

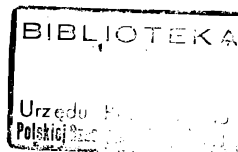
5 grudnia 1931 r.

2

URZĄD PATENTOWY



Cotd 55/56



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14743.

Kl. 12 p 10.

Knoll A.-G., Chemische Fabriken
(Ludwigshafen n. R., Niemcy).

Sposób otrzymywania dwukrotnie podstawionych tetrazoli.

Zgłoszono 16 lipca 1930 r.

Udzielono 8 października 1931 r.

Pierwszeństwo: 20 maja 1930 r. (Niemcy).

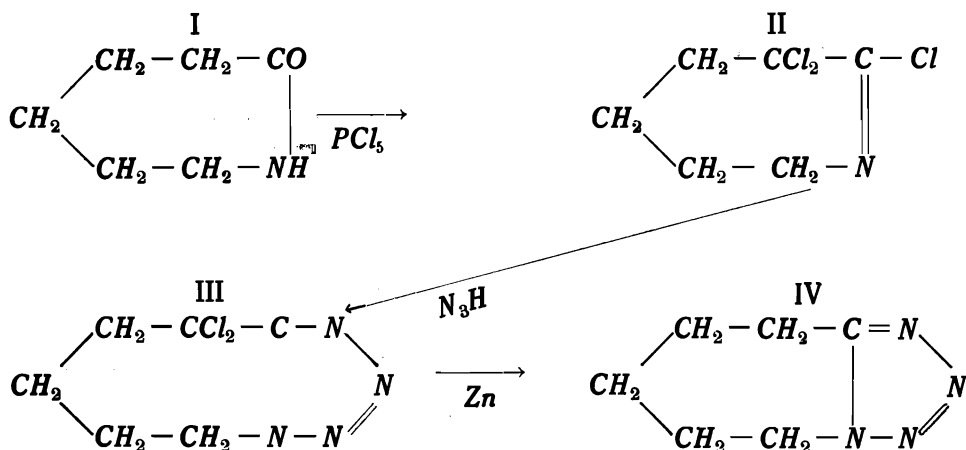
W patentach niemieckich NrNr 439041 i 455585 są opisane sposoby, według których można otrzymywać tetrazole z ketonów i kwasu trójazotowodorowego. Sposoby te okazały się szczególnie korzystnymi w celu otrzymania dwukrotnie podstawionych tetrazoli typu pięciometylenotetrazolu.

Stwierdzono obecnie, iż można takie same dwukrotnie podstawione tetrazole otrzymać w ten sposób, iż imidochlorki, podstawione chlorowcem, przemienia się zapomocą kwasu trójazotowodorowego lub azydów na tetrazole, podstawione chlorowcem, a następnie ze związków tych usuwa się chlorowiec przez redukcję lub wodornienie.

Przykład. Do roztworu 22.6 g ϵ -leucynolaktamu (0.2 cząsteczki) w mniej więcej 50 cm³ ksylolu, wprowadza się, chłodząc, 125 g pięciochlorku fosforu (0.6 cząsteczki) i ogrzewa na łaźni olejowej przy 140°C aż do wytworzenia klarownego roztworu. Po oddestylowaniu PCl_3 (trójchlorku fosforu), $POCl_3$ (tlenotrójchloroku fosforu) i ksylolu w próżni, pozostaje imidochlorek dwuchloroleucynolaktamu (II) (J. v. Braun B. 63,506/1930) w postaci jasno-brunatnego płynu, który bez dalszego oczyszczania wprowadza się, chłodząc równocześnie, do 100 cm³ 2,6 *n*-benzoloowego roztworu kwasu trójazotowodorowego. Po krótkim staniu (wydzielanie kwasu solnego) odparowuje się mieszaninę możliwie

do sucha. Pozostałość, składająca się z surowego dwuchloropentametylenotetrazolu (III) (punkt topnienia czystego produktu 87°C) rozpuszcza się w kwasie octowym lodowatym i na gorąco dodaje stopniowo 40 g pyłku cynkowego. Rozcieńczony wodą

roztwór odlewa się od niezużytego cynku, zadaje mocnym ługiem sodowym i wstrząsa z benzolem. Po odparowaniu benzolu poddaje się pozostałość destylacji frakcjonowanej w próżni. Główna frakcja składa się z pięcio-metylenotetrazolu.



Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania dwukrotnie podstawionych tetrazoli, znamieny tem, że podstawione chlorowcem imidochlorki poddaje się działaniu kwasu trójazotowodorowego lub azydów, a następnie na otrzy-

many produkt reakcji działa się środkami redukującymi.

Knoll A.-G.,
Chemische Fabriken.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.