

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 12 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1 Maja 1932.

PATENTNI SPIS BR. 8854

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M.,
Nemačka.

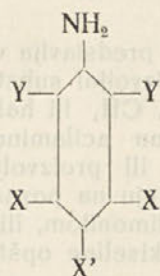
Postupak za dobijanje acil-amino-benzol-stibinskih kiselina.

Prijava od 21 maja 1930.

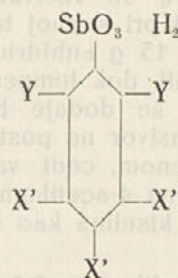
Važi od 1 maja 1931.

Traženo pravo prvenstva od 15 juna 1929 (Nemačka).

Nađeno je, da p-acil-amino-benzol-stibinske kiseline u kojima se nalazi u o-položaju prema ostatku stibinske kiseline, koji bilo substinenat, pokazuju sasvim uopšte manje ili više ispoljena peroralna dejstva kod obolenja tripanosoma i drugih tropskih bolesti. Ovaj efekat treba tim više ceniti, jer jedno uspešno suzbijanje tropskih bolesti moguće je samo, ako se nađe jedno sredstvo, koje se samom pacijentu može dati u ruke, tako da on nije upućen na lekarsku pomoć (na pr. intravenozne injekcije) kod svake pojedine aplikacije. Spravljanje se vrši na poznati način na pr. što se aromatična baza opšte formule:



u kojoj jedno Y predstavlja vodonik a drugo Y jedan proizvoljni substituenat, kao na pr. OH , OHC , CH_3 ili halogen, jedno X predstavlja jednu acilaminogrupu, a oba druga vodonik ili proizvoljne druge substituent, diacotuju na poznat način i izlože izmeni sa antimonitom, ili što se aromatične stibinske kiseline opšte formule:



u kojoj jedno Y predstavlja vodonik, drugo pak neki od gore navedenih substituenata i jedno X' jednu aminogrupu, oba druga vodonik ili proizvoljne druge substituent, aciluju na poznat način. Na taj način dobijaju se stibinske kiseline koje u o-položaju prema ostatku stibinske kiseline imaju koji drugi substituent. Ovim položajem uslovljeno je iznenađujuće dejstvo, jer do sada upotrebljavane stibinske kiseline, kao što su p-acetil-amido-benzol-stibinska kiselina, p-amino-benzol-stibinska kiselina, 3-hlor-2'-acetil-amino-benzol stibinska kiselina, ne dejstvuju pri peroralnoj upotrebi.

Primeri:

1) 40 g 4-acetil-amino-2-metil-1-amino-benzol-hidroklorid rastvoriti u 200 cm^3 vode, dodati 32 cm^3 konc. hlorovodonične kiseline i diacotovati. Bistar diaco rastvor polako dodavati na 15—25° smeši od 30 g antimon-trioksida, 60 cm^3 natrium-hidroksida (40° Bè), 80 g glicerina, 200 cm^3 vode i 2 g bakra, pri čemu uz živo razvijanje

azota nastaje izmena. Kad smeša više ne vezuje, neutralisati sa hlorovodoničnom kiselinom do još slabo alkalne reakcije prema fenolftaleinu, zasititi sa ugljen-dioksidom i bistro cediti. Rastvor zakiseliti sa hlorovodoničnom kiselinom, ocediti vakuumom stibinsku kiselinu, koja se taloži i ispirati vođom. Radi prečišćavanja rastvoriti u metil-alkoholu, ocediti vakuumom od nerastvorenog i taložiti etrom. Tako se dobija 4-acetil-amino-2-metil-benzol-1-stibinska kiselina u obliku belog praška, koji se u razblaženim alkalijama lako rastvara i koji se ugljenište pri zagrevanju, a ne topi se.

Ako se pođe od odgovarajućeg valeril ili benzoil jedinjenja, dobija se kao krajnji proizvod 4-valeril-amino-2 metil-benzol-1-stibinska kiselina odnosno 4-benzoil-amino-2-metil-benzol-1-stibinska kiselina.

2. 28 g 4-amino-2-metil-benzol-1-stibinske kiseline, dobivene izmenom diacotovanog 4-nitro-2-metil-1-aminobenzola sa antimonitom i redukcijom nagrađene nitro kiseline, kao natriumovu so rastvoriti u 150 cm³ vode. Mešajući pri sobnoj temperaturi pustiti da docuri 15 g anhidrida sirćetne kiseline i mešati dok temperatura opet ne spadne. Tada se dodaje hlorovodonična kiselina dok rastvor ne postane kiseo prema kongo crvenom, cedi vakuumom i prečišćava dobivena 4-acetil-amino-2-metilbenzol-1-stibinska kiselina kao što je opisano u primeru 1.

3. 44 g 4-acetil-amino-2,5-dihlor-1-aminobenzola u mlinu sa kuglama izmešati za diacotovanje potrebnom količinom rastvora nitrata i vode u žitku kašu i sipajući je u 48 cm³ hlorovodonične kiseline i 300 cm³ ledom pomešane vode diacotovati. Diacot rastvor se, kao što je to u pr. 1. opisano izloži izmeni sa antimonitom.

Radi prečišćavanja suspenduje se sirova 4-acetil-amino-2,5-dihlor-benzol-1-stibinska kiselina u metil alkoholu, rastvori sa malo amonijaknog rastvora i taloži etrom kao amonijakna so. Bco prah, koji se sa neutralnom reakcijom lako rastvara u vodi.

4. 18 g 3-acetil-amino-6-metoksi-1-aminobenzola diacotovati na uobičajen način i izložiti izmeni sa jednim rastvorom antimonita iz 15 gr. antimon-trioksida. Izdvajanje i prečišćavanje 3-acetil-amino-6-metoksi-benzol-1-stibinske kiseline vrši se na sličan način kao u gornjim primerima. Radi odvajanja može se i ugljen-dioksidom zasićeni rastvor izložiti dejstvu natrium-hidro-sulfita, nagrađeni stibiobenzol procediti vakuumom i sa vodoniksuperoksidom opet oksidovati u stibinsku kiselinu. Kiselina je jedan skoro bco prah, koji se veoma lako

rastvara u razblaženim alkalijama i amoniaku.

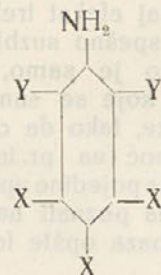
5. 22 g 3-glikolil-amino-6-oksi-1-aminobenzol-hidroklorida dobivenih topljenjem 3-amino-6-oksi-1-nitro benzola sa glikolnom kiselinom i redukcijom nitrogrupa, diacotovati i izložiti izmeni sa jednim rastvorom antimonita iz 15 g antimontrioksida.

3-glikolil-amino-6-oksibenzol-1-stibinska kiselina je jedan bco prašak, koji se u alkalijama lako rastvara.

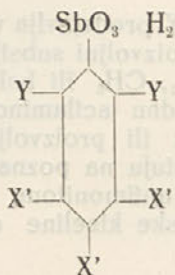
6. 23.5 g 4-acetil-amino-3-metoksi-6-metil-1-aminobenzolhidroklorida (dobiveni iz 4-acetilamino-3-metoksi-6-metil-1-nitrobenzola katalitičkom redukcijom nitrogrupe), diacotovati i izložiti izmeni sa antimonitom, kao što je to opisano u gornjim primerima. Čišćenje i spravljanje soli 4-acetilamino-3-metoksi-6-metilbenzol-1-stibinske kiseline najbolje je i ovde izvoditi rastvaranjem u metil-alkoholu i taloženjem sa eterom.

Patentni zahtev:

Postupak za dobijanje acil-amino-benzol-stibinskih kiseline, koje su u o-položaju prema ostatku stibinske kiseline substituisane nečim drugim, naznačen time, što se aromatične baze opšte formule:



u kojoj jedno Y predstavlja vodonik, a drugo Y jedan proizvoljni substituent, kao na pr. OH, OHC₃, CH₃ ili halogen, jedno X predstavlja jednu acilaminogrupu, a oba druga vodonik ili proizvoljne druge substituent, diacotuju na poznat način i izlože izmeni sa antimonitom, ili što se aromatične stibinske kiseline opšte formule:



u kojoj jedno Y predstavlja vodonik, drugo pak neki od gore navedenih substituenata i jedno X' jednu aminogrupu, a

oba druga vodonik ili proizvoljne druge substituentne, aciluju na poznat način.

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 42 (5)

INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Maja 1932.

PATENTNI SPIS BR. 8883

Naamloze Vennootschap De Batavische Petroleum Maatschappij,
Haag, Holandija.

Postupak za obradu ugljeničnih materija.

Prijava od 31. maja 1931.

Valj od 1. jula 1931.

Testeno prema prenosila od 25. aprila 1930 (Engleska).

Ovaj se pronalazak odnosi na postupak za izradu skupocenih proizvoda iz ugljeničnog materijala, npr. iz uglja, lignita, celuloze, petroleuma i petroleumskih proizvoda, sekala, raznih vrsta koksiranja i tome sl. Taj se postupak odnosi na električnu redukciju i pod pritiskom u prisustvu redukcijskih gasova, npr. vodonika ili gasova, koji sadrže ili sadrže vodonik ili ugljen-monoksid ili gasova, koji sadrže ili sadrže ugljen-monoksid, i tako isto u prisustvu katalizatora.

Po ovom pronalazku otkriveno je, da se na gore navedeni postupak izrade može učiniti da taj postupak, da se upotrebljavaju katalizatori ili komponente mesa, metali ili metale, jedinjenja i katalizatori, stoga ne mora na podredu navedeno, kao što mogu biti aktivni ugljenik ili drugi katalizatori u gasu.

Kao katalizatori mogu se upotrebljavati svi gasi, elementi ili njihova jedinjenja, npr. oksidi, karbonati, sulfidi, karbidi ili silicijidi ili njihove smese ili jedinjenja istih, zatim i elementi kao vodonik, azot, magnezijum, kalcijum, cink, stroncijum, kadmijum, barijum, srebro, aluminijum, litijum, cirkonijum, niobijum, katal, olovo, vanadijum, antimon, talijum, bizmut, stron, rhenijum, mangan, kobalt, uran, mangan, gvožđe, kobalt, nikal, paladijum, osmijum, iridijum i platina.

Mogu se upotrebljavati kao sastojci gore pomenuti elementi ili podredu navedene smese, npr. oksidi, karbidi, silicijidi, karbonati, borati, sulfati, sekala. Osim toga mogu se

upotrebljavati i drugi gasi, kao vodonik, gas koksiranja, ili gasi sl.

Katalizator može se koristiti onda, kada se želi izvesti hidrogenaciju proizvodnih ugljeničnih materijala, ili kada se želi redukciju i ili redukciju i hidrogenaciju ugljeničnih materijala, npr. petrolejskih proizvoda, sekala i tome sl. i to pod pritiskom od 100 at. na redukcijske gasove pod pritiskom na istom stepenu pritiska: što može se upotrebljavati za obradu organskih materija, koje sadrže klorovik, npr. fenoli, kresoli i tome sl. ili proizvodi, koji sadrže te materije, sa redukcijskim gasovima pod pritiskom i na povišenim temperaturama, radi sklonjenja klorovika, istupnog u sirovini a da to ne ošteti molekuli u molekulima sa istim brojem ugljeničnih atoma.

Katalizatori po ovom pronalazku su vrlo aktivni i mogu od njih se mogu upotrebljavati iste vremene a da im ne umanjuje svojih katalitičkih osobina.

Primer.

25.2 grama masno, koje sadrži 1.02% azot, izvedeno se u prisustvu vodonika pod početnim pritiskom od 100 at. i u prisustvu 25 g. katalitičke mase, koje se sastoji iz jedne količine sekala kalcijuma i jedne količine uran-hidroksida, koji je ekvivalentan sa 16.0 g Cr_2O_3 , katalizator dodati 2.0 gr. molibden-oksida i se upotrebljavati hromhidroksida sa katalitičkom reakcijom molibden-oksida. Za 45 minuta temperatura mase porasla je od početne temperature na 460°C.

