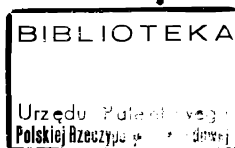


5 grudnia 1929 r.

C 07 d 55/56

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 10830.

Kl. 12 p 10.

Rudolf Arcichowski
(Warszawa, Polska).

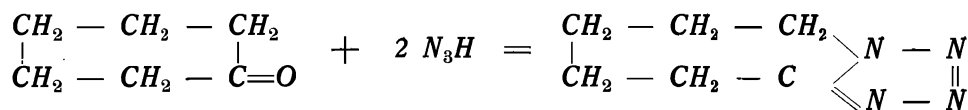
Sposób otrzymywania pentametylenotetrazolu.

Zgłoszono 19 kwietnia 1929 r.

Udzielono 31 lipca 1929 r.

Jak wiadomo, pentametylenotetrazol otrzymywano dotychczas przez działanie

kwasu azotowodorowego na cykloheksanon według wzoru:

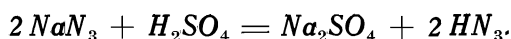


Wadą tego sposobu jest stosowanie kwasu azotowodorowego, łatwo wybuchającego i trującego i przedstawiającego przeto poważne niebezpieczeństwo przy pracy.

Sposób według wynalazku usuwa tę wadę przez to, że zamiast kwasu azotowodorowego stosuje się jego sole, przeważnie azyd sodowy w obecności kwasu mineralnego, np. kwasu siarkowego, który używa się w takiej ilości, by powstające ilości

kwasu azotowodorowego mogły się natychmiast wiązać z cykloheksanonem.

Reakcja przebiega, jak powyżej, gdyż z azydu sodowego i kwasu siarkowego otrzymuje się kwas azotowodorowy według równania



Przykład. Roztwór wodny 100 części wagowych azydu sodowego w równej ilości

wody zadano 750 częściami eteru i do mieszaniny po oziębieniu do 10° — 5°C i przy silnem mieszaniu dodano 80 wagowych części siarkowego kwasu rozcieńczonego, następnie dodano 35 wagowych części cykloheksanonu, a następnie bardzo powoli i przy silnem ochładzaniu dalsze 400 wagowych części stężonego kwasu siarkowego.

Do mieszaniny, pozostawionej w spokoju przez 24 godziny, dodano ług sodowy aż do wystąpienia silnej reakcji alkalicznej.

Wydzielony płyn oleisty wyekstrahowano eterem, który następnie odpędzono. Otrzymano pentametylenotetrazol. Wydajność około 90%.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania pentametylenotetrazolu, znamienny tem, że cykloheksanon poddaje się działaniu soli kwasu azotowodorowego, np. azynu sodowego, w obecności takiej ilości kwasu mineralnego, np. kwasu siarkowego, by wywiązujący się kwas azotowodorowy wiązał się z cykloheksanonem, który to kwas mineralny następnie się zobojętnia nadmiarem ługu sodowego, a wydzielony płyn oleisty wyciąga eterem.

Rudolf Arcichowski.

Zastępca: M. Brokman,
rzecznik patentowy.