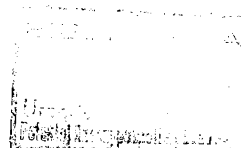
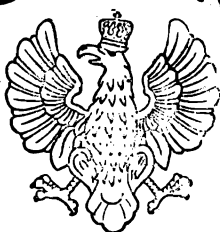


15 stycznia 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



CO7d 43/24

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

№ 741.

Kl. 12 p<sub>12</sub>.

Vereinigte Chininfabriken Zimmer & Co., Ges. mit beschränkter Haftung,  
Frankfurt n. M. (Niemcy).

**Sposób wytwarzania alkilowych ortopochodnych hydrokuprainy.**

Zgłoszono: 31 marca 1921 r.

Udzielono: 3 października 1924 r.

Pierwszeństwo: 11 września 1916 r. (Niemcy).

Wynalazek dotyczy wytwarzania alkilowych pochodnych hydrokuprainy, które, jak wiadomo, są poczęści ważnymi środkami leczniczymi i dotychczas były wytwarzane w ten sposób, że hydrokuprainy w zwykły sposób traktuje się alkilującymi środkami (porówn. opis pat. niem. 254.712 i ang. pat. 16.619/1912). Nowy sposób polega na tem, że tlenek hydrokuprainy, który można uzyskać, np., przez utlenienie hydrokuprainy, alkiluje się, a otrzymane zalkilowane tlenki hydrokuprainy przeprowadza się przez redukcję w odpowiednie alkilowe hydrokuprainy.

Przy znanych sposobach nietylko jeden atom wodoru grupy fenolowo wodorotlenowej hydrokuprainy zostaje zastąpiony alkilem, lecz przyłącza się alkil także do atomu azotu zasady, przez co powstają zasady am-

nowe, które zmniejszają wydajność hydrokuprainy. Przy nowym sposobie nie tworzą się zasady amonowe, ponieważ atom azotu, do którego dołącza się tylko alkil, chroniony jest przez połączenie z jednym atomem tlenu. Ponieważ tlenki alkilowe hydrokuprainy dadzą się łatwo redukować na alkilowe hydrokuprainy, otrzymuje się według tego sposobu lepszą wydajność alkilowych hydrokupraim.

## Przykład 1.

328 części tlenku hydrokuprainy (1 Mol.), który można otrzymać przez traktowanie hydrokuprainy wodą utlenioną w ten sposób, że mieszaninę równych części hydrokuprainy, alkoholu i 30%-towej wody utlenionej pozostawia się aż do rozpuszczenia się przy temperaturach, nieprzekraczających 40°, po-

czem po dodaniu wody, aż do zmętnienia tlenku hydrokupyreiny, wydzielają się kryształy w postaci listków o punkt. topl. 199°, rozpuszcza się w 1600 częściach alkoholu z dodatkiem 40 części wodzianu sodowego (1 Mol.) i zadaje się 154 częściami siarczanu etylowego (1 Mol.). Po dwudniowym odstaniu w temperaturze pokojowej (przy ogrzaniu wystarcza krótszy czas) zakwasza się kwasem siarkowym i dodaje się tyle amoniaku, aż oranż metylowy właśnie zostaje zmieniony. Podczas stania wydziela się siarczan tlenku etylowego hydrokupyreiny, który zostaje odssany i zmyty alkoholem i wodą. Tworzą się bezbarwne, mocno gorzkie igiełki, które w alkoholu i wodzie są trudno rozpuszczalne. W celu przeprowadzenia tego związku w hydrokupyreinę etylu ogrzewa się z nadmiarem kwasu siarkowego trzy godziny w kociołku Papina do 80°. Po oziębieniu wstrząsa się z nadmiarem ługu sodowego i eteru. Po oddestylowaniu, zmytego wodą eterycznego roztworu, pozostaje hydrokupyreina etylu, którą się skutecznie oczyszcza przez zamianę na obojętny siarczan.

Również korzystny rezultat można osiągnąć, nie wydzielając siarczanu etylowego tlenku hydrokupyreiny, lecz ogrzewając produkt reakcji, zakwaszony kwasem siarkowym z nadmiarem kwasu kilka godzin do 80°; produkt ten po oddestylowaniu alkoholu i po oziębieniu wstrząsa się z nadmiarem ługu sodowego i eteru. Po oddestylowaniu przemytego wodą eterycznego roztworu pozostaje hydrokupyreina etylu, którą oczy-

szcza się przeprowadzeniem na obojętny siarczan.

### Przykład 2.

4 części tlenku hydrokupyreiny, 20 części alkoholu i 1 część potażu żrącego i 2 części chlorku etylenowego ogrzewa się w kociołku Papina 20 godzin do 105°. Następnie dodaje się 6 części siarczanu sodowego, zakwasza się kwasem siarkowym i ogrzewa się w kociołku Papina dalsze 3 godziny do 80°. Po oddestylowaniu alkoholu i ostudzeniu dodaje się ługu sodowego w nadmiarze i wyciąga eterem. Po zgęszczeniu eterycznego roztworu wydziela się chlorek etylu hydrokupyreiny w delikatnych bezbarwnych igiełkach; jest on łatwo rozpuszczalny w alkoholu, chloroformie i rozcieńczonych kwasach, trudniej w eterze, nierozpuszczalny w benzynie i wodzie; punkt topliwości leży przy 164°.

Wytwarzanie innych alkilowych hydrokupyrein odbywa się w analogiczny sposób.

### Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania alkilowych ortopodnych hydrokupyreiny, tem znamieny, że tlenek hydrokupyreiny, który np., można użyć przez utlenienie hydrokupyreiny, alkiluje się zwykłemi metodami, a zalkilowane produkty zostają przeprowadzone zapomocą odtleniających środków w alkilowe pochodne hydrokupyreiny.

**Vereinigte Chininfabriken Zimmer & Co.,  
Ges. mit beschränkter Haftung.**

Zastępca: M. K r y z a n,  
rzecznik patentowy.