

Warszawa, 6 listopada 1933 r.

COTd 55/96

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 18681.

Kl. 12 p, 10.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
(Warszawa, Polska).

Sposób otrzymywania podstawionych amidów kwasu tetrazolo-5-karbonowego.

Zgłoszono 28 stycznia 1932 r.

Udzielono 26 czerwca 1933 r.

W literaturze fachowej, względnie patentowej, sposób otrzymywania podstawionych amidów kwasu tetrazolo-5-karbonowego nie jest znany.

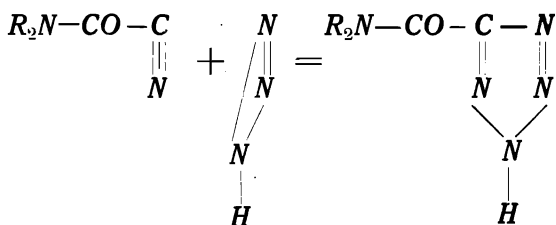
Otrzymywanie podstawionych amidów kwasu tetrazolo-5-karbonowego jest teoretycznie możliwe przez działanie dwuetyloaminą na ester kwasu tetrazolo-5-karbonowego, lub też na chlorobezwodnik tegoż kwasu.

Sposoby te są jednak zbyt kłopotliwe, kosztowne i wogóle nie dają praktycznych wyników dlatego, że estry wspomnianego kwasu bardzo trudno dają się otrzymać, a chlorobezwodnik kwasu tego nie istnieje.

Zupełnie niespodziewanie zostało stwierdzone, że można bardzo prostym i tanim sposobem otrzymać podstawione a-

midy kwasu tetrazolo-5-karbonowego przez działanie na podstawiony amid kwasu cyjanomrówkowego kwasem azotowodorowym.

Reakcja przebiega według następującego schematu z wydajnością powyżej 70% teoretycznej w temperaturze podwyższonej.



przyczem *R* oznacza dowolną grupę, jak np. metylową lub etylową, podstawioną

dwukrotnie na miejsce dwóch atomów wodoru.

Podstawione amidy kwasu tetrazolo-5-karbonowego stanowią związki, posiadające wartość z punktu widzenia farmaceutycznego.

Przykład. 31,5 części wagowych *N*-dwuetyloamidu kwasu cyjanomrówkowego ogrzewa się w autoklawie w przeciągu 25 godzin w temperaturze 115 — 120°C z 14 częściami wagowymi kwasu azotowodorowego rozpuszczonego w 75 częściach eteru. Następnie eter wraz z nadmiarem kwasu azotowodorowego oddestylowuje się na łaźni wodnej, poczem pozostałość zadaje przy wstrząsaniu 10% -wym ługiem sodowym aż do reakcji alkalicznej a nieprzereagowany amid kwasu cyjanomrówkowego oddziela się zapomocą eteru od wodnego roztworu powstałej soli sodowej dwuetyloamidu kwasu tetrazolokarbonowego. W celu otrzymania wolnego amidu, wspomniany roztwór wodny zadaje się 20% kwasem siarkowym w nadmiarze, przyczem *N*-dwuetyloamid kwasu tetrazolo-5-karbonowego wydziela się pod postacią kryształów. Celem oczyszczania poddaje się otrzymany surowy produkt krystalizacji z

wody, stosując węgiel odbarwiający. Wydajność wynosi około 30 części wagowych.

Otrzymany *N*-dwuetyloamid kwasu tetrazolo-5-karbonowego przedstawia bezbarwne kryształy o punkcie topliwości 80 — 81°C, łatwo rozpuszczalne w gorącej wodzie i alkoholu, trudno zaś w eterze i zimnej wodzie. W roztworze wodnym związek ten posiada odczyn kwaśny (jest pseudokwasem) i reaguje z alkalkami, tworząc odpowiednie sole.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania *N*-podstawionych amidów kwasu tetrazolo-5-karbonowego, znamienny tem, że podstawione amidy kwasu cyjanomrówkowego poddaje się w autoklawie działaniu kwasu azotowodorowego rozpuszczonego w odpowiednim rozpuszczalniku, np. w eterze, w temperaturze podwyższonej, np. 115 — 120°C.

Przemysłowo-Handlowe
Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.