

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 12 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1. MARTA 1929.

PATENTNI SPIS BR. 5647.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt na Majni.

Postupak za dobijanje benzimidazon-arsinskih kiselina.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 4867.

Prijava od 29. oktobra 1927.

Važi od 1. februara 1928.

Traženo pravo prvenstva od 2. decembra 1926. (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 31. marta 1942.

U patentu broj 4867 opisan je postupak za dobijanje benzimidazon-arsinskih kiselina, čije je N supstituirano, a koji se sastoji u tome, što se alkil-amino-o-amino ili alkilno-amino-o-amino-benzol-arsinske kiseline obradjuju sa fosgenom.

Sad je pronadjeno, da se do istih terapeutski vrlo dragocenih jedinjenja dolazi na taj način, ako se iz amino-benzimidazona, čiji je azot zamenjen alkil- ili alkilnim grupama, dobivena diaco jedinjenja reagiraju sa arsenastom kiselinom i odavde dobivenim rastvorima, dodavanjem kiselina, izdvoje benzimidazon-arsinske kiseline.

Primeri:

1. 163 g. 1-amino-3, 4-benz- (3-metil) imidazon — melju se u vodenici sa lopatama zajedno sa 172,5 g. nitritnog rastvora (40%) i 300 cm³ vode i potom se ovo sve hladjeno dodaje 300 cm³ vode i 208 cm³ koncentrisanoj klorovodičnoj kiselini.

150 g. arsenaste kiseline rastvaraju se u 400 cm³ vode i 126 cm³ natronske cedji (40° Bé) ovom se dodaje 30 g. bakarne bronzne a potom diaco-rastvor. Dodavanjem oko 125 cm³ natronske cedji održava se alkalitet. Po završenoj reakciji rastvor se bistri životinjskim ugljem i iz filtrata izdvaja dodavanjem klorovodonične kiseline arsinska kiselina.

2. 21 g. 1-amino-3.4 benz- (4-N-etil) benzimidazon (187° tačka ključanja) dobiveni redukcijom odgovarajućeg nitro-jedinjenja (žute igle iz sirćetne kiseline, tačka ključanja 256° uz raspadanje) na toplom se rastvaraju u 200 cm³ vode i 33 g. koncentrisane klorovodonične kiseline. Rastvor se potom hladi i diacotira. Rastvor od 17 g. arsenaste kiseline u 120 cm³ vode i 25 g. natronske cedji (40° Bé) — kojoj je dato malo amoničnog bakarnog rastvora — dovodi se diaco rastvor i održava alkalitet sa oko 25 g. natronove cedji (Bé 40°). Čim se više ne može naći diaco jedinjenje, smeša se kiseli klorovodoničnom kiselinom do kisele reakcije na lakmusu, filtrira od izlučene smole a filtrat pravi kongo-kiseo, usled čega se izdvaja 3.4-benz- (4-N-etil-) imidazon-arsinska kiselina.

Kao početni materijal služeći nitrobenz- (N-etil) imidazon dobija se reagiranjem 2,4-dinitro-hlor-benzola sa etilaminom. Ovako dobiveni 2,4 dinitro-etil-amino-benzol (žute igle iz alkohola, tačka ključanja 119 stup.) redukuje se delimično sa amonijum-hidrosulfidom u 4-nitro-2-amino-1-etil-amino benzol (rubin crveni listići iz toluolan, tačka ključanja 138—140°) i ovo jedinjenje fosgenom preobrača u nitro-benz- (N-etil) imidazon.

Na sličan način dobija se na pr. propilovo jedinjenje sa propilaminom.

Petentni zahtev:

Izmena postupka po patentu broj 4867 za dobijanje benzimidazon-arsinskih kiselina, čiji je azot zamenjen, naznačena

time, što se ovde iz amino-benzimidazon-lona, čiji je azot zamenjen alkilom ili alkilnim grupama — dobivena diaco-jedinjenja reagiraju arsenastom kiselinom.

INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 1. MARTA 1929.



UPRAVA ZA ZAŠTITU

KLASA 12 (3)

PATENTNI SPIS BR. 5647.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt am Main.

Postupak za dobijanje benzimidazon-arsinskih kiselina.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 4867.

Vazi od 1. februara 1928.

Prijava od 20. oktobra 1927.

Teženo pravo prvinstva od 2. decembra 1928. (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 31. marta 1947.

2. 31. g. 1-amino-3,4-benz-(4-N-eti) benzimidazon (187. tačka ključanja) dobiveni redukcijom odgovarajućeg nitro jedinjenja (kute igle iz siroćine kiselina, tačka ključanja 258° uz raspadanje) na toploti se rastvaraju u 200 cm³ vode i 33 g koncentrisane klorovodonične kiseline. Rastvor se potom hladi i distilira. Rastvor od 17 g arsenaste kiseline u 120 cm³ vode i 25 g natrijske cedji (40° BÉ) — kojoj je dato malo amonijskog bakarnog rastvora — dovodi se diaco rastvor i odmah tvori — dovodi se diaco rastvor i odmah (Bé 40°). Čim se više ne može naći diaco jedinjenje, smeša se kiselom klorovodoničnom kiselinom do kiselo reakcije na lak masu, filtrira od izdučene smole a filtrat pravi kongo-kiseo, naled čega se izdvaja 3,4-benz-(4-N-eti)-imidazon-arsinska kiselina.

Kao početni materijal služeći nitro-benz-(N-eti)imidazon dobija se reakcijom 2,4-dinitro-lilor-benzola sa etilaminom. Ovakvo dobiveni 2,4-dinitro-eti-3-amino-benzol (kute igle iz alkohola, tačka ključanja 119 step.) redukuje se delimično sa amonijum-tiosulfatom u 4-nitro-2-amino-1-eti-3-amino-benzol (rupin crveni) i etil iz toluena, tačka ključanja 138—140°) i ovo jedinjenje fosgenom preobraća u nitro-benz-(N-eti)-imidazon.

Na sličan način dobija se na pr. propilovo jedinjenje sa propilaminom.

I. patentu broj 4867 opisan je postupak za dobijanje benzimidazon-arsinskih kiselina, čiji je N supstituirano, a koji se sastoji u tome što se alkil-amino-3-amino-ili alkilno-amino-3-amino-benzol-arsinske kiseline obrađuju sa fosgenom. Sad je pronadjeno, da se do istih rezultata vrlo drzacocnih jedinjenja dolazi na taj način, ako se iz amino-benzimidazona čiji je azot zamenjen alkil- ili alkilnim grupama, dobivena diaco jedinjenja reagiraju sa arsenastom kiselinom i odavde dobivenim rastvorima, dobavajuci kiselina, izdvoje benzimidazon-arsinske kiseline.

Primeri:

1. 100 g. 1-amino-3,4-benz-(3-metil)imidazon — meša se u vodenoj sa loplama zajedno sa 12,5 g. nitrinog rastvora (40° BÉ) i 300 cm³ vode i potom se ovo sve hladjeno dodaje 300 cm³ vode i 308 cm³ koncentrisanoj klorovodoničnoj kiselini.

150 g. arsenaste kiseline rastvaraju se u 400 cm³ vode i 125 cm³ natrijske cedji (40° BÉ) ovom se dodaje 80 g. bakarnog rastvora. Dodavanje pronađe a potom diaco rastvor, njemu oko 125 cm³ natrijske cedji odmah se alkališe. Po završenoj reakciji rastvor se distri životinjstvom ukljem i iz filtrata izdvaja dobavajuci klorovodonične kiselinske kiselina.