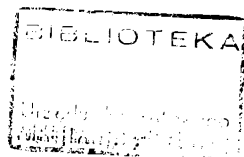


30 maja 1932 r.

CO7d 33/38

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15929.

Kl. 12 p 1.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób otrzymywania zasadowych eterów arylochinolin.

Zgłoszono 29 kwietnia 1930 r.

Udzielono 14 marca 1932 r.

Pierwszeństwo: 16 maja 1929 r. (Szwajcaria).

Wykryto, że można otrzymać zasadowe etery arylochinolin i ich produkty podstawienia, działając najkorzystniej w obecności środków wiążących kwasy albo środkiem aminoalkylującym na oksyarylochinoliny lub ich produkty podstawienia, albo aminoalkoholami na chlorowcoarylochinoliny lub ich produkty podstawienia albo też aminami na chlorowcoalkoksyarylochinoliny lub ich produkty podstawienia, albo wreszcie przeprowadzając zapomocą zamknięcia pierścienia zasadowe etery aromatycznych związków w etery zasadowe arylochinolin.

Reakcję zamykania pierścienia przeprowadza się, na przykład, zadając zasadowy eter aromatycznej aminy aldehydem lub

kwasem pyrowinowym, albo benzoyloacetanem.

Otrzymane zasady tworzą z kwasami rozpuszczalne w wodzie sole. Winny one znaleźć zastosowanie w lecznictwie.

Przykład I. 1 cz. 2-fenyl-7-oksy-chinoliny, 1,5 cz. chlorowodoru chloroetylodwuetiloaminowego, 3 cz. węgla potasowego i 30 cz. acetonu gotuje się w ciągu kilku godzin. Z przesączu oddestylowuje się aceton, a pozostałość rozpuszcza się w eterze, wyklóca ługiem rozcieńczonym, poczem roztwór się suszy i odpędza eter. 2-fenyl-7-dwuetiloaminoetoksy-chinolina pozostaje jako ciężki olej. Jest ona trudnorozpuszczalna w wodzie, jednak łatworozpuszczalna w

rozpuszczalnikach organicznych, jak również w kwasach. Jej dwuchlorowodorek tworzy jasnożółty proszek krystaliczny o punkcie topliwości 230° — 231°C.

Taką samą zasadę można otrzymać, zadając na ciepło 2-fenylo-7-bromoetoksychinolinę dwuetyloaminą. 2-fenylo-7-bromoetoksychinolinę otrzymuje się zapomocą gotowania 2-fenylo-7-oksy-chinoliny z bromkiem etylenowym w alkoholowym roztworze w obecności alkaliów. Tworzy ona żółtawy proszek krystaliczny o punkcie topliwości 112° — 113°C.

Przykład II. 1 cz. sodu rozpuszcza się w 30 cz. dwuetyloaminoetanolu i ogrzewa z 8 cz. 2-chloro-3-fenylochinoliny (p. topl. 54—55°C, otrzymanej z 3-fenylo-karbostyrylu zapomocą gotowania z tlenochlorkiem fosforu), przez pewien czas na kąpieli olejowej, poczem rozpuszcza w eterze, odsącza utworzoną sól kuchenną, odpędza rozpuszczalnik, jak również nadmiar dwuetyloaminoetanolu. Pozostaje 2-dwuetyloaminoetoksy-3-fenylochinolina jako jasnożółty olej, łatworozpuszczalny w organicznych rozpuszczalnikach, jak również i w kwasach, a trudnorozpuszczalny w wodzie. Jej jednochlorowodorek topi się w temperaturze 150—151°C.

Przykład III. 2,5 cz. 2-(*p*-oksyfenylo)-chinoliny, 2,4 cz. chlorowodoru chloroetylodwuetyloaminy, 1 cz. wodorotlenku sodowego miesza się w roztworze wodnym kilka godzin w temperaturze nieznacznie podwyższonej. Wydzieloną zasadę rozpuszcza się w eterze i przemywa wodą. Po odpędzeniu eteru pozostaje 2-(*p*-dwuetyloaminoetoksy-fenylo)-chinolina jako prawie bezbarwny olej, w wodzie trudnorozpuszczalny, w organicznych rozpuszczalnikach, jak również w kwasach łatworozpuszczalny. Jej jednochlorowodorek tworzy bezbarwny proszek krystaliczny o punkcie topliwości 209° — 210°C.

Przykład IV. 2 cz. chlorowodoru *p*-piperydyloetoksyaniliny (otrzymanej zapo-

mocą zmydlenia eteru piperydylowego *p*-acetoaminofenolu), 1 cz. benzaldehydu i 30 cz. alkoholu ogrzewa się do wrzenia. Do wrzącego roztworu wkrapla się roztwór 1 cz. kwasu pyrowinowego w 10 cz. alkoholu. Mieszaninę gotuje się w ciągu kilku godzin, poczem oddestylowuje alkohol i zadaje wodą. Wydziela się szybko trudnorozpuszczalny, zawierający wodę chlorowodorek kwasu 2-fenylo-6-piperydyloetoksy-4-chinolinokarbonowego w postaci kanarkowożółtych igiełek. Przez ogrzewanie w próżni traci on wodę krystaliczną i wtedy staje się bezbarwny.

W celu otrzymania wolnego amino-kwasu, chlorowodorek rozpuszcza się w wodzie i zobojętnia ostrożnie ługiem. Wydzielony kwas tworzy bezbarwne kryształy, które po przekrystalizowaniu z alkoholu topnieją w temperaturze 220° — 221°C. Jest on trudniej rozpuszczalny w wodzie, w wodnych alkaliach łatwo się rozpuszcza.

W podobny sposób można otrzymać, na przykład następujące związki: 1) 2-fenylo-6-dwuetyloaminoetoksy-chinolinę, jasnożółty olej, punkt topliwości dwuchlorowodoru 211—212°C, 2) 4-fenylo-7-dwuetyloaminoetoksy-chinaldynę, bezbarwny olej, punkt topliwości bezbarwnego dwuchlorowodoru 250° — 251°C; 3) 4-fenylo-7-dwucykloheksylo-aminoetoksy-chinaldynę, bezbarwne kryształy o punkcie topliwości 104° — 105°C, bezbarwny dwuchlorowodorek rozkłada się w temperaturze 110°C, 4) 2,4-dwu (dwuetyloaminoetoksy) -3-fenylochinolinę, żółtawy olej o punkcie wrzenia 208° — 210°C przy 4 mm ciśnienia.

Użyta do ostatniego przykładu 2,4-dwuchloro-3-fenylochinolinę otrzymuje się zapomocą gotowania 2,4-dwu-oksy-3-fenylochinoliny z tlenochlorkiem fosforowym. Topi się ona w temperaturze 94°C.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania zasadowych ete-

rów arylochinolin i ich produktów podstawienia, znamienny tem, że albo środkiem aminoalkylującym działa się, najkorzystniej w obecności środka wiążącego kwasy, na oksyarylochinoliny lub ich produkty podstawienia, albo aminoalkoholami na chlorowcoarylochinoliny lub ich produkty podstawienia, albo też aminami na chlorowcoalkoksy-arylochinoliny lub ich produkty

podstawienia, albo wreszcie zasadowe etery aromatycznych związków przeprowadza się zapomocą zamknięcia pierścienia w zasadowe etery arylochinolin.

Gesellschaft für Chemische
Industrie in Basel.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.