



Patentdirektoratet

- (21) Patentansøgning nr.: 3903/89 (51) Int.Cl. 5: C 07 D 293/12
 (22) Indleveringsdag:.... 09 aug 1989
 (24) Løbedag:..... 09 aug 1989
 (41) Alm. tilgængelig:.... 11 feb 1990
 (62) Stamansøgningsnummer:.....
 (86) International ansøgning nr.:... -
 (86) International indleveringsdag:
 (85) Videreførselsdag:
 (30) Prioritet: 10 aug 1988 DE 3827093
 (71) Ansøger: *A. Nattermann & Cie. GmbH, Nattermannallee 1; D-5000 Koeln 30
 , DE
 (72) Opfinder: Bernd-Rainer *Guenther, Auf der Hoehe 31; D-5010 Bergheim, DE
 Rainer *Losch, Ulrich-Haberland-Str. 5; D-5300 Bonn 1, DE
 Klaus *Steiner, Tannenweg 26; D-7808 Waldkirch, DE
 (74) Fuldmægtig: Th. Ostenfeld Patentbureau A/S, Rømersgade 3; Box 1183, 1011,
 København K

- (54) Fremgangsmåde til fremstilling af ebselen af høj renhed
 (57) Sammendrag

3903-89

2-phenyl-1,2-benzisoselenazol-3(2H)-on (ebselen) fremstilles i høj renhed ved reduktion af metallisk selen til natriumselenid ved hjælp af natrium-formaldehydsulfoxylat i vandig, alkalisk opløsning, omsætning af det opnåede natriumselenid med diazoteret anthranilsyre i alkalisk medium til dannelse af natriumsaltet af o-diselenosalicylsyre, omsætning af den fri o-diselenosalicylsyre med thionylchlorid i overskud til dannelse af o-chlorselenobenzoesyrechloridet og omsætning af chlorselenobenzoesyrechloridet med anilin i et organisk opløsningsmiddel, idet

a) reduktionen af det metalliske selen sker i natriumhydroxidopløsning med Rongalit® ved en temperatur mellem 20 og 50°C, og reaktionen gennemføres med en reaktionstid på 0,5-2 timer ved samme temperatur,

b) den således opnåede alkaliske natriumselenidopløsning derefter straks omsættes med diazoteret anthranilsyre ved 0-10°C i 1-2 timer, den derved opståede alkaliske o-diselenosalicylsyreopløsning pufferindstilles med eddikesyre til en pH-værdi på 7,5-8,5, den opnåede opløsning klares ved opstående uklarhed og derefter behandles med aktiv kul, og derefter med eddikesyre efter fraskillelse af det aktive kul indstilles til en pH-værdi på 5-6, den præcipiterede, fraseparerede, rene, endnu fugtige o-diselenosalicylsyre blandes med et opløsningsmiddel i form af 1,2-dichlorethan, chloroform, tetrachlorethan eller petroleums-ether, fortrinsvis 1,2-dichlorethan, og blandingen opvarmes cyklisk til kogning i en vandseparator, indtil alt vand er fradestilleret azeotropt,

c) den i trin b) opnåede o-diselenosalicylsyre, suspenderet fint i det anvendte opløsningsmiddel omsættes med thionylchlorid i nærvær af katalytiske mængder dimethylformamid, opløsningsmidlet overskydende thionylchlorid destillerer fra reaktionsblandingen, eventuelt tilstedeværende thionylchlorid fjernes ved mindst yderligere to tilsætninger af det anvendte opløsningsmiddel og fradestillering deraf, og

fortsættes

3903-89

d) det i trin c) opnåede rensede o-chlorselenobenzoesyrechlorid opløses i et opløsningsmiddel i form af 1,2-dichlorethan, chloroform, tetrachlorethylen eller diisopropylether, fortrinsvis 1,2-dichlorethan, og den opnåede opløsning under forsigtig omrøring sættes til en suspension af anilin i fortyndet natriumhydroxidopløsning og det præcipiterede reaktionsprodukt frasepareres, vaskes neutralt og tørres.