

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

SLUŻBOWY
67025

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12p,10/10

Zgłoszono: 15.XII.1969 (P 137 550)

Pierwszeństwo:

MKP C07d 57/38

Opublikowano: 31.I.1973

UKD

Twórca wynalazku: Janusz Sak

Właściciel patentu: Chemiczna Spółdzielnia Pracy „Permedia”, Lublin (Polska)

Sposób wytwarzania 6-merkaptopuryny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 6-merkaptopuryny z hypoksantyny (6-hydroksypuryny) i pięciosiarczku fosforu.

Według dotychczas znanych metod syntezę 6-merkaptopuryny z hypoksantyny i pięciosiarczku fosforu przeprowadzano w obecności tetrahydronaftalenu (tetralenu). Metody te podano w opisach patentowych: brytyjskim nr 713.286 i St. Zjedn. Am. nr 2.691.654.

Wadą tych metod jest to, że syntezę 6-merkaptopuryny z hypoksantyny i pięciosiarczku fosforu trzeba prowadzić w temperaturze bliskiej wrzenia tetralenu, co stwarza niepożądane duże stężenie szkodliwych dla zdrowia par tetrahydronaftalenu w otoczeniu. Szczególnie z tego powodu utrudniony jest proces, gdy operuje się dużymi ilościami reagentów. Stwierdzono, że można w znacznym stopniu uniknąć powyższych skutków, jeżeli jako środowisko reakcji zamiast tetrahydro-naftalenu zastosować olej parafinowy.

Różnica w sposobie wytwarzania 6-merkaptopuryny z hypoksantyny i pięciosiarczku fosforu polega na tym, że według znanych metod reakcja przebiega w środowisku substancji polarnych takich jak np. tetralen, natomiast reakcja według niniejszego wynalazku przebiega w środowisku substancji niepolarniej. Zmiana środowiska reakcji powoduje, że przebiega ona w fazie stałej, a nie jak w dotychczasowych metodach w fazie ciekłej.

Sposobem według wynalazku proces syntezy 6-merkaptopuryny z hypoksantyny i pięciosiarczku fosforu

2

prowadzi się w środowisku oleju parafinowego w temperaturze 195—205°C.

Przykład. Do kolby szklanej trójszyjnej, zaopatrzonej w mieszałko mechaniczne, chłodnicę powietrzną i termometr wlało 300 ml oleju parafinowego.

Całość umieszczono na łaźni olejowej, włączono mieszałko i ogrzewano. Podczas ogrzewania wsypało do oleju parafinowego 100 g pięciosiarczku fosforu i 20 g hypoksantyny, a po osiągnięciu temperatury 195—205°C utrzymywano ją przez 8 godzin. Następnie wyłączono ogrzewanie i po częściowym oziębieniu odsączono osad na lejku Büchnera i przemyto go trójchloroetylenem. Przemyty osad rozpuszczono w 2 l wrzącej wody i oddzielono od zanieczyszczeń.

Przesąc na gorąco częściowo zubożniono (do pH 4—5) i odstawiono do oziębienia. Z odstawionego roztworu wykrystalizowała 6-merkaptopuryna. Surowy produkt oczyszczono przez dwukrotną krystalizację z wody z dodatkiem węgla odfarwiającego. Otrzymano 7 g 6-merkaptopuryny, co daje 32% wydajności teoretycznej. Temperatura topnienia 315—316°C z rozkładem.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 6-merkaptopuryny z hypoksantyny i pięciosiarczku fosforu, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w środowisku oleju parafinowego.