

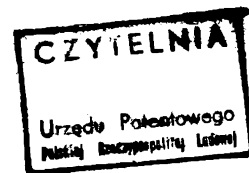
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

109 765



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 14.12.77 (P. 215119)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 23.04.79

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1981

Int. Cl.³ C07D 253/20
C07D 403/06

Twórcy wynalazku: Witold Hahn, Wiesław Strzyżewski, Barbara Matecka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Łódzki, Instytut Chemii,
Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania nowej pochodnej benzimidazolu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowej pochodnej benzimidazolu, 1,3-bis-/benzimidazolo-2/-1,3-dwucyano-2-fenylpropenu o wzorze 1. Związek ten może znaleźć zastosowanie do wytwarzania barwników.

Sposobem według wynalazku poddaje się 2-cyjanometylobenzimidazol reakcji kondensacji z dwubenzofilem. Reakcję prowadzi się w środowisku alkoholowym w obecności zasady, w łagodnych warunkach w temperaturze pokojowej.

Widmo masowe produktu wykazuje jon molekularny odpowiadający ciężarowi cząsteczkowemu, równy 400. Wzór sumaryczny, ustalony na podstawie analizy elementarnej, stanowi wzór $C_{25}H_{16}N_6$. Ustalenia te dowodzą, że w tworzeniu produktu biorą udział 2 cząsteczki 2-cyjanometylobenzimidazolu oraz połowa cząsteczki dwubenzofilu, co w sumie stanowi 419 jednostek masowych. Z tego można wnioskować, że podczas reakcji musi odłączać się jeszcze jeden atom tlenu i trzy atomy wodoru, co stanowi 19 jednostek masowych. Dokładne badania mieszaniny poreakcyjnej pozwoliły stwierdzić w niej obecność benzaldehydu oraz opisanego w literaturze produktu jego kondensacji z 2-cyjanometylobenzimidazolem o wzorze 2. Dane te pozwalają zaproponować przebieg reakcji poprzez pośrednie tworzenie α -cyano- α -benzimidazolo-2/-acetofenonu o wzorze 3. Widmo w podczerwieni produktu reakcji o wzorze 1 wykazuje niezwykłą zbieżność z widmem IR wydzielonego związku ubocznego wyrażonego wzorem 2. Jest to zrozumiałe, gdyż różnica w budowie związków, o wzorach 1 i 2 polega na podstawieniu atomu wodoru w związku o wzorze 2 resztą 2-cyjanometylobenzimidazolu, która to reszta już w tym związku jest obecna.

Widma w podczerwieni wykonano w aparacie Specord 71 IR, widma NMR – w aparacie Tesla 80 MHz, widma masowe – w aparacie GCMF 2091 firmy LKB, Szwecja.

Wynalazek ilustruje następujący przykład, w którym procenty oznaczają procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza:

Przykład. Do 5 g (około 0,03 mola) 2-cyjanometylobenzimidazolu rozpuszczonego w 100 cm³ bezwodnego alkoholu etylowego dodano 3,3 g (około 0,015 mola) dwubenzofilu rozpuszczonego w 110 cm³

bezwodnego alkoholu etylowego oraz 0,5 cm³ 10% metanolowego roztworu NaOH jako katalizatora. Mieszaninę pozostawiono na 48 godzin w temperaturze pokojowej. Następnie odsączono wydzielony osad, przemyto kilkakrotnie bezwodnym etanolem i wysuszono. Otrzymano 2,6 g produktu o wzorze 1, o temperaturze topnienia 322–325°C. Wydajność reakcji wyniosła 41,4%. Produkt po krystalizacji z roztworu N,N-dwumetyloformamid-woda posiadał postać żółtych kryształów o temperaturze topnienia 328–329,5°.

Analiza elementarna:

dla wzoru C₂₅H₁₆N₆ (ciężar cząsteczkowy 400)

– obliczono: 75,06% C; 4,03% H; 21,01% N

– otrzymano: 74,70% C; 4,34% H; 21,27% N

Widmo IR (KBr): 3050–3430 cm⁻¹ (NH); 2260 cm⁻¹ (CN)

Widmo masowe: M/E/70 eV; M⁺: 400 (100%)

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania nowej pochodnej benzimidazolu o wzorze 1, z n a m i e n n y t y m, że 2-cyjanometylobenzimidazol poddaje się reakcji kondensacji z dwubenzofilem.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że reakcję prowadzi się w środowisku alkoholowym w obecności zasady.

