

23 stycznia 1932 r.

Cofd 33/52

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15086.

Kl. 12 p 1.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania pochodnych chinoliny.

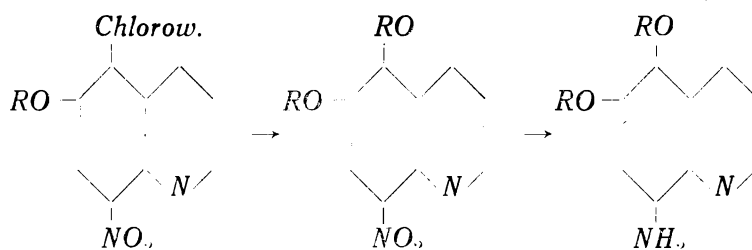
Zgłoszono 12 lutego 1931 r.

Udzielono 23 listopada 1931 r.

Pierwszeństwo: 17 lutego 1930 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że 5,6-dwualkoksy-8-aminochinolinę można otrzymać w sposób, dający się użyć przemysłowo, przeprowadzając 5-chlorowco-6-alkoksy-8-nitrochino-

linę w 5,6-dwualkoksy-8-nitrochinolinę i tę ostatnią redukując na 5,6-dwualkoksy-8-aminochinolinę odpowiednio do następującego schematu reakcji (R =alkyl):



W ten sposób są dostępne 8-aminochinoliny o jednakowych lub różnych alkoksyresztach w położeniu 5 i 6. Poszczególne przekształcenia uskutecznia się według

metod stosowanych zwykle do odpowiednich reakcji. I tak alkoksy-grupę wprowadza się w położenie 5 działaniem alkoholu metalowego najkorzystniej alkoholu

alkalicznego. Stosowane jako materiał wyjściowy 5-chlorowco-6-alkoksy-8-nitrochinoliny, dają się otrzymać np. według syntezy chinoliny Skraup'a z 1-amino-2-nitro-4-alkoksy-5-chlorowco-benzenów.

5,6-dwualkoksy-2—8-aminochinoliny okazały się jako cennymi produktami pośrednimi przy otrzymywaniu barwników i środków leczniczych.

Przykład. a) 5,6-dwualkoksy-8-nitrochinolina:

283 części wagowych 5-bromo-6-metoksy-8-nitrochinoliny (punkt topliwości 205 — 206°C) ogrzewa się przez 6 godzin w temperaturze 130—140°C pod ciśnieniem w roztworze 23 części wagowych sodu w 1600 częściach wagowych alkoholu metylowego. Po ochłodzeniu wydzieloną w postaci długich igieł 5,6-dwumetoksy-8-nitrochinolinę odsacza się. Wykazuje ona punkt topliwości 126—128°C. Wydajność wynosi około 85%.

Taki sam związek i o podobnej wydajności otrzymuje się, ogrzewając w ciągu kilku dni do wrzenia 238 części wagowych 5-chloro-6-metoksy-8-nitrochinoliny (punkt topliwości 202 — 203°C) z roztworem 1 mola metylanu sodowego w 4000 cz. wagowych alkoholu metylowego i wydzielając produkt reakcji, po odparowaniu nadmiaru alkoholu metylowego, w sposób podany powyżej.

Zamiast użytej powyżej ilości 5-chloro-6-metoksy-8-nitrochinoliny do reakcji podwójnej przemiany, przebiegającej z wydajnością ilościową można również zastosować 330 części wagowych 5-jodo-6-metoksy-8-nitrochinoliny (punkt topliwości 210 — 212°C).

Skoro reakcję zamiast zapomocą alkoholu metylowego przeprowadzić np. zapomocą alkoholu izopropylowego, wówczas otrzymuje się 5-izopropyllooksy-6-metoksy-

8-nitrochinolinę o (punkcie topliwości 75—77°).

Wychodząc z 5-bromo-6-etoksy-8-nitrochinoliny (punkt topliwości 176°C) otrzymuje się w sposób podobny 5-metoksy-6-etoksy-8-nitrochinolinę o punkcie topliwości 86 — 87°C.

b) 5,6-dwualkoksy-8-aminochinolina

30 części wagowych 5,6-dwumetoksy-8-nitrochinoliny wprowadza się powoli w ciągu trzech godzin do wrzącej mieszaniny, zawierającej 300 części wagowych pyłu żelaznego, 500 części wagowych wody i 2 części wagowych octu lodowatego. Po ukończeniu reakcji alkalizuje się węglanem potasowym i mieszaninę reakcyjną wyciąga kilkakrotnie eterem. Z eteru krystalizuje przy odparowywaniu 5,6-dwumetoksy-8-aminochinolina w postaci jasno żółtych kryształów o punkcie topliwości 148°C. Wydajność wynosi 80—90%.

W taki sam sposób otrzymuje się, np., 5 - metoksy-6-etoksy-8-aminochinolinę o punkcie topliwości 119°C, 5-izopropyllooksy-6-metoksy-8-aminochinolinę o punkcie topliwości 125 — 127°C.

Redukcja daje się również przeprowadzić zapomocą chlorku cynawego w roztworze octu lodowatego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania 5,6-dwualkoksy-8-aminochinolin, znamienny tem, że 5-chlorowco-6-alkoksy-8-nitrochinoliny zadaje się alkoholanem metalowym i otrzymane 5,6-dwualkoksy-8-nitrochinoliny redukuje na 5,6-dwualkoksy-8-aminochinoliny.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.