

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

97 154

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.04.76 (P. 188727)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 14.02.77

Opis patentowy opublikowano: 29.11.1980

MKP
C07d 51/42

Int. Cl.².
C07D 239/48

Twórcy wynalazku: Stefan Marcinkiewicz, Danuta Osowska, Jerzy Ryńca

Uprawniony z patentu: Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego – Akademia Rolnicza,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania nowych związków kompleksowych 2,4-dwuamino-5-arylometylopirymidyn

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowych związków kompleksowych o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R_1 , R_2 , R_3 oznaczają grupy metoksyłowe lub atomy wodoru. Związki te nie są prostymi solami i nie mogą być otrzymane za pomocą reakcji podwójnej wymiany między solami kwasu 2-metylo-1,4-dwuokso-1,2,3,4-czterohydro-naftaleno-2-sulfonowego i solami kwasów nieorganicznych z 2,4-dwuamino-5-arylopirymidynami.

Związki będące przedmiotem wynalazku nie były dotychczas opisane w literaturze chemicznej, a tym samym sposób ich otrzymywania jest nowy. Wykazują one bardzo silne działanie bakteriobójcze, a w połączeniu z sulfonamidami wykazują również silne działanie kokcydiostatyczne.

Według wynalazku nowe związki o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku wytwarza się w następujący sposób:

Roztwór wodny soli sodowej lub potasowej kwasu 2-metylo-1,4-dwuokso-1,2,3,4-czterohydro-naftaleno-2-sulfonowego dodaje się do roztworu 2,4-dwuamino-5-arylometylopirymidyny w rozcieńczonym kwasie octowym. Po 1–4 godzinach z mieszaniny reakcyjnej wykrystalizowuje się część produktu będącego związkiem o wzorze przedstawionym na rysunku, który wyizolowuje się przez odsączenie lub odwirowanie. Wydajność tego procesu wynosi około 60%. Większą wydajność (ponad 90%) otrzymuje się przez prowadzenie wyżej opisanego procesu metodą cykliczną, w której do przyrządzania roztworów reagentów używa się zamiast wody przesącz z poprzedniego cyklu produkcyjnego.

Charakter chemiczny wiązań występujących w produktach otrzymanych według wynalazku nie jest znany. Związki te są trudno rozpuszczalne w wodzie i w rozpuszczalnikach organicznych, natomiast rozpuszczają się w rozcieńczonych kwasach organicznych. Roztwory wodorotlenków metali alkalicznych powodują nieodwracalne zesmolenie się tych produktów.

Sposób według wynalazku jest bliżej przedstawiony w przykładach wykonania.

Przykład I. 6 gramów 2,4-dwuamino-5-/3',4',5'-trójmetoksybenzylo/-pirymidyny rozpuszcza się w 80 ml 25% kwasu octowego i otrzymany roztwór dodaje się przy mieszaniu do roztworu 7 gramów soli

sodowej kwasu 2-metylo-1,4-dwuokso-1,2,3,4-czterohydro-2-sulfonowego w 20 ml wody. Całość miesza się przez 2 godziny w temperaturze 10–30°C, po czym odsąca się produkt będący związkiem kompleksowym o wzorze przedstawionym na rysunku, w którym $R_1 = R_2 = R_3 = \text{OCH}_3$. Surowy produkt przemywa się dwukrotnie 20 ml wody i 20 ml bezwodnego etanolu i suszy się w temperaturze 50°C. W drugim cyklu produkcyjnym 6 gramów 2,4-dwuamino-5-/3',4',5'-trójmetoksybenzylo/-pirymidyny rozpuszcza się w 80 ml przesączu z pierwszego cyklu produkcyjnego i otrzymany roztwór dodaje się przy mieszaniu do roztworu 7 gramów soli sodowej kwasu 2-metylo-1,4-dwuokso-1,2,3,4-czterohydro-2-sulfonowego w 20 ml przesączu z pierwszego cyklu produkcyjnego. Całość miesza się przez dwie godziny w temperaturze 10–30°C, po czym odsąca się produkt. W następnych cyklach produkcyjnych postępuje się tak jak w drugim cyklu. Postępując w ten sposób przesącz może być używany w 8 cyklach produkcyjnych. Wydajność pierwszego cyklu wynosi 59%, a wydajność następnych cykli 92–94% wydajności teoretycznej. Temperatura topnienia produktu wynosi 161–162°C (z rozkładem).

Przykład II. Postępując tak jak w przykładzie I, lecz używając 2,4-dwuamino-5-/4',5'-dwumetoksybenzylo/-pirymidynę zamiast 2,4-dwuamino-5-/3',4',5'-trójmetoksybenzylo/-pirymidyny otrzymuje się produkt o wzorze przedstawionym na rysunku, w którym $R_1 = R_2 = \text{OCH}_3$, a $R_3 = \text{H}$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowych związków kompleksowych 2,4-dwuamino-5-arylometylopirymidyn o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R_1 , R_2 i R_3 oznaczają grupę metoksyłową lub atom wodoru, z n a m i e n n y t y m, że miesza się roztwór wodny soli sodowej lub potasowej kwasu 2-metylo-1,4-dwuokso-1,2,3,4-czterohydro-naftaleno-sulfonowego z roztworem 2,4-dwuamino-5-arylometylopirymidyny w 20–30% kwasie octowym w temperaturze 10–30°C w czasie 1–4 godzin, a otrzymany produkt wyizolowuje się przez odsączenie lub odwirowanie.

