

# KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5)

Izdan 1. Februara 1929.

## PATENTNI SPIS BR. 5529

### I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt na Majni.

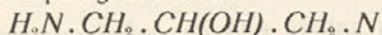
Postupak za dobijanje 1-amino-3-dialkilamino-2-propanola.

Prijava od 25. jula 1927.

Važi od 1. decembra 1927.

Traženo pravo prvenstva od 13. avgusta 1926. (Nemačka).

Pronađeno da se do sad nepoznata jedinjenja opšteg obrasca:



gde N ima tercijaran karakter, mogu izrađivati tako na 3-halogen-2-oksi-propil-ftalimide (vidi *Berichte* 50, 820, 821 i 825) odnosno na njihove proizvode saponifikacije na 3-halogen-2-oksi-propilaminske soli (*Berichte* 50, 822) dejstvuju sa sekundarnim bazama, eventualno odvoji ostatak ftalne kiseline, nove baze izluče alkalima i destilacijom prečisti. Jedinjenja zbog svog krvnog šećera imaju bazisno dejstvo i kao međuprodukti imaju važnosti za dobijanje lekova.

Primeri:

1. 80 g 3-hlor-2-oksipropilftalimid zagrevaju se nekoliko časova do ključanja sa rastvorom od 50 gr. dietilamina u 200 cm<sup>3</sup> alkohola. Po destiliranju alkohola ostatak se kuva oko 3 časa sa 20% hlorovodoničnom kiselinom, po hlađenju filtrira izlučena ftalna kiselina, filtrat ukuva i dodavanjem jake kalijeve ceđi odvaja kao ulje:  $\alpha$  amino- $\beta$ -oksi-y-dietil aminopropan. Po odvajanju sa vodenog sloja isto se dobija destilacijom u vakumu kao bezbojno, slabo bazisno mirišuće ulje sa tačkom ključanja na 114—115° pri 20 mm, pritiska. Hlorni hidrat je vrlo hidroskopičan.

2. 29 gr. 3-hlor-2-oksipropil-amino-hlorni hidrat zagreva se do ključanja više časava sa 34 gr. dietil-amina i 100 cm<sup>3</sup> alkohola. Po destiliranju alkohola meša se sa jakim

kalcijevom ceđi, neko vreme zagreva, da bi se uklonio dietilamin, ulje odvaja u vakumu destilira. Dobija se 3-dietil-amino-2-oksipropilamin osobina navedenih u primeru 1.

3. 30 gr. 3-hlor-2-oksi-propil-ftalmida za grevaju se 4 časa u parnoj bombi sa 175 gr. 30% alkoholnog dimetil-amina i rastvara. Sadržina u bombi se potom ispari, zaostali sirup 4 časa kuva sa 750 cm<sup>3</sup> 20% hlorovodonične kiseline, rastvor po hlađenju odvaja od ftalne kiseline i u vakumu zgušnjava do gustine sirupa. Sirup se sa koncentrisanom natrijumovom ceđi i polom za polašom meša dok se ne načini gusta čorba, koja se više puta digerira sa benzolom. Benzolni ostaci se po sušenju oslobodaju kalium-karbonatom od benzola i ostatak destilira u vakumu. Nova baza ključa pod pritiskom od 28 mm na 103°. Ona obrazuje bazisno mirišuće bezbojno ulje i daje čvrsti ali vrlo hidroskopični hlorni hidrat.

4. 80 g. 3-hlor-2-oksi propilftalimida i 60 g. piperidina obrađuju se u 200 cm<sup>3</sup> špiritusa kao u primeru 1. Red rada je kao u ovom primeru. Pri vakumskoj destilaciji dobija se bazisno mirišuće ulje, koje pod pritiskom od 29 mm. ključa na 148°—150° Pri dužem stajanju stvrdnjava se u bezbojnu kristalnu masu. Zakišeljavanjem eteričnog rastvora baze sa alkoholom, hlorovodoničnom kiselinom, dobija se bezbojni dihidro-hlorid kao žilava masa, koja postepeno postaje čvrsta i po prekrizalivanju iz apsolutnog

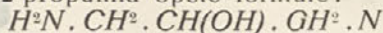
alkohola topi na 181°. U vodi se vrlo lako rastvara.

5. 80 g. 3-hlor-2-oksi-propilftalimida obrađuje se kao i gore sa 71 g. monometilaninom. Po odvajanju ftaloil ostatka, destiliranju ftalne kiseline i zgušnjavanju filtrata, neutrališe se sa koncentrisanom natrijumovom ceđi, meša sa zasićenim potašnim rastvorom i baza sa hloroformom izmeša. Ostatak hloroform rastvara, i frakcionira se u vakumu. Dobija se baza kao slabo žućkasto ulje, koje pri pritisku 30 mm, između 205 i 210° prelazi i stvrdnjava se u bezbojnu masu. Ona se lako rastvara u hloroformu, nešto manje u benzolu i teško u hladnom eteru. Iz etra prekrystalisana topi

se na 71°. Ona obrazuje u vodi vrlo lako rastvorljivi, bezbojni hlorni hidrat, koji se po prekrystalisavanju iz apsolutnog alkohola topi na 201° uz penušanje.

### Patentni zahtev:

Postupak za dobijanje 1-amino-3-dialkilamina-2-propanila opšte formule:



gde N ima terciarni karakter, naznačen time, što se 3-halogen 2-oksi-propilftalimid tretira sekundarnim bazama i ostatak ftalne kiseline cepa, ili posle prethodnog cepanja pomenutog ostatka 3-halogen-2-oksi-propilamin tretira sekundarnim bazama.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt am Main.

Postupak za dobijanje 1-amino-3-dialkilamino-2-propanola.

Veri od 1. decembra 1937.

Prijava od 25. jula 1937.

Tačeno pravo prihvata od 12. avgusta 1936. (Nemačka).

katijevom ceđi, neko vreme zapreva, da bi se uklonio diestilant, ulje odvaja i rastvara. Dobija se 3-dialkilamino-2-oksi-propanolamino otopina navedenih u prilozi metu 1.

3. 30 gr. 3-hlor-2-oksi-propilftalimida obrađuje se kao u prvoj bombi sa 175 gr. 20% alkoholoim dimetilamina i rastvara. Sadržaj u bombi se potom ispušta, zapreva i skupi u čašu koja sa 750 cm<sup>3</sup> 20% hloroformne kiseline rastvor po hladjenju odvaja od ftalne kiseline i u vakumu zgušćuje do gustog sirupa. Sirup se sa koncentrisanom natrijumovom ceđi i potom sa potašnom mešom dok se ne načini gusta čvrsta masa. Ova masa se rastvara sa benzolom i ostatak odvaja se po sušenju ostobodnja kalijum-karbonatom od benzola i ostatak destilira u vakumu. Nova baza ključa pod pritiskom od 28 mm na 103°. Ova baza ključa mirišuće bezbojno ulje. I dalje čvrsti ali vrlo hidroskopni hlorni hidrat.

4. 80 g. 3-hlor-2-oksi-propilftalimida i 60 g. piperidina obrađuju se u 200 cm<sup>3</sup> etera kao u primjeru 1. Kad voda je kao u ovom primjeru. Pri vakuumskoj destilaciji dobija se bezbojno mirišuće ulje, koje pod pritiskom od 29 mm. Ključa na 118°-120°. Pri dotrem slaganju stvrdnjava se u bezbojnu kristalnu masu. Karakterističan miris. Rastvara se u alkoholu, hloroformu, nitrobenzenu, dioksim, koji postepeno postaje čvrsta i po prekrystalisavanju iz apsolutnog

Proračunato da se do sad nepoznata jedinjenja opšte formule:  $H^2N \cdot CH^2 \cdot CH(OH) \cdot GH^2 \cdot N$  gde N ima terciarni karakter, mogu izraditi ako se 3-halogen-2-oksi-propilftalimid (vidi Berichte 50, 820, 821 i 822) odnosno na njihove proizvode spojilakcije sa 2-halogen-2-oksi-propilaminom (Berihte 50, 822) dejstvuju sa sekundarnim bazama, eventualno odvaji ostatak ftalne kiseline, nove baze izlože alkalima i destilacijom precisti. Jedinjenje zbog svog kvantitativnog imanja bazično dejstvo i kao međuprodukt imaju važnosti za dobijanje lekova.

Primeri:

1. 80 g. 3-hlor-2-oksi-propilftalimida obrađuje se kao u primjeru 1. Kad voda je kao u ovom primjeru. Pri vakuumskoj destilaciji dobija se bezbojno mirišuće ulje, koje pod pritiskom od 29 mm. Ključa na 118°-120°. Pri dotrem slaganju stvrdnjava se u bezbojnu kristalnu masu. Karakterističan miris. Rastvara se u alkoholu, hloroformu, nitrobenzenu, dioksim, koji postepeno postaje čvrsta i po prekrystalisavanju iz apsolutnog

2. 30 gr. 3-hlor-2-oksi-propilftalimida obrađuje se kao u prvoj bombi sa 175 gr. 20% alkoholoim dimetilamina i rastvara. Sadržaj u bombi se potom ispušta, zapreva i skupi u čašu koja sa 750 cm<sup>3</sup> 20% hloroformne kiseline rastvor po hladjenju odvaja od ftalne kiseline i u vakumu zgušćuje do gustog sirupa. Sirup se sa koncentrisanom natrijumovom ceđi i potom sa potašnom mešom dok se ne načini gusta čvrsta masa. Ova masa se rastvara sa benzolom i ostatak odvaja se po sušenju ostobodnja kalijum-karbonatom od benzola i ostatak destilira u vakumu. Nova baza ključa pod pritiskom od 28 mm na 103°. Ova baza ključa mirišuće bezbojno ulje. I dalje čvrsti ali vrlo hidroskopni hlorni hidrat.

4. 80 g. 3-hlor-2-oksi-propilftalimida i 60 g. piperidina obrađuju se u 200 cm<sup>3</sup> etera kao u primjeru 1. Kad voda je kao u ovom primjeru. Pri vakuumskoj destilaciji dobija se bezbojno mirišuće ulje, koje pod pritiskom od 29 mm. Ključa na 118°-120°. Pri dotrem slaganju stvrdnjava se u bezbojnu kristalnu masu. Karakterističan miris. Rastvara se u alkoholu, hloroformu, nitrobenzenu, dioksim, koji postepeno postaje čvrsta i po prekrystalisavanju iz apsolutnog