N 5.09 C 89.60 H 5.66 N 5.30
356	-CH=CH- 	-CH=CH- 	63.8	2/3	3	3	234	¹³ C ₄₃ ¹⁵ N ₃₂ C 89.55 H 5.59 N 4.86 C 89.37 H 5.58 N 5.00

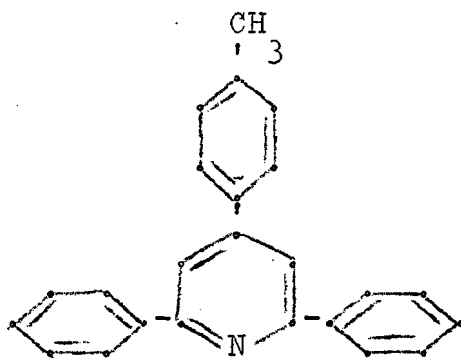
I	II U ₄	III U ₅	IV	V	VI	VII
357	-CH=CH- 	-CH=CH- 	11	9	285.5-286	$\text{C}_{55}\text{H}_{40}\text{N}_2$ C 90.63 H 5.53 N 3.84 C 90.74 H 5.55 N 4.12
358	H	-CH=CH- 	11	5	274.5-275	$\text{C}_{39}\text{H}_{28}\text{N}_2$ C 89.28 H 5.38 N 5.34 C 89.24 H 5.52 N 5.23

357 a 28

EJEMPLO 20

6,42 g de 4-[4'-metil-fenil-(1')]-2,6-difenil-piridina, de la fórmula

(359)



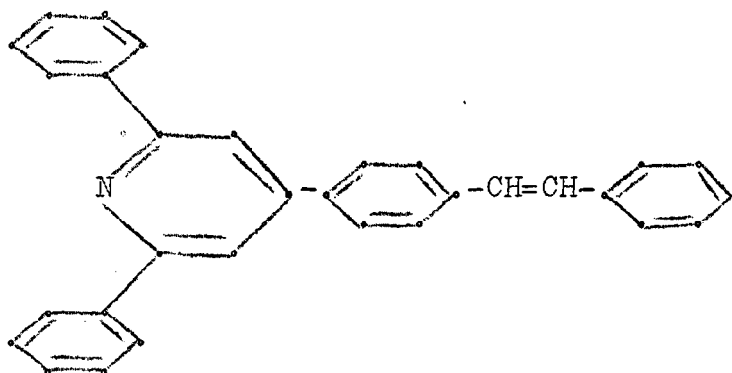
15.

20.

3,7 g de benzalanilina y 10 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se agitan en 150 cc de dimetilformamida, con exclusión del aire. Se lleva la temperatura en el transcurso de 30 minutos a 60° C, lo que hace que aparezca una coloración violada, se agita a temperatura de 50 a 65° C durante 30 minutos todavía y luego se enfría la mezcla reaccional hasta la temperatura ambiente. Refrigerando, se instilan entonces, consecutivamente, 150 cc de agua y 150 cc de ácido clorhídrico al 10 %. Se separa por succión el producto de reac-

ción precipitado, se le lava con agua en abundancia y con 400 cc de metanol y se le seca. Se obtienen alrededor de 4,9 g (correspondientes al 59,8 % de la teoría) de 4-[estilbenil-(4')]-2,6-difenil-piridina, de la fórmula

5. (360)



10.

en forma de un polvo de color amarillo pálido, que funde a temperatura de 168 a 170° C. Tres recristalizaciones en dioxano-etanol, con ayuda de carbón activo, dan cristales muy finos, incoloros, con punto de fusión de 177,5 a 178° C.

15.

Análisis: $C_{31}H_{25}N$ (409,50)
calculado: C 90,92 H 5,66 N 3,42
hallado: C 90,98 H 5,84 N 3,35.

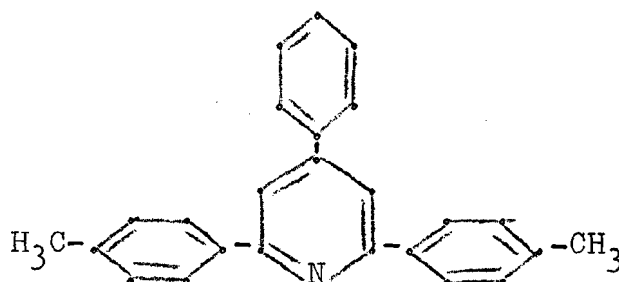
20.

De manera semejante pueden prepararse, a partir de 4-[4'-metil-fenil-(1')]-2,6-difenil-piridina, de la fórmula (359), a partir de 4-fenil-2,6-di-[4'-metil-fenil-

(1')]-piridina, de la fórmula

(361)

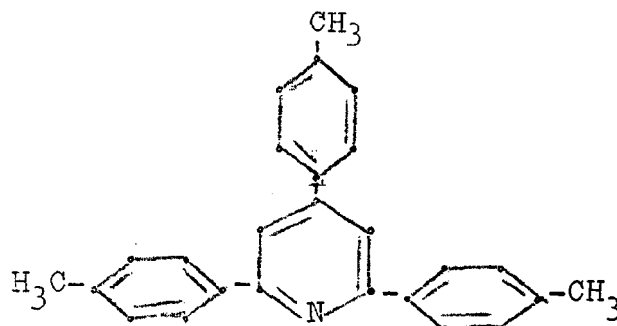
5.



y a partir de 2,4,6-tri-[4'-metil-fenil-(1')]-piridina,
de la fórmula

10.

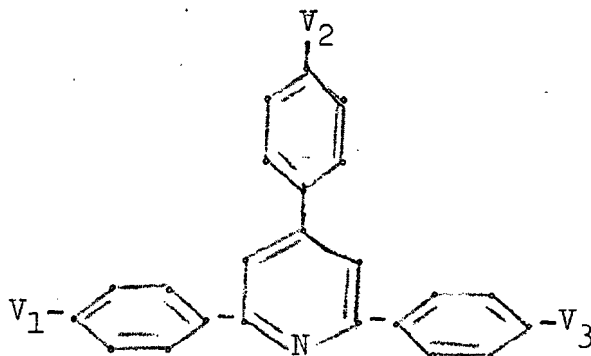
(362)



15. los derivados de estilbenil-piridina de la fórmula

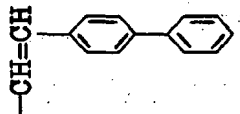
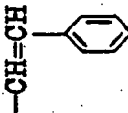
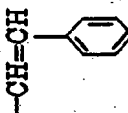
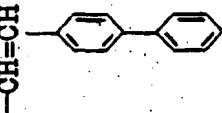
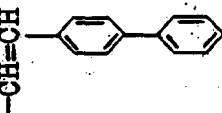
(363)

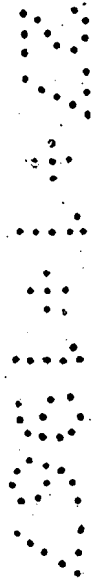
5.




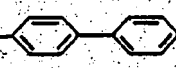
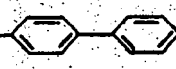
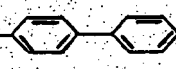


que se reseñan en la tabla que sigue.



I	V ₁	II V ₂	V ₃	III	IV	V	VI	VII
364	H	-CH=CH- 	H	84.5	4	1	275-275.5	C ₃₇ H ₂₇ N C 91.51 H 5.60 N 2.88 C 91.27 H 5.46 N 2.87
365	-CH=CH- 	H	-CH=CH- 	77.1	10/11	2	256 - 257	C ₃₉ H ₂₉ N C 91.55 H 5.71 N 2.74 C 91.56 H 5.89 N 2.67
366	-CH=CH- 	H	-CH=CH- 	86.6	4	5	370 - 371	C ₅₁ H ₃₇ N C 92.27 H 5.62 N 2.11 C 92.11 H 5.80 N 1.96



I	V ₁	II V ₂	V ₃	III	IV	V	VI	VII
367	--CH=CH 	--CH=CH 	--CH=CH 	93.8	5	2	194.5-195	¹³ C 91.97 H 5.75 N 2.28 ¹⁵ N 47.35 ¹³ C 92.06 H 5.84 N 2.24
368	--CH=CH 	--CH=CH 	--CH=CH 	96.3	7/4	5	347 - 350	¹³ C 92.71 H 5.63 N 1.66 ¹⁵ N 47 ¹³ C 92.73 H 5.86 N 1.73

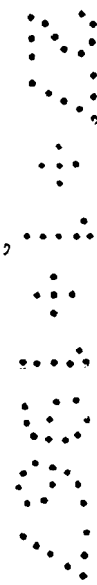
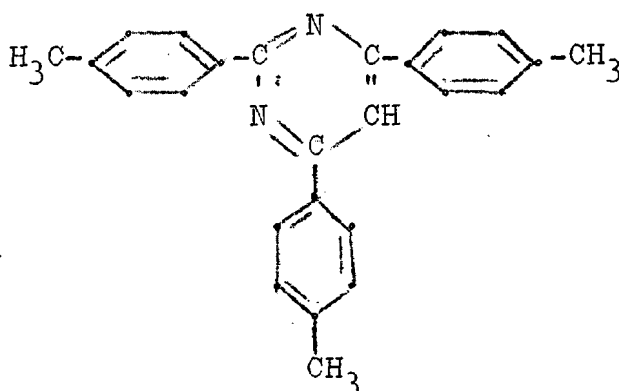
367 368

EJEMPLO 31

5,84 g de 2,4,6-tri-[4'-metil-fenil-(1')]-
pirimidina, de la fórmula

5.

(369)



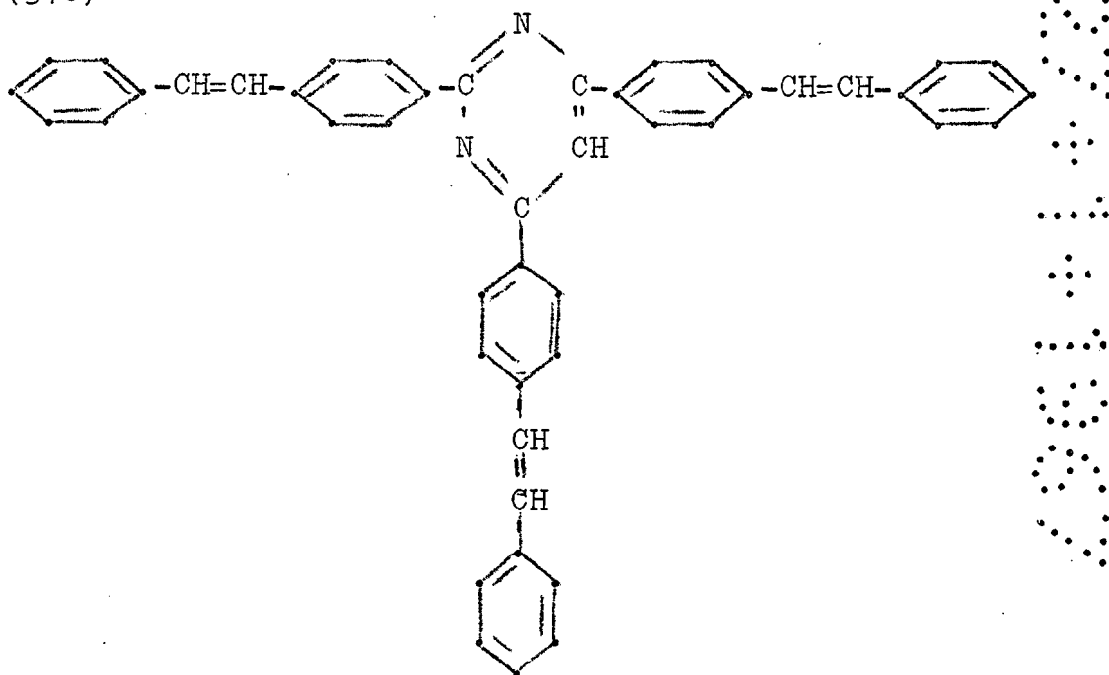
10.

9,1 g de benzalanilina y 25 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 300 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo 30. Se obtienen alrededor de 9,9 g (correspondientes al 79,5 % de la teoría) de 2,4,6-tri-

15.

[estilbenil-(4')]-pirimidina, de la fórmula

(370)



5.

10.

15.

20.

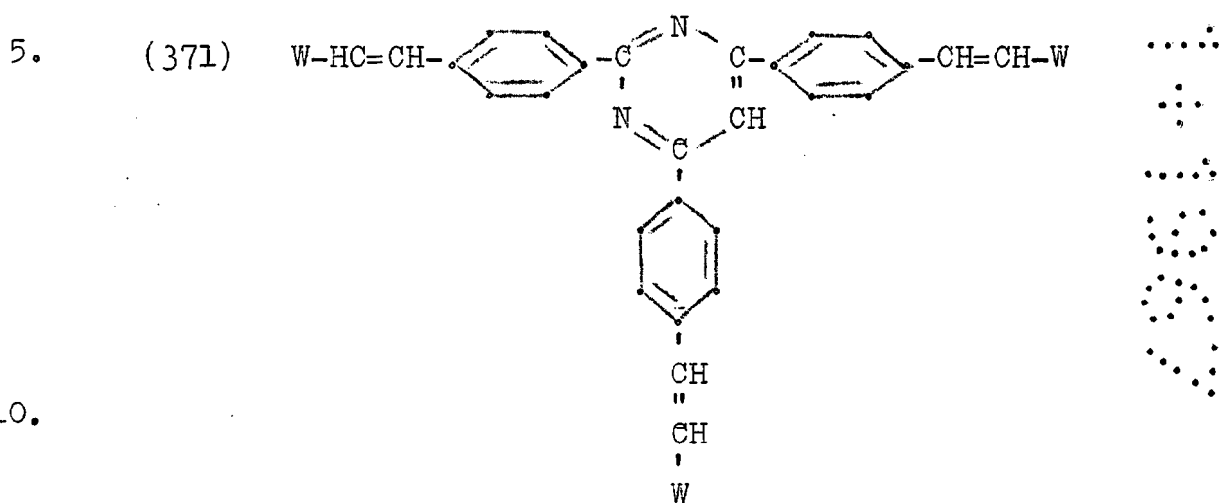
en forma de un polvo de color amarillo claro. Después de tres recristalizaciones en xileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen alrededor de 4,1 g (correspondientes al 33 % de la teoría) de agujetas muy finas, claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 247 a 248° C.

Análisis: $C_{46}H_{34}N_2$ (614,79)




calculado: C 89,87 H 5,57 N 4,56

hallado: C 89,89 H 5,63 N 4,68.

De manera semejante pueden prepararse, a partir de 2,4,6-tri-[4'-metil-fenil-(1')]-pirimidina, de la fórmula (369), los derivados de estilbenil-pirimidina de la fórmula



que se reseñan en la tabla que sigue.

I	II W	III	IV	V	VI	VII
372		97.5	7/4	10	345.5 - 347.5	$C_{64}H_{46}N_2$ C 91.18 H 5.50 N 3.32 C 91.16 H 5.62 N 3.24
373		97.4	5/11	7	288 - 288.5	$C_{58}H_{40}N_2$ C 91.07 H 5.27 N 3.66 C 91.05 H 5.38 N 3.46
374		100	7	6	281 - 281.5	$C_{58}H_{40}N_2$ C 91.07 H 5.27 N 3.66 C 90.86 H 5.30 N 3.50

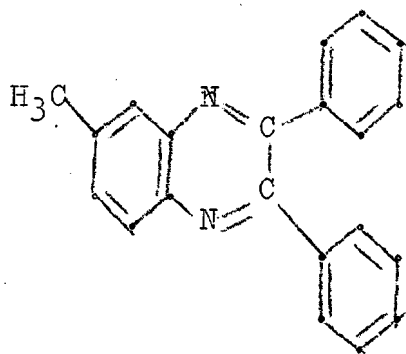
U.S. GOVERNMENT PRINTING OFFICE

EJEMPLO 32

7,41 g de 2,3-difenil-6-metil-quinoxalina
de la fórmula

(365)

5.



10.

6,45 g de anilo de difenil-(4)-aldehido y 12,5 g de polvo de hidróxido potásico, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 150 cc de diametilformamida según las indicaciones del Ejemplo 30.

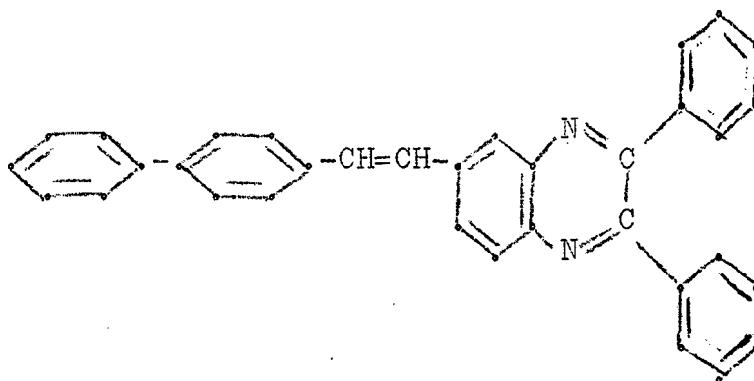
Se obtienen alrededor de 10,9 g (correspondientes al

15.

94,4 % de la teoría) de 2,3-difenil-6-[p-fenil-estiril]-quinoxalina, de la fórmula

(376)

5.



10.

en forma de un polvo de color amarilloso, que funde a temperatura de 225 a 227° C. Después de tres recristalizaciones en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen alrededor de 4,7 g (correspondiente al 40,8 % de la teoría) de agujetas finas, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 230,5 a 231° C.

15.

Análisis: $C_{34}H_{24}N_2$ (460,55)

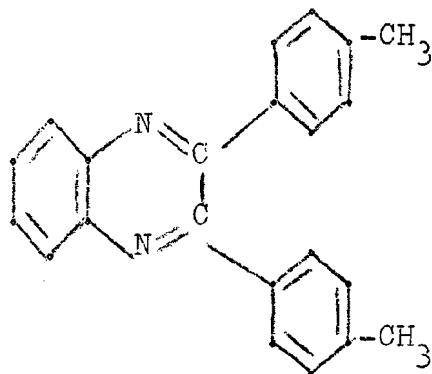
calculado: C 88,66 H 5,25 N 6,08

hallado: C 88,63 H 5,37 N 6,07.

20.

De manera semejante pueden prepararse, a partir de 2,3-difenil-6-metil-quinoxalina, de la fórmula (375), de 2,3-di-[4'-metil-fenil-(1')-quinoxalina, de la fórmula

(377)

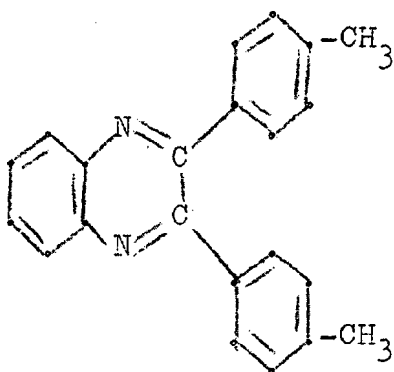


5.

y de 2,3-di-[4'-metil-fenil-(1')]-6-metil-quinoxalina, de la fórmula

10.

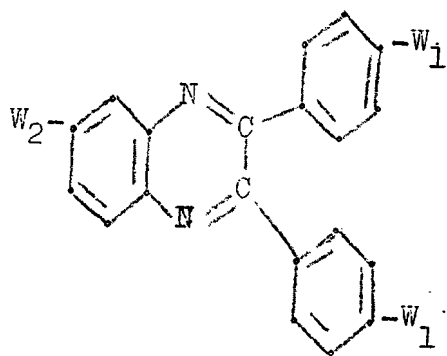
(378)



15.

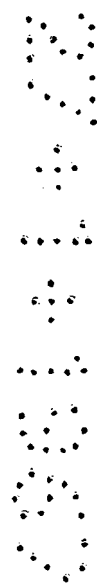
los derivados de estiril- y estilbenil-quinoxalina de la fórmula



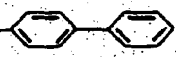
(379)

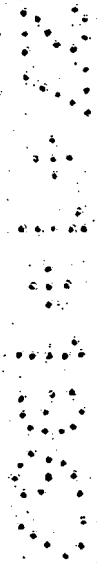






5.

que se reseñan en la table que sigue.



I	W ₁	W ₂	III	IV	V	VI	VII
380	H	-CH=CH 	84.3	2	6	153.5-154	C ₂₈ H ₂₀ N ₂ C 87.47 H 5.24 N 7.29 C 87.65 H 5.25 N 7.44
381	-CH=CH 	H	93.0	5	5	243.5-244	C ₃₆ H ₂₆ N ₂ C 88.86 H 5.39 N 5.76 C 88.72 H 5.61 N 5.81
382	-CH=CH 	H	97.7	7	9	321 - 323	C ₄₈ H ₃₄ N ₂ C 90.25 H 5.37 N 4.39 C 90.32 H 5.38 N 4.23



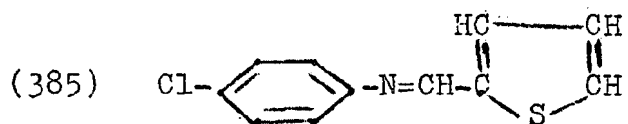
I	II		III	IV	V	VI	VII
	W ₁	W ₂					
383	-CH=CH- 	-CH=CH- 	94.6	11	10	300 - 302	$\text{C}_{44}\text{H}_{32}\text{N}_2$ C 89.76 H 5.48 N 4.76 C 89.70 H 5.62 N 4.60
384	-CH=CH- 	-CH=CH- 	99	7	7	350 - 353	$\text{C}_{62}\text{H}_{44}\text{N}_2$ C 91.14 H 5.43 N 3.43 C 91.10 H 5.42 N 3.57

383 384

EJEMPLO 33

6,24 g de 2,5-di-[4'-metil-fenil-(1')]-1,3,4-oxodiazol de la fórmula (137), 11,1 g del anillo de la fórmula

5.



(preparado a partir de tiofen-2-aldehido y p-cloroanilina; punto de fusión: 73 a 73,5° C) y 25 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 250 cc de dimetilformamida, según las indicaciones del Ejemplo 30.

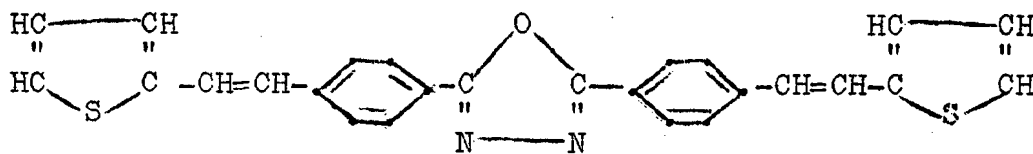
10.

Se obtienen 10,3 g aproximadamente (correspondientes al 94 % de la teoría), del compuesto de 1,3,4-oxidazol de

15.

la fórmula

(386)

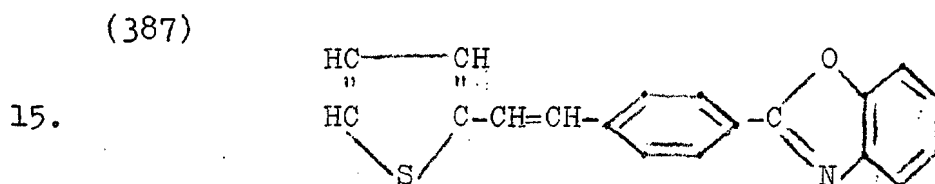


20.

en forma de un polvo de color amarillo claro, que funde a temperatura de 262 a 267,5° C. Después de tres recristalizaciones en o-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen alrededor de 6,3 g (correspondientes al 57,6 % de la teoría) de hojuelas y agujetas brillantes, de color amarillo claro y punto de fusión de 272,5 a 273,5° C.

Análisis: $C_{26}H_{18}ON_2S_2$ (438,57)
calculado: C 71,21 H 4,14 N 6,39
10. hallado: C 71,13 H 4,09 N 6,55

De manera análoga puede prepararse, a partir de 1-[benzoxazol-(2')]-4-metil-benceno, de la fórmula (238), el derivado de benzoxazol de la fórmula



Rendimiento: el 44,2 % de la teoría.
Hojuelas y agujetas brillantes, de color amarillo verdoso, claras, a partir de etanol.
20. Punto de fusión: 216 a 216,5° C.
Análisis: $C_{19}H_{13}ONS$ (303,38)

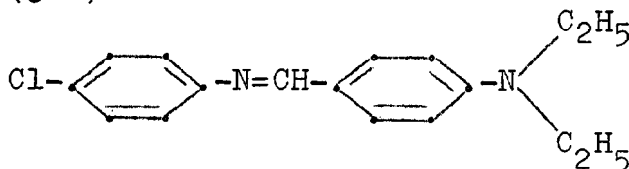
calculado: C 75,22 H 4,32 N 4,62

hallado: C 75,22 H 4,38 N 4,57.

EJEMPLO 34

5. 7,78 g de 2-[4'-metil-fenil-(1')]-4,5-difenil-oxazol de la fórmula (279), 7,18 g del anilo de la fórmula

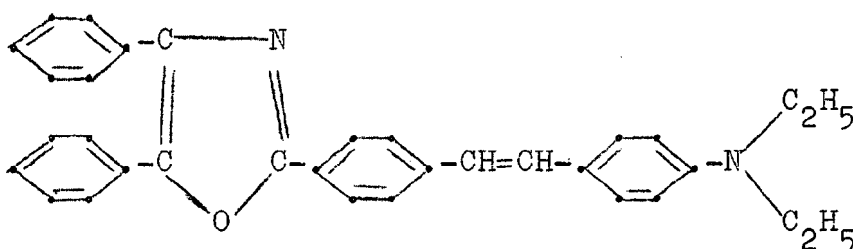
(388)



10. (preparado a partir de p-dietilamino-benzaldehido y p-cloroanilina: punto de fusión: 88 a 88,5° C) y 12,5 g de hidróxido potásico en polvo, con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 200 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo
15. 30. Se obtienen alrededor de 9,8 g (correspondientes al 82,7 % de la teoría), /^{de}2-[4"-dietilamino-estilbenil-(4')]-4,5-difenil-oxazol de la fórmula

(389)

5.



10.

en forma de un polvo amarillo, que funde a temperatura de 192 a 193° C. Tres recristalizaciones a partir de dioxano-etanol, con ayuda de carbón activo, dan unos 4,3 g (correspondientes al 36,3 % de la teoría) de cristales brillantes, de color amarillo anaranjado y punto de fusión de 198,5 a 199° C.

Análisis: C₃₃H₃₀ON₂ (470,59)

calculado: C 84,22 H 6,43 N 5,95

15.

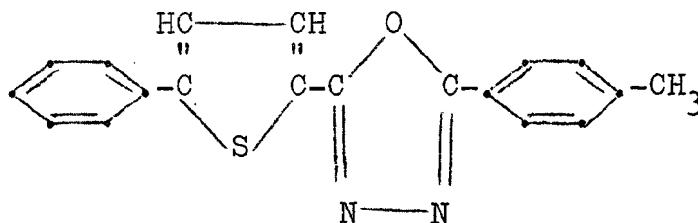
hallado: C 84,23 H 6,34 N 5,85.

EJEMPLO 35

10,61 g del compuesto ozdiazólico de la fórmula

(390)

5.



(preparado a partir de cloruro de ácido 5-fenil-tiofen-2-carboxílico e hidracida de ácido 4-metil-benzoico, seguido

10.

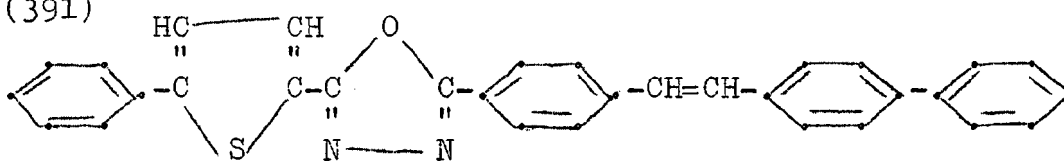
de cierre del anillo con cloruro de tionilo; punto de fusión: 195,5 a 196° C), 8,58 g de anilo de difenil-(4)-aldehído y 16,7 g de hidróxido potásico en polvo, con un

contenido de agua del 10% aproximadamente, se hacen reaccionar en 250 cc de dimetilformamida según las indicaciones del Ejemplo 30. Se obtienen alrededor de 10,2 g (corres-

15.

pondientes al 63,5 % de la teoría) del compuesto estilbenil-1,3,4,-oxidiazólico de la fórmula

(391)



20.

en forma de un polvo de color amarillo claro, que funde a temperatura de 280 a 285° C. Tres recristalizaciones en *o*-diclorobenceno, con ayuda de tierra decolorantes, dan alrededor de 7,0 g (correspondientes al 43,8 % de la teoría) de agujetas y hojuelas brillantes, claras, de color amarillo verdoso y punto de fusión de 288 a 288,5° C.

Análisis: $C_{32}H_{22}ON_2S$ (482,61)
calculado: C 79,64 H 4,60 N 5,80
hallado: C 79,82 H 4,89 N 5,91.

10. EJEMPLO 36

7,78 g de 2-[4'-metil-fenil-(1')]-4,5-difenil-oxazol, de la fórmula (279), y 6,45 g de anilo de difenil-(4)-aldehído se hacen reaccionar, en 200 cc de dimetilformamida, con las cantidades de compuestos alcalinos indicadas en la tabla que sigue, empleando los tiempos de reacción y las temperaturas que se indican en dicha tabla y con exclusión del aire. Después de la reacción, se enfría el producto hasta la temperatura ambiente, se le ajusta a acidez congo con 400 cc de ácido clorhídrico acuoso, se le filtra por succión, se le lava con agua hasta neutralidad y se le purifica mediante ulterior lavado con 500 cc de metanol. Después de secar, se obtienen los rendimientos y los puntos de fusión indicados en la tabla que sigue en 2-[4"-

15.

20.

fenil-estilbenil-(4')]-4,5-difenil-oxazol bruto, de la fórmula (291). Después de una sola recristalización en tetracloroetileno, con ayuda de tierra decolorante, se obtienen los rendimientos indicados en la tabla que sigue

5. de 2-[4"-fenil-estilbenil-(4')]-4,5-difenil-oxazol puro, de punto de fusión 254,5 a 255° C.

.....
.....
.....
.....
.....

Compuesto alcalino		Tiempo de reacción, en minutos	Temperatura, en ° C	Producto bruto		Producto puro Rendimiento, %
Fórmula	g			Rendimiento, %	Rendimiento de fusión, en ° C	
Li NH ₂	6,9	60	140-145	64	228-235	40,0
NaOH	12,0	120	120-125	75,2	239-244	54,0
NaNH ₂	11,7	120	90-95	76,2	249-251	68,3
NaOCH ₃	16,2	90	60-65	69,2	249-249,5	52,4
NaOCH ₃	16,2	60	90-95	95,2	235,5-254	86,8
KOH+10% H ₂ O	12,5	300	25	84,3	252-252,5	75,0
KOH+10% H ₂ O	12,5	120	35-40	91,0	253-253,5	83,5
KOH+10% H ₂ O	12,5	30	60-65	92,5	254-254,5	88,4
KOH+10% H ₂ O	12,5	60	90-95	89,4	254-254,5	85,2
KOC(CH ₃) ₃	8,41	120	25	93,4	253,5-254	89,3
RbOH·2 H ₂ O	10,0	90	60-65	86,8	254-254,5	81,3
CsOH·H ₂ O	10,0	90	60-65	90,2	253,5-254	83,5

EJEMPLO 37

- 3,89 g de 2-[4'-metilfenil-(1')]-4,5-difenil-oxazol de la fórmula (279), 3,23 g de anilo de difenil-(4)-aldehido y 6,25 g de hidróxido potásico en polvo con un contenido de agua del 10 % aproximadamente, se hacen reaccionar en 100 cc de dietilformamida durante una hora, a temperatura de 90 a 95° C y con exclusión del aire. Después de la elaboración final y de recristalización de manera análoga a la del Ejemplo 35, se obtienen alrededor de 1,5 g (correspondientes al 8,85 % de la teoría) de 2-[4"-fenil-estilbenil-(4")]-4,5-difenil-oxazol, de la fórmula (291), con punto de fusión de 254,5°C.

- Si en lugar de la dietilformamida, se emplea dimetilformamida como disolvente y se efectúa la reacción a temperatura de 120 a 125° C durante una hora, se obtiene alrededor de 0,1 g (correspondientes a 2,13 % de la teoría) de 2-[4"-fenil-estilbenil-(4')]-4,5-difenil-oxazol, de la fórmula (291), con punto de fusión de 255° C.

EJEMPLO 38

20. Se fulardea a la temperatura ambiente (alrededor de 20° C) un tejido de poliéster (por ejemplo, Dacron)

- con una dispersión acuosa que contiene por litro 2 g de uno de los compuestos de las fórmulas (110), (114) a (126), (128), (147), (149), (152), (153), (157), (159) a (163), (117) a (179), (181), (184), (185), (217), (239), (241) a (250), (253), (255) a (265), (283) a (286), (291) a (293), (323), (327), (349), (354), (357), (358), (364), (366), (368), (370) y (372) a (374), así como 1 g de un producto de adición de unos 8 moles de óxido de etileno a 1 mol de p-octilfenol terciario, y se le seca alrededor de 100°C.
- 5.
10. El material seco se somete luego a un tratamiento térmico a temperatura de 150 a 220°C, el cual dura, según la temperatura, de 2 minutos a algunos segundos. El material así tratado tiene un aspecto notablemente más blanco que el material no tratado.

15. EJEMPLO 39

- 100 partes de granulado de poliéster a base de poliéster etilenglicólico de ácido tereftálico se mezclan íntimamente con 0,05 partes de uno de los derivados estilbénicos de las fórmulas (110), (114) a (126), (128), (147), (149), (152), (153), (157), (159) a (163), (177) a (179), (181), (184), (185), (217), (239), (241) a (250), (253), (255) a (265), (267), (268), (283) a (286), (291) a (293), (323), (327), (349), (354), (357), (358), (364), (366), (368), (370) y (372) a (374) y se funden a 285°C,
- 20.

con agitación. Después de hilar la masa para hilatura en las hileras usuales, se obtienen fibras de poliéster muy aclaradas.

5. Los compuestos que se han mencionado antes pueden añadirse también a las materias de partida antes de la policondensación para formar el poliéster o durante dicha policondensación.

EJEMPLO 40

10. 10.000 partes de una poliamida en forma de recortes, hecha de manera conocida a base de adipato de hexametilendiamina, se mezclan en un tambor giratorio, durante 12 horas, con 30 partes de dióxido de titanio (modificación de rutilo) y 2 partes de un compuesto de las fórmulas (110), (114) a (126), (128), (147), (149), (152), (153), (157), 15. (159) a (163), (177) a (179), (181), (184), (185), (217), (239), (241) a (250), (253), (255) a (265), (267), (268), (283) a (286), (291) a (293), (323), (327), (349), (354), (357), (358), (364), (366), (368), (370), (372) a (374). Los recortes así tratados se funden en un caldero calentado 20. a temperatura de 300 a 310° C con aceite o vapor de difenilo, después de haber expulsado el oxígeno atmosférico por medio de vapor de agua recalentado, y se agita la fusión durante media hora. Luego se exprime la fusión por

una hilera, bajo presión de nitrógeno de 5 atmósferas, y el filamento así hilado, enfriado, se arrolla en una devanadera. Los hilos producidos manifiestan un excelente efecto aclarador.

5. EJEMPLO 41

Se mezclan íntimamente 100 g de polipropileno "Fibre-Grade" con 0,02 g cada vez del compuesto de la fórmula (177), (185), (239), (243) o (244) y se funde la mezcla a temperatura de 280 a 290° C y agitando. Después de hilar con las hileras

10. usuales y de estirar, se obtienen fibras de polipropileno con excelente efecto de aclaración, sólidos a la luz.

N O T A

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas nº 14902/65 del 28.10.65; nº 9649/66 del 4.7.66 y nº 13745/66 del 23.9.66, existiendo en ellas unidad de invención:

5. 1. Procedimiento para la preparación de compuestos heterocíclicos, que contienen enlaces dobles etilénicos, caracterizado por hacerse reaccionar un compuesto de la fórmula



10.

en la que

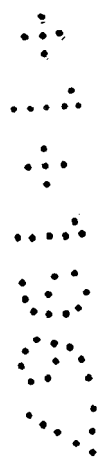
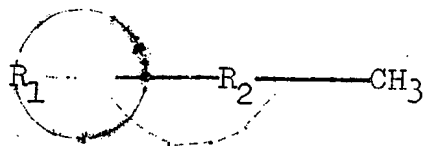
R₁ representa un sistema cíclico heterocíclico de carácter aromático, el cual

15.

- a) contiene por lo menos un anillo heterocíclico de 5 o 6 miembros, provisto por lo menos de un átomo de nitrógeno cíclico,
- b) carece de átomos de hidrógeno que

5. 1) estén unidos a los átomos de nitrógeno
cíclicos y
2) sean reemplazables por metal alcalino, y
c) está unido con un miembro cíclico a un miembro
cíclico de R_2 o tiene dos miembros cíclicos
vecinos junto con dos miembros cíclicos ve-
cinos pertenecientes a R_2 ,
en tanto que
10. a) R_2 significa un sistema cíclico carbocíclico o
heterocíclico, de caracter aromático, que con-
tiene 5 o 6 miembros cíclicos y que eventual-
mente puede contener, yuxtacondensados, otros
sistemas cíclicos más, aromáticos o hidroaromá-
ticos, y
15. b) el grupo metílico indicado en la fórmula se ha-
lla en posición para respecto al enlace con R_1 ,
en presencia de un compuesto alcalino fuertemente básico,
con una base Schiff, para lo cual debe emplearse como medio
para la reacción un disolvente orgánico fuertemente polar,
20. neutro hasta básico, que: I) carezca de átomos (en parti-
cular, átomos de hidrógeno) que puedan reemplazarse por
metal alcalino, y II) sea prácticamente anhídrico; y, en el
caso del empleo de hidróxidos alcalinos como compuesto al-
calino fuertemente básico, estos hidróxidos alcalinos deben
25. presentar un contenido de agua del 25 % a lo sumo.

2. Procedimiento para la preparación de compuestos heterocíclicos que contienen enlaces dobles etilénicos conformes con la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar un compuesto de la fórmula



5. en la que

R₁ significa un sistema ciclico heterocíclico, carente de átomos de hidrógeno ligados a átomos de nitrógeno cíclico y reemplazables por potasio, sistema que contiene por lo menos un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros, con un miembro cíclico ligado directamente a R₂ o dos miembros cíclicos vecinos ligados directamente a R₂, y por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo; y

10.

15.

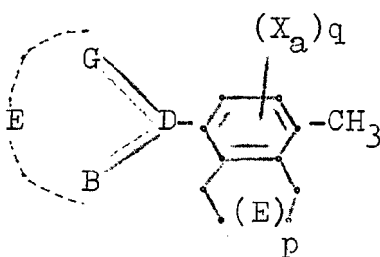
R₂ representa un radical que está ligado directamente a R₁ con un átomo de carbono cíclico aromático o con dos átomos de carbono cíclicos aromáticos vecinos y que lleva el grupo H₃C en posición para respecto a dicho átomo de carbono o res-

pectivamente a uno de estos dos átomos de carbono,

5. en un disolvente orgánico anhidro, neutro hasta básico, fuertemente polar, y en presencia de un compuesto potásico fuertemente alcalino, con un anilo de aldehído.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar anillos de aldehídos de carácter aromático con compuestos que corresponden a la fórmula

10.



15.

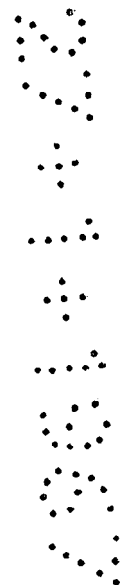
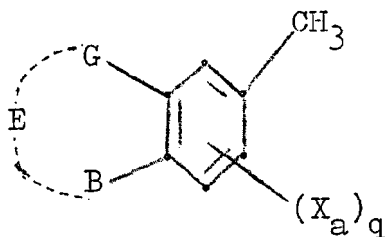
en la cual

20.

a) G, B y D significan cada uno un átomo cíclico de un sistema cíclico de carácter aromático con 5 o 6 miembros, en el que uno por lo menos de los símbolos G, B y D representa un átomo de nitrógeno, D, en lugar de nitrógeno, puede

significa, también un átomo de carbono y tanto G como B pueden denotar átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos,

5. b) E representa el complemento de miembros cíclicos... para el sistema cíclico de carácter aromático... con cinco o seis miembros, que contiene átomos... de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azu- fre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos, y
10. c) Los anillos formados junto con el símbolo E pueden contener otros substituyentes más, los cuales, igual que el substituyente X_a , carecen de átomos (en particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por álcali,
15. F representa los números 0 o 1 y
q representa los números 0, 1, 2 o 3.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar anillos de aldehidos de carácter aromático con compuestos que corresponden a la fórmula
- 20



en la cual

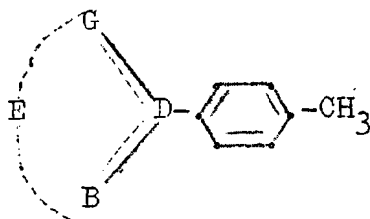
5. a) G y B significan cada uno un átomo cíclico de un sistema cíclico de caracter aromático con cinco o seis miembros y pueden representar átomos de carbono, de oxígeno, de azufre o de nitrógeno, pero uno por lo menos de los símbolos G o B representa un átomo de nitrógeno y estos átomos se hallan en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos;
10. b) E significa el complemento de miembros cíclicos para el sistema cíclico de caracter aromático con cinco o seis miembros, que contiene átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos; y
15. c) el anillo formado junto con el símbolo E puede contener otros substituyentes más, los cuales, igual que el substituyente X_a, carecen de á-

tomos (en particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por álcali; mientras que

q puede representar los números 0, 1, 2 o 3.

5. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por hacerse reaccionar anillos de aldehidos de la serie bencénica y la serie naftalínica con compuestos que corresponden a la fórmula

10.



en la que

15.

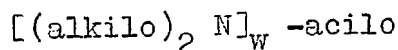
- a) G, B y D significan cada uno un átomo cíclico de un sistema cíclico de carácter aromático con cinco o seis miembros, en el que uno por lo menos de los símbolos G, B y D representa un átomo de nitrógeno, D puede significar, en lugar de nitrógeno, también un átomo de carbono y tanto G como B pueden representar átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos;

25

5. b) E representa el complemento de miembros cíclicos para el sistema cíclico de caracter aromático con cinco o seis miembros, que contiene átomos de carbono, de nitrógeno, de oxígeno o de azufre en la disposición de sistemas cíclicos ya de sí conocidos; y

10. c) el anillo formado junto con el símbolo E puede contener otros substituyentes más, los cuales carecen de átomos (en particular, átomos de hidrógeno) reemplazables por álcali, reacción que se efectúa en presencia de un compuesto alcalino con una basicidad igual por lo menos a la del hidróxido lítico (de preferencia, butilato potásico terciario o hidróxido potásico), en un disolvente que corresponda a la

15. fórmula



20.

donde

"alquilo" significa un grupo alquílico inferior,

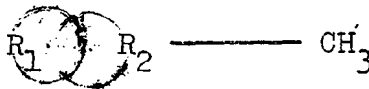
"acilo" significa el radical de un ácido carboxílico

25.

alifático inferior o del ácido fosfórico y
w significa la basicidad del ácido,
de preferencia en dimetilformamida.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
5. racterizado por emplearse como materia de partida de la
fórmula (1) un compuesto de la fórmula

10.

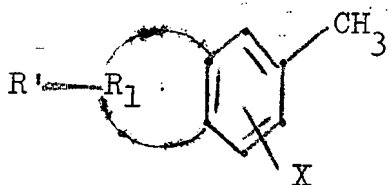


en la que

15. R₁ significa un sistema cíclico heterocíclico que
contiene un anillo heterocíclico de cinco o seis
miembros, con dos miembros cíclicos vecinos, li-
gados directamente a R₂, y por lo menos un átomo
de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo,
mientras que

20. R₂ significa un anillo bencénico condensado con el
anillo heterocíclico y en el que dos átomos
de carbono pertenecientes a ambos anillos y el
átomo de carbono ligado al grupo H₃C se hallan
en posición 1,2,4 unos respecto a otros.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula



5. en la que

R' significa un radical bencénico;

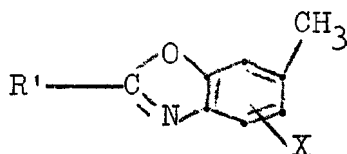
X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, un grupo metoxílico o un grupo metílico; y

10.

R₁ representa un anillo heterocíclico de cinco miembros, condensado con el anillo bencénico de la manera ya indicada y provisto de un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo.

15.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula



en la que

5.

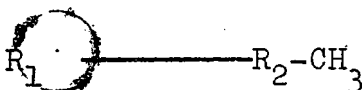
R' significa un radical bencénico y

X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, un grupo metoxílico o un grupo metílico.

10.

9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse como materia de partida de la fórmula (I) un compuesto de la fórmula

15.

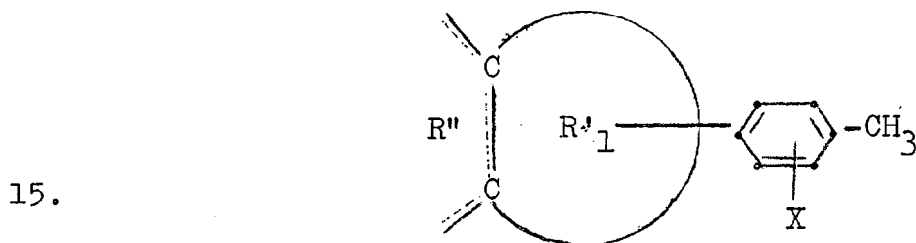


en la que

5. R_1 significa un sistema cíclico heterocíclico que contiene un anillo heterocíclico de 5 o 6 miembros con un miembro cíclico ligado directamente a R_2 y un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo, mientras que

R_2 significa un radical bencénico ligado en posición 1,4 a R_1 y al grupo H_3C .

10. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula



en la que

20. R'' significa un radical bencénico o naftalínico, condensando con R'_1 de la manera que indican las rayas de valencia;

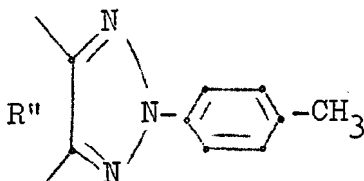
R'_1 significa un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros con un miembro cíclico ligado directamente al radical metilfenílico y que tiene por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclu-

sivamente en el anillo; y

X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro, un grupo metoxílico o un grupo metílico.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula

5.

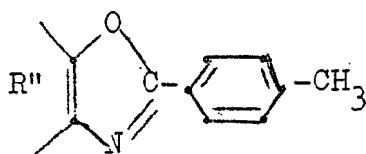


en la que

15. R'' significa un anillo bencénico o naftalínico condensado con el anillo triazólico de la manera indicada por las rayas de valencia.

12. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula

20.



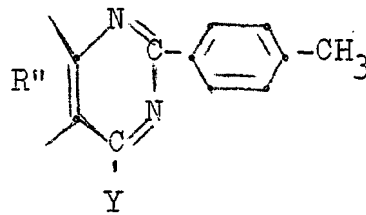
25.

en la que

R" significa un anillo bencénico o naftalínico condensado con el anillo oxazólico de la manera indicada por las rayas de valencia.

5. 13. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula

10.

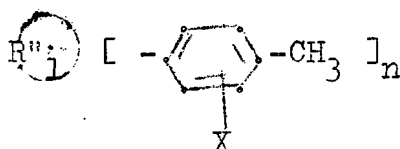


en la que

15. R" significa un anillo bencénico condensado con el anillo diazínico de la manera indicada por las rayas de valencia; e
Y significa un átomo de hidrógeno o un radical bencénico.

20

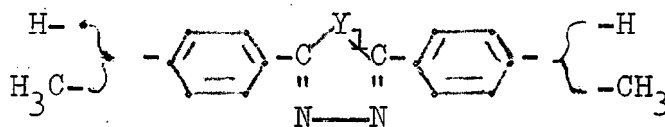
14. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula



en la que

5. R''_1 significa un sistema cíclico heterocíclico con dos anillos a lo sumo, el cual contiene un anillo heterocíclico de cinco o seis miembros con dos o tres miembros cíclicos ligados sencillamente y directamente a los radicales metilbencénicos y por lo menos un átomo de nitrógeno ligado exclusivamente en el anillo;
10. X representa un átomo de hidrógeno, un átomo de halógeno, un grupo metoxílico o un grupo metílico; y
- n es igual a 2 ó 3.

15. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula



en la que

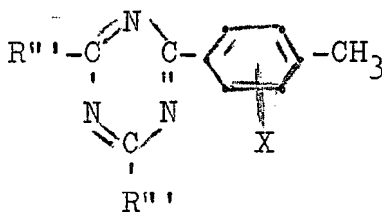
Y₁ significa un átomo de oxígeno o un átomo de azufre; y el símbolo

$\left. \begin{array}{l} \text{H-} \\ \text{H}_3\text{C-} \end{array} \right\}$
 significa que en este lugar se halla un átomo de hidrógeno o un grupo metílico, pero por lo menos un grupo metílico en toda la molécula.

5.

16. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula

10.



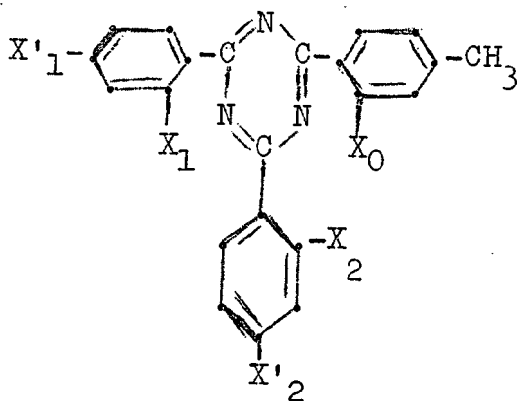
que

R''' significa un radical bencénico y

X significa un átomo de hidrógeno, un átomo de

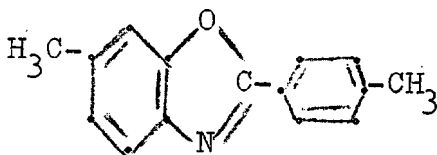
cloro o un grupo metílico.

17. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse como materia de partida un compuesto de la fórmula

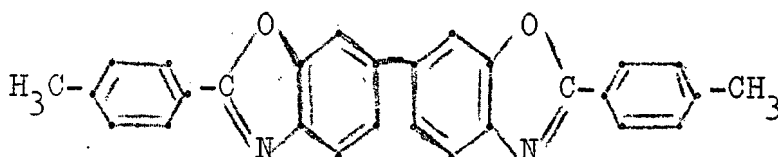


5. en la que X₀, X₁, X₂, X'₁ y X'₂ significan grupos metílicos o átomos de hidrógeno.

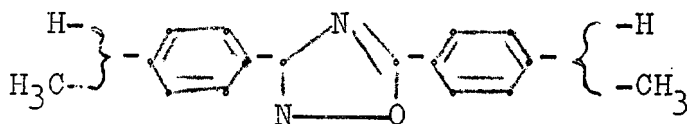
18. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula



10. 19. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula



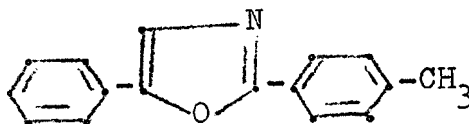
20. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula



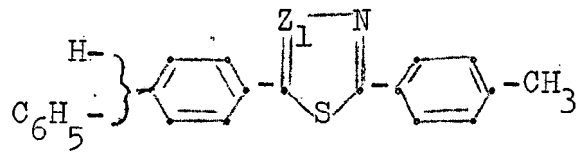
en la que el símbolo

$\left. \begin{array}{l} \text{H-} \\ \text{H}_3\text{C-} \end{array} \right\}$ significa que en este lugar se halla un átomo de hidrógeno o un grupo metílico, pero por lo menos un grupo metílico en toda la molécula.

21. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula



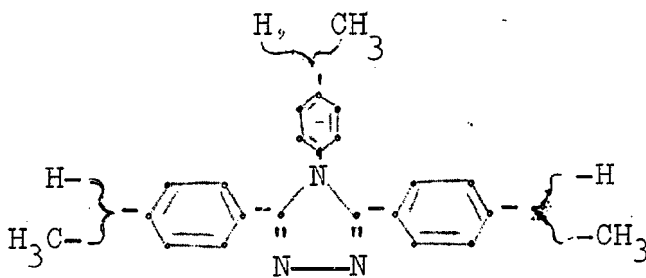
22. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula



en la que el símbolo

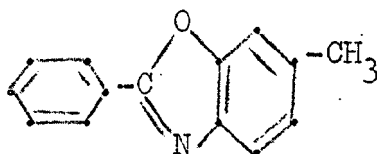
5. $\left. \begin{array}{l} \text{H-} \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{-} \end{array} \right\}$ significa que en este lugar se halla un grupo fenílico o un átomo de hidrógeno; y
- Z_1 significa un grupo =N- o =CH-.

23. Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula

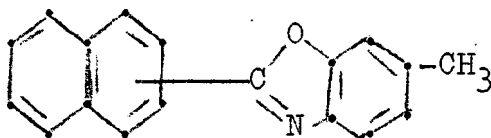


10. en la que el símbolo
- $\left. \begin{array}{l} \text{H-} \\ \text{H}_3\text{C-} \end{array} \right\}$ significa que en este lugar se halla un átomo de hidrógeno o un grupo metílico, pero por lo menos un grupo metílico en toda la molécula.

24. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por emplearse un compuesto de la fórmula

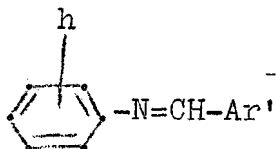


o sus análogos naftílicos, de la fórmula



5. 25. Procedimiento según unas de las reivindicaciones 1 a 24, caracterizado por emplearse, en calidad de base Schiff, un compuesto azometínico como los que pueden obtenerse por condensación de un aldehído de carácter aromático con una amina primaria cuyo grupo amínico está ligado a un átomo de carbono terciario.

10. 26. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 24, caracterizado por emplearse, en calidad de base Schiff, un anillo de aldehído de la fórmula



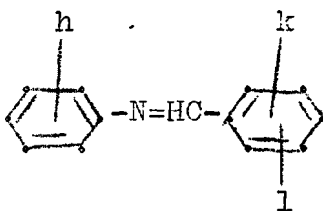
en la que

h significa un átomo de hidrógeno o un átomo de halógeno, y

5. Ar' significa un radical naftílico o difenílico.

27. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 24, caracterizado por emplearse, en calidad de base Schiff, un anilo de aldehído de la fórmula

10.



15.

en la que

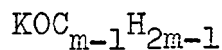
\underline{k} y \underline{l} significan un átomo de hidrógeno, un átomo de cloro o un grupo metoxílico, o bien \underline{k} y \underline{l} vecinos, forman juntos el grupo $-O-CH_2-O-$; mientras que

20.

\underline{h} significa un átomo de hidrógeno o un átomo de cloro.

28. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 27, caracterizado por emplearse, en calidad de compuesto alcalino, fuertemente ácido, un compuesto de un metal alcalino, o un compuesto amónico con una basicidad igual por lo menos a la del hidróxido lítico.

29. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 27, caracterizado por emplearse, en calidad de compuesto alcalino fuertemente básico, un compuesto de metal alcalino de la fórmula



10.

en la que

m significa un número entero por valor de 6 a 10 sumo.

15.

30. Procedimiento según la reivindicación 29, caracterizado por emplearse en calidad de compuesto alcalino fuertemente ácido, butilato potásico terciario.

20.

31. Procedimiento según la reivindicación 29, caracterizado por emplearse, en calidad de compuesto alcalino fuertemente ácido, hidróxido potásico con un contenido de agua de 0 a 10%.

32. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 31, caracterizado por emplearse, en calidad de disolventes orgánicos fuertemente polares, neutros hasta débilmente básicos, acilamidas dialkiladas que carecen de átomos de hidrógeno que sean reemplazables por metal alcalino.

3. Procedimiento según la reivindicación 32, caracterizado por emplearse, en calidad de acilamidas dialkiladas, las de la fórmula

10.
$$[(\text{alkilo})_2 \text{N}]_w \text{-acilo}$$

en la que

el concepto "alkilo" denota un grupo alquílico inferior.

el concepto "acilo" denota el radical de un ácido carboxílico alifático inferior o del ácido fosfórico, y

w denota la basicidad del ácido.

34. Procedimiento según la reivindicación 33, caracterizado por emplearse dimetilformamida en calidad de disolvente.

35. Procedimiento para la preparación de compuestos heterocíclicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 239 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 27 OCT 1966

p.a.

JAIMÉ ISERN



Firmado: JOSE RODRIGUEZ