

5044

Inventor	COTD//A6IK

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INVENCION

EN

ESPAÑA

por veinte años

a favor de SIEGFRIED AKTIENGESELLSCHAFT

con domicilio en ZOFINGEN (Suiza)

de nacionalidad Suiza

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NUEVAS HIDRACINAS".

de la que es inventor, Dr. Franz Schatz, Christian Stammach,  
Dr. Kurt Thielen, Prof. Dr. Theodor Wagner-  
Jauregg, Dr. Ludwig Zirngibl, Dr. Johanna  
Fischer y Dr. Ulrich John.

Reivindicándose prioridad de la Patente Suiza depositada  
el 29 de Marzo de 1974, bajo el nº 4399/74.

BAD ORIGINAL

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar nuevas hidracinas, en las cuales un átomo de nitrógeno forma un miembro del anillo de 5 miembros de un [4.3.0] heterobicyclo y el otro átomo está substituido cuando menos con un grupo orgánico, que contine por lo menos dos átomos de carbono que no pertenecen a un anillo de benceno.

Las estructuras que constan de un anillo de 6 miembros con un anillo de 5 miembros unido por condensación y que contiene por lo menos un átomo de nitrógeno anular y que tienen ambos un grupo amino secundario o terciario unido a un átomo de nitrógeno del anillo, se han dado a conocer, hasta la fecha, solamente el número reducido, es decir el 1-dimetilamino-3-fenil-Indol y el 1-fenilamino-3-fenil-indol así como su análogo de 5 cloro (compárese F. Troxler en "Indoles", Parte II, páginas 191, 192, editado por "W.J. Houlihan, Wiley Interscience, Nueva York, Londres, 1972 así como R.J. Sundberg, The Chemistry of Indoles, páginas 397, Academic Press, Nueva York, Londres 1970). Las propiedades que deben justificar la utilización de estos compuestos, hasta la fecha no se han descrito. Ahora se pudo comprobar sorprendentemente que los derivados de N-amino que se pueden obtener según la invención y que corresponden a heterobicyclos, como indol, isoindol, indazol, isoindazol, 1,3-benzoisodiazol y benzotriazoles, que en la estructura cíclica o anular pueden tener otros substituyentes, tienen por una parte propiedades antimicrobianas, especialmente fungistáticas o respectivamente bacteriostáticas, que se pueden aprovechar para fines quimioterapéuticos y otras parte con una toxicidad notablemente baja, son activos farmacodinámi-

camente en más de una sola dirección, entre otros como anti depresivos, como por ejemplo ocurre en forma muy pronunciada en el clorhidrato de 1-[N-metil-N-(2º-dimetilamino-etil)amino]-3-fenilindol.

5 Han probado ser prometedoras los compuestos obtenidos según la invención, a saber derivados de 1-amino-3-fenil-indol y de 1-amino-benzotriazol, en los cuales el grupo amino está substituído ya sea con un grupo acilo como por ejemplo un grupo acetilo propionilo o benzoilo o también con dos  
10 grupos alquilo inferior. La acción antialcrobiana de estas sustancias es intensificada aún más cuando en este caso el grupo acilo o respectivamente uno o dos grupos alquilo, por su parte, contienen además un grupo aminoterciario y cuando  
15 la estructura heterocíclica (así como eventualmente también el grupo fenilo de 1-amino-3-fenil-indol) está substituído además con halógeno con grupo alquilo hasta de 16 átomos de carbono o grupos cicloalquilo.

El procedimiento según la invención para preparar estos compuestos radica en que una hidracina correspondiente en  
20 donde una de las dos posiciones disponibles del átomo de nitrógeno que no pertenece a la estructura heterocíclica está ocupada con un átomo de hidrógeno y la otra con un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, se hace reaccionar con un compuesto orgánico de la fórmula X-Y, en donde X representa el  
25 grupo orgánico que debe ser introducido en el grupo amino y que contiene por lo menos dos átomos de carbono que no pertenecen a un anillo de benceno y Y denota un radical disociable bajo las condiciones de la condensación, en combinación con un átomo de hidrógeno del grupo amino, preferiblemente  
30 un átomo de cloro o bromo o un grupo alcoxi inferior como

por ejemplo  $\text{CH}_3\text{O}$  o  $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$ .

Como ya hemos indicado, entran en consideración como grupos orgánicos X especialmente los radicales acilo (por ejemplo también los radicales benzilo o sustituidos en núcleo) o grupos alquilo inferiores o grupos aralquilo, los cuales por su parte pueden estar sustituidos otra vez, por ejemplo con halógeno, grupos hidroxil (eventualmente heterificadas), grupos carboxil (eventualmente esterificadas), grupos amino primarios, secundarios o terciarios (también heterocíclicos), o grupos nitrosilano, tiociano, cianato, tiocianato o isotiocianato. Un grupo amino puede introducirse en el grupo orgánico X también en forma posterior por reemplazo de un átomo de halógeno presente en este grupo, un grupo OH fenólico o similar.

También es posible sustituir la estructura heterocíclica de la hidrazina utilizada como sustancia de partida con halógeno, grupos alquilo o alcoxi inferiores, grupos fenilo (eventualmente sustituidos) y similares.

Luego es posible convertir los productos en sales, haciéndolos reaccionar con un ácido inorgánico u orgánico, por ejemplo también un ácido sulfónico, sustituido orgánicamente o que según el carácter del sustituyente del producto también se puede hacer reaccionar con una base cuando el producto no se ha aislado ya durante la preparación y conversión en forma de sal. También en sales de amonio cuaternarias es posible convertir los productos de acuerdo con los métodos por demás conocidos.

#### Ejemplo 1

Clorhidrato de 1-[bis-(2'-diethylaminoetil)]-amino-3-fenil-indol.

Una suspensión de 20.8 g (0.1 mol) de 1-amino-3-fenilindol, en 200 ml. de tolueno, se recibe, mientras se revuelve, una adición en gotas de 23.4g. de anhídrido de sodio al 50% en tolueno (0.3 moles). Con aumentos de la temperatura hasta 5 40°C, aproximadamente, la mezcla adquiere aquí, un tinte de color café claro. A continuación se añade una solución de 30 g (0.22 moles) de dietilaminoetilcarburo en 250 ml. de tolueno, nuevamente en gotas, y a continuación se calienta la mezcla de reacción durante 3 horas a la temperatura de flujo. Durante ello la mezcla inicialmente oscura, adquiere nuevamente un color amarillo claro. 10

Después de enfriar se extrae el producto de reacción, 3 veces, cada vez con 150 ml. de ácido acético 2-n; la fase acuosa se lava una vez con éter, se alcaliniza con una solución de carbonato de sodio 2-n y se extrae con éter. Los extractos de éteres reunidos se secan y se concentran. El aceite resultante se aplica sobre una columna de 300 ml. de Alex Waeln, con benceno, y se eluye. El producto así purificado (31 g de aceite de color café claro) se introduce en 15 éter anhidro y se mezcla, bajo revuivimiento con el ácido clorhídrico etéreo hasta que ya no precipite ninguna cantidad de clorhidrato. Se filtra el precipitado, se lava con éter y se seca. Rendimiento: 26.0 g (55% de la teoría), punto de fusión 233 a 235°C. 20

25  $C_{26}H_{38}N_4 \cdot 2 \cdot HCl$  (479.55)  
calculada: C 65.12 H 8.41 N 11.68 Cl 14.78  
encontrado: C 65.14 H 8.39 N 11.67 Cl 14.53

Ejemplo 2

30 Clorhidrato de 1-[N-metil-N-(3'-dimetilamino)-propil]-amino-3-fenil-indol.

A una solución de 11.1g (0.05 moles de 1-metilamino-3-fenilindol en 150 ml. de tolueno anhidro se introduce, bajo revolviendo vigoroso, una suspensión de 5.4 g. de óxido de sodio al 50 en tolueno y a continuación una solución de 6.5 g. (0.5 moles) de 3-metilaminopropilcloruro en 50 ml. de tolueno, en gotas, y después por 3 horas se calienta a la temperatura de reflujo. La mezcla de reacción enfriada se extrae tres veces, cada vez con 150 ml. de ácido acético 2n. Los extractos del ácido acético se alcalinizan con el amoníaco. El producto crudo que en parte se precipita como aceite, se disuelven en éter acético; la solución se lava con agua, se seca y se concentra. El aceite obtenido se purifica cromatográficamente a través de una columna corta de Alax Akt. 11 y se introduce en éter. El clorhidrato que se precipita de la solución etérea por la adición de éter/HCl, se filtra y se seca. Punto de fusión 183-185°C. Rendimiento alrededor de 80% de la teoría.



Calculada en átomos:  $C_{20}H_{24}N_3 - 10.31\%$  de Cl

Encontrados:  $C_{19.6}H_{25.7}N_3 - 11.15\%$  de Cl

El 1-metilamino-3-fenilindol utilizado en este ejemplo como material de partida, puede ser preparado de la siguiente manera:

Una cantidad de 25 g. (0.1 mol) de 1-acetilamino-3-fenilindol (que puede obtenerse en buen rendimiento de 1-4-dihidro-4-fenilindolina. En ácido acético al 5%) así como 48 g. (0.2 moles) de metiléster de ácido p-toluen sulfónico y 12.8 g. (0.2 moles) de hidróxido de potasio finamente pulverizado, se suspende en 150 ml. de tolueno y se calienta por 4 horas a la temperatura de reflujo. Después de enfriar se vacía el

metriol en agua. Se separa la fase orgánica, se seco sobre sulfato de sodio y se concentra, obteniéndose 31 g de aceite crudo. El 1-(n-metil-N-acetil-amino)-3-fenil-indol purificado a través de una columna de Alox Act. II, con benceno, se disuelve ahora en 610 ml. de etanol y 210 ml. de ácido clorhídrico y se calienta por dos horas a la temperatura de reflujo. A continuación se vacía sobre hielo y se alcaliniza con amoníaco, obteniéndose el producto como un precipitado cristalino blanco. La filtración, el secado y la recristalización de etanol/agua conduce a 1-metilamino-3-fenil-indol con un punto de fusión de 60-62°C (rendimiento 60% con respecto a la dihidrofenilcinolino).

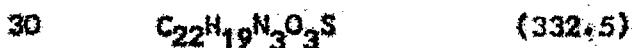


Encontrado en átomos:  $C_{15}H_{13.9}N_2$

15 Ejemplo 3

1-(p-acetaminobencensulfonilamino)-3-fenil-indol.

A una solución de 15.6 g (0.075 moles) de 1-amino-3-fenilindol en 100 ml. de piridina, se agregan, bajo revolvimiento, en porciones, 11.7 g (0.05 moles) de p-acetamino-bencensulfonilcloruro, calentándose la mezcla a 45°C. Después se calienta a unos 60°C y se revuelve por 3 horas a esta temperatura. A continuación se concentra por evaporación al vacío la solución roja y el residuo aceitoso tenaz se introduce en una mezcla de benceno y cloroformo (1:1) y se purifica cromatográficamente en una columna de 300 ml. de Alox Woelm Act. neutral II. El producto aceitoso resultante se cristaliza en un poco de etanol y se recristaliza de etanol/agua. Punto de fusión 190-193°C. Rendimiento 16.5 (55% de la teoría).



Encontrado en átomos:  $C_{21.8}H_{18.7}N_3$

El 1-(p-aminobencenosulfonilamino)-3-fenilindol, obtenido de este material por entacettilación funde a 176-177°C.

Ejemplo 4

5

1-(3'-dimetilaminopropionilamino)-3-fenilindol

A una solución de 5 g (0.025 moles) de 1-amino-3-fenilindol en 80 ml. de tetrahidrofurano anhidro, y bajo revolvimiento, se introducen 4.75 g. (0.028 moles) de cloruro de ácido beta-bromopropiónico en 10 ml. de tolueno y también en 10 gotas 2.55 g (0.025 moles) de trietilamina en 10 ml. de tolueno, atendiéndose la temperatura a unos 55°C. Luego se revuelve por una hora a la temperatura ambiente y por una a 60°C. Después se retira el clorhidrato de dietilamina precipitado por filtración, se evapora por completo la solución de color café claro en un evaporador de rotación y se recristaliza el residuo de etanol. El 1-(3'-bromo-propionilamino)-3-fenilindol obtenido en un rendimiento de 6.3 g (77% de la teoría) como producto intermedia funde a 185-186°C.

Una cantidad de 5 g (0.015 moles) de este producto intermedio se suspende en 50 ml. de dicloroetano anhidro y se mezcla con una mezcla de 10ml. de tetrahidrofurano enfriado y 1.8 g. (0.04 moles) de dietilamina. Toda la mezcla de reacción se guarda ahora en un autoclave de vidrio por 16 horas a 40°C, bajo agitación. Después se retira el bromhidrato se para, y por evaporación de la solución y recristalización del residuo a partir de etanol, se obtienen 3.85 g (86% de la teoría) del producto que tiene un punto de fusión de 137-138°C.

$C_{19}H_{21}N_3O$  (307.4)  
30 Calculados: C 74.23 H 6.89 N 13.67

Encontrados: C 74.13      H 6.84      N 13.63

Ejemplo 5

1-(3'-diacetilaminopropionil-salino)-5-metil-benzotriazol-ciclohexilaminosulfonato

5            A una solución de 14.8 g (0.1 mol) de 1-amino-5-metil-benzotriazol en 200 ml. de benceno anhidro, en una atmósfera de nitrógeno y bajo agitación se agrega en el transcurso de 30 minutos una solución de 18.9 g (0.11 moles de betabromo-propionilcloruro en 25 ml. de benceno anhidro y al mismo tiempo se añade una solución de 10.1 g (0.10 moles) de trietilamina, de tal manera que siempre haya un dominio del cloruro ácido. Durante ello la temperatura de la mezcla sobre a poco más de 40°C. se continúa la agitación por una hora, se agita por otra hora a 50°C y una vez más por dos horas se revuelve a la temperatura ambiente.

10

15

A continuación se separa la fase orgánica del precipitado lubricante y se lava con agua. El precipitado se introduce en cloroformo y también se lava con agua. Las fases orgánicas, secadas sobre el sulfato de sodio, se reúnen y se concentran por completo, obteniéndose como residuo 24 g del producto intermedio, 1-(beta-bromopropionilamino)-5-metil-benzotriazol en forma de una resina espumosa.

20

Este material se disuelve sin mayor purificación en 150 ml. de dioxano anhidro y se mezcla la temperatura ambiente, en el transcurso de 45 minutos, en gotas, con una solución de 7.5 g. (0.187 moles) de diacetilamina en 50 ml. de dioxano anhidro, por lo cual la temperatura interna sube nuevamente hasta poco más de 90°C. Después se revuelve por dos horas a 50°C y finalmente se revuelve por 2 horas y medio a la temperatura ambiente. Después de filtrar el bromhidrato de dimetil

25

30

lamina, separado y concentración del filtrado, se obtienen 26 g. de una resina tenaz que es filtrada en cloroformo por una columna de 250 ml. de Alox Tbelm Act. II. El filtrado produce después de evaporar 20 g de una acasta tenaz, de color café claro. A partir de su solución en alcohol/éter se obtiene por precipitado con el ácido ciclohexilamina sulfónico de sal con un punto de fusión de 133 a 136°C.

	$C_{12}H_{17}N_5O$	$\cdot$	$C_6H_{13}NSO_3$	(426.6)
Calculados:	O 15.0		S 7.52	
10 Encontrados:	O 14.8		S 7.48	
Encontrado en átomos:	C 18.1		H 29.9	N 6.00

El mismo producto puede obtenerse también de la siguiente manera: 0.74 g. (5 milimoles) de 1-amino-5-metilbenzotriazol se disuelven en 15 ml. de benceno anhidro, luego se agregan 0.3 g. (5.5 milimoles) de metilato de sodio y a continuación 0.66 g. (5 milimoles de metiléster de ácido 3-dimetilaminopropiónico. Después de calentar por tres horas a la temperatura de reflujo se agregan todavía 0.2 g. de metilato de sodio y se sigue hirviendo por 4 horas el reflujo. A continuación se sacude la muestra de reacción con 5 ml. de ácido clorhídrico al 10%, se alcaliniza la fase acuosa y se extrae con cloroformo. El extracto de cloroformo se seca sobre sulfato de sodio y se concentra por evaporación. El residuo acastoso así obtenido (0.88 g) se disuelve en etanol y se mezcla con una solución alcohólica de 0.57 g. (3.2 milimoles) de ácido ciclohexilaminasulfónico. La sal así obtenida muestra después de recristalizar de etanol un punto de fusión de 136-138°C, y no produce ninguna depresión del punto de fusión mixta con el producto que se obtuvo de acuerdo con el procedimiento indicado anteriormente. El clorhidrato

de la misma base se puede obtener concentrándose por evaporación el aluato de cloroformo de la cromatografía en columna, disolviendo el residuo en éter y tratando el material con una solución etérea de HCl. La sal así precipitada (punto de fusión alrededor de 170°C) muestra después de recrystallizar de cloroformo/éster acético un punto de fusión de 163-166°C.

	$C_{12}H_{17}N_5O$	(283.8)
Calculada:	C 12.49	
10 Encontrada:	C 12.24	

Ejemplo 6

1-dietilamino-acetilamino-benzotriazol.

Procedimiento de la misma manera como en el ejemplo, 5, se deja reaccionar el 1-amino-benzotriazol con bromoacetil-cloruro y el derivado crudo de bromoaceto que se obtiene en un rendimiento de 75% de la teoría, se deja reaccionar después con dietilamina. El producto de reacción crudo se purifica cromatográficamente como en el ejemplo 5. La base libre recrystallizada de benceno, funde a 115 a 116°C. Con el ácido clorhídrico etéreo y mediante una recrystallización de etanol se obtiene de este material el clorhidrato con punto de fusión de 185-188°C.

	$C_{12}H_{17}N_5O \cdot HCl$	(283.8)			
Calculada:	C 50.79	H 6.39	N 24.69	O 5.64	Cl 12.49
25 Encontrada:	C 50.76	H 6.66	N 25.53	O 5.27	Cl 13.13

Ejemplo 7

1-bis-(2'-dietilaminoetil)-amino-benzotriazol-

A una suspensión de 9.6 g. (0.072 moles) 1-aminobenzotriazol en 150 ml. de tolueno anhidro se agregan 17.5 g. de una suspensión al 50% de amida de sodio en tolueno, y luego

se agrega a la temperatura ambiente una cantidad de 21.6 g. (0.161 moles) de cloruro de dietilaminoetilo. A continuación se calienta por tres horas a la temperatura de reflujo y se obtiene en primera instancia un precipitado sólido pero que se disuelve después.

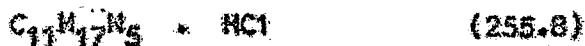
La mezcla de reacción empacada se extrae 3 veces, cada vez con 150 ml. de ácido acético 2n. Las fases acuosas reunidas se re-extraen dos veces, cada vez con 50 ml. de éter, luego se mezcla con un exceso de amoníaco y de nuevo cuenta se extrae con éter. A partir del extracto se obtienen después de evaporar, 24.3 g. de aceite, que después de una purificación cromatográfica análogamente al ejemplo, 5, evaporación y destilación produce 18.3 g. de producto con punto de ebullición de 140-145°C / 0.001 mm. de Hg;  $n_D^{20}$  1.5172. Rendimiento 77% de la teoría.



Encontrado en átomos:  $C_{18.05}H_{32.1}N_{6.00}$

clorhidrato de 1-[N-metil-N-(2'-dimetilamino)-metil]-amino-benzotriazol.

En analogía al ejemplo 7, se obtiene a partir de 1-metilamino-benzotriazol y del cloruro de dietilaminoetilo en un rendimiento de 77% de la teoría, la base libre como aceite con un punto de ebullición de 102 a 105°C / 0.01 mm. de Hg;  $n_D^{20}$  1,5403. El corhidrato obtenido con HCl/éter funde a 187-190°C.



Calculado: C 13.86

Encontrado: C 14.10

Encontrado en átomos:  $C_{11.3}H_{18}N_{5.00}$

Otros ejemplos de compuestos que se obtienen según el

procedimiento de la invención son:

- 1-(3'-carboxipropionilamino)-3-fenil-Indol P.de F. 189-1909C
- 1-(alfa-clorofenilacetilamino)-3-fenilindol P.de F. 169-1709C
- 1-(p-nitrobenzoinamino)-3-fenil-5-cloro-  
5 Indol. P.de F. 233-2419C
- 1-(o-clor-p-nitrobenzoinamino)-3-fenil-  
Indol. P.de F. 187-1899C
- 1-(o-clor-p-aminobenzoinamino)-3-fenil-  
Indol. P.de F. 189-1909C
- 10 1-(3'-dimetilaminopropionilamino)-benzotriazol-ciclohexil sulfonato-hemihidrato P.de F. 101-1039C
- 1-[N-metil-N-(2'-dimetilaminoetil)-amino]  
3-fenil-Indol-hidrocioruro P.de F. 188-1909C
- El derivado análogo de 2'-diethylaminoetil)  
15 (clorhidrato) P.de F. 140-1439C
- Clorhidrato de 1-[N-metil-N-(3'-dimetilaminopropil)-amino]-  
3-fenil-5-cloro-Indol P.de F. 184-1869C
- 1-[N-metil-N-(2'-dimetilaminoetil)-amino]  
3-fenil-5-etil-Indol P.de E.165-1709C/  
0.01
- 20 1-[N-metil-N-(2'-dimetilaminoetil)-amino]  
3-4(4'-metoxifenil)-Indol P.de E.215-2209C/  
0.01
- Clorhidrato de 1-[N-metil-N-(3'-dimetilamino-propil)-  
25 amino]-3-p-tolil-5-cloro-Indol. P.de F. 205-2079C
- 1-[N-metil-N-(3'-dimetilaminopropil)-amino]  
3(p-clorfenilo)-5-cloro-Indol-clorhidrato P.de F.209-2109C
- 1-[N-metil-N-(2'-diethylaminoetil)-amino]  
3-fenil-5-cloro-Indol-clorhidrato. P.de F. 117-1189C
- 30 Clorhidrato de 1-[N-metil-N-(3'-dimetil-

	aminopropil)-3-fenil-5-brom-indol.	P.de F. 152-156°C
	1-[N-metil-N-(2'-diethylaminoetil)-amino] benzotriazol	P.de E. 113-115°C C/O.01
5	Clorhidrato de 1-[N-metil-N-(3'-dimetilaminopropil)- amino]-benzotriazol.	P.de F. 135-138°C
	Clorhidrato de 1-[N-metil-N-(2'-dimetilaminoetil)- amino]-5-metil-benzotriazol.	P.de F. 189-191°C
10	Clorhidrato de [N-metil-N-(3'-dimetilami- noetil)-amino]-5-metil-benzotriazol.	P.de F. 202-205°C.
	Metoyoduro de 1-[bis-(2'-diethylaminoetil)] Amino 3-fenil-indol-df.	(amorfo)
	Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(3'-dimetil- aminopropil)]-amino-3-fenil-5-cloro-	
15	Indol	P.de F. 257°C
	Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(2'-dimetil- aminoetil)]-amino-3-fenil-5-fluor-indol	P.de F. 240°C
	Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(2'-diethyl- aminoetil)]-amino-3-fenil-5-bromo-Indol	P.de F. 90-95°C
20	Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(2'-dimetil- aminoetil)]-amino-3-fenil-5-metil-Indol	P.de F. 245-247°C
	Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(2'-dimetil- aminoetil)]-amino-3-(p-clorofenil)-5-cloro Indol	P.de F. 246-250°C
25	Hexahidrato de 1-[bis-(2'-diethylamino- etil)]-amino-3-(p-clorofenil)-5-cloro- Indol-dihidroclorhidrato	P.de F. 245°C
	Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(3'-dimetil- aminopropil)]-amino-3-(p-clorofenil)-5- 30 cloro-Indol	P.de F. 278-279°C

Dihidroclorhidrato 1-[bis-(2'-dimetil-aminacetil)]-3-(p-clorofenil)-5-fluor-Indol P.de F. 270-271°C

5 Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(2'-dietil-aminacetil)]-3-(p-clorofenil)-5-fluor-Indol P.de F. 50°C

Dihidroclorhidrato de 1-[bis-(3'-dimetilamino-propil)]-3-(p-clorofenil)-5-fluor-Indol P.de F. 275°C

Ciclohexilsulfonato de 1-[bis-(2'-dimetil-aminacetil)]-amino-benzotriazol-DI. P.de F. 85-87°C  
(dascomp.)

10

Ciclohexilsulfonato de 1-[bis-(3'-dimetil-aminopropil)]-amino-benzotriazol-DI. P.de F. 136-138°C  
(dascomp.)

NOVEDAD DE LA INVENCION

15

NOTA

Se reivindican como propios y nuevos, para que sean objeto de una Patente de Invención en España, por veinte años, reivindicándose prioridad de la Patente Suiza depositada el 29 de Marzo de 1974, bajo el nº 4399/74, los puntos siguientes:

20

1.- Procedimiento para preparar nuevas hidracinas, en donde un átomo de nitrógeno forma un miembro del anillo de 5 - miembros de un [4.3.0] heterobicielo y el otro está substituído al menos con un grupo orgánico que contiene por lo menos  
25 dos átomos de carbono que no pertenecen a un anillo de benceno, caracterizado porque una hidrazina correspondiente, en donde uno de las dos posiciones disponibles del átomo de nitrógeno que no pertenece a la estructura de heterocíclica está ocupada con un átomo de hidrógeno y la otra con un átomo de  
30 hidrógeno o un grupo metilo, se hace reaccionar con un com-

compuesto orgánico de la fórmula X - Y, en la cual X representa el grupo orgánico que se debe introducir en el grupo amino y que cuenta por lo menos con dos átomos de carbono que no pertenecen a un anillo de benceno, y Y representa un radical que bajo las condiciones de la condensación se disocia junto con un átomo de hidrógeno del grupo amino.

2.- Procedimiento para preparar nuevas hidracinas, según la cláusula 1, caracterizado porque como hidracina de partida se utiliza un 1-amino-3-fenil-indol, un 1-metilamino-3-fenil-indol o un 1-amino-benzotriazol, que pueda tener otros substituyentes.

3.- Procedimiento para preparar nuevas hidracinas según la cláusula 1, caracterizado porque como según de substancias de partida se utiliza un alquilhaluro o haluro de ácido carbónico, substituido básicamente.

#### 4.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR NUEVAS HIDRACINAS.

Todo conforme se describe en la Memoria que antecede, se ilustra como ejemplo de ejecución en los planos unidos a ella y se reivindica en su NOTA.

Esta Memoria consta de dieciséis hojas foliadas, escritas a máquina por una sola cara y planos que la acompañan:

Madrid, 24 de Marzo de 1975

SIEGFRIED AKTIENGESELLSCHAFT

P.A.