



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY *cotd 51/20*

Nr 5462.

Kl. 12 p 7.

F. Hoffmann-La Roche & Co. Aktiengesellschaft
(Bazylea, Szwajcaria).**Sposób otrzymywania związków kwasu dwualkylu - lub aryalkylobarbiturowego.**

Zgłoszono 14 lipca 1925 r.

Udzielono 23 lipca 1926 r.

Pierwszeństwo: 23 lipca 1924 r. (Szwajcaria).

Według sposobu opisanego w szwajcarskim patencie Nr 97 751 można uzyskać związek przez stopienie 1 cząsteczki kwasu izopropylu-alkylobarbiturowego z 1 cząsteczką 1-fenylu-2,3-dwumetylu-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu.

Wynalazca stwierdził, że nie tylko kwas izopropylu-alkylobarbiturowy z 1-fenylu-2,3-dwumetylu-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonem może tworzyć związki w stosunku cząsteczkowym 1:1, lecz także inne kwasy dwualkylu- lub aryalkylobarbiturowe. Związki dwualkylu lub aryalkylobarbiturowe z 1-fenylu-2,3-dwumetylu-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonem można otrzymać przez stopienie obydwóch ciał wyjściowych. Nawet jeżeli przy stapianiu nie jest utrzymany stosunek 1 cząsteczki kwasu dwualkylu-

lub aryalkylobarbiturowego do 1 cząsteczki 1-fenylu-2,3-dwumetylu, 4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu otrzymuje się podwójne związki z domieszką nadmiaru produktów wyjściowych.

Wynalazca stwierdził dalej, że połączenie 1 cząsteczki kwasu dwualkylu- lub aryalkylobarbiturowego z 1 cząsteczką 1-fenylu-2,3-dwumetylu-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu następuje nie tylko przy stapianiu, lecz powstaje także przy rozpuszczaniu tych składników w odpowiednim rozpuszczalniku. Przy dostatecznie stężonym roztworze wydzielają się te związki w postaci kryształów. W zależności od rozpuszczalnika stosuje się ciała wyjściowe w stosunku cząsteczkowym 1:1 lub też należy użyć jednego lub drugiego składnika w pewnym nad-

miarze. Zawsze jednak otrzymuje się połączenie 1 cząsteczki kwasu dwualkylu- lub aryalkylolobarbiturowego z 1 cząsteczką 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu.

Nowe związki przy krystalizowaniu wytwarzają dobrze ukształtowane kryształy, rozpuszczają się łatwo w zwykłych organicznych rozpuszczalnikach i służą jako środki lecznicze.

Przykład I. 231 części 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu miesza się z 212 częściami kwasu dwupropylolobarbiturowego i rozgrzewa w kąpeli parafinowej do mniej więcej 110° C. Gdy stop jest przezroczysty, wylewa się go do miski i miesza aż do stężenia na żółtą papkę krystaliczną.

Po całkowitem ostudzeniu, rozbiciu na kawałki i zmieleniu, otrzymuje się jasno-żółty proszek, reagujący obojętnie i stapiający się przy 91—92° C.

Przykład II. 250 części 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu oraz 184 części kwasu dwuetylobarbiturowego gotuje się w 250 częściach acetonu aż do uzyskania zupełnie przezroczystego żółtego roztworu. Rozczyn studzi się i w danym zaszczepia kryształy. Po stężeniu tworzy się masa krystaliczna w postaci drobnych igieł. Ług macierzysty usunięty z niej przez wytlóczenie, może służyć do dalszego otrzymywania związków. Otrzymany związek jest żółtawym proszkiem krystalicznym, reagującym w słabym stopniu kwaśno i stapiającym się przy 115° C. Związek rozpuszcza się w zwykłych rozpuszczalnikach.

Przykład III. 184 części kwasu dwuetylobarbiturowego z 231 częściami 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu ogrzewa się mieszając parą w kotle o podwójnych ścianach. Po otrzymaniu jednolitego stopu, studzi się go. Tworzy się stała masa łamliwa.

Związek kwasu dwuetylobarbiturowego i

1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu tworzy słabo na żółto zabarwiony proszek. Po przekrystalizowaniu 3 części proszku z dwóch części acetonu tworzą się delikatne na żółto zabarwione pryzmaty.

Przykład IV. 235 części 1-fenylo-2,3-metylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu oraz 232 części kwasu fenyletylobarbiturowego rozpuszcza się na ciepło w mieszaninie 230 części acetonu i 96 części 96% alkoholu. Po ostudzeniu całkowicie przezroczystego zielonawo-żółtego roztworu wytlacza się z masy krystalicznej ług macierzysty, który można użyć do dalszego wytwarzania związków. Wydzielony związek przedstawia lekko żółte igły, stapiające się przy 129°, reagujące słabo kwaśno na lakmus i rozpuszczające się w organicznych rozpuszczalnikach.

Przykład V. 208 części kwasu dwuallylobarbiturowego i 231 części 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu ogrzewa się w kąpeli olejowej do 130—140° C, aż do otrzymania przezroczystego stopu. Jednolity stop ostudza się do około 70° C, następnie zaszczepia kryształy i miesza go. Stop krzepnie, wytwarzając żółtawą krystaliczną masę, którą po całkowitem ostudzeniu i rozbiciu na kawałki, miele się na proszek.

Przykład VI. 335 części 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu oraz 210 części kwasu izopropylolobarbiturowego rozpuszcza się w 370 benzolu, otrzymując przezroczysty, na żółto zabarwiony roztwór, z którego wydziela się przy studzeniu związek w postaci lekko żółto zabarwionych igieł. Masę krystaliczną oddziela się od ługu macierzystego przez wytlóczenie i suszy ją. Żółtawy związek topi się przy 95° C i rozpuszcza z łatwością w organicznych rozpuszczalnikach.

Przykład VII. 231 części 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu i 210 części kwasu izopropylolobarbi-

turowego rozpuszcza się w 180 częściach mieszaniny, złożonej z równych ilości acetonu i 12% alkoholu. Kryształy, wydzielające się przy studzeniu, oddziela się od ługu macierzystego przez wytlaczanie. Związek z 1 cząsteczki 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu i 1 cząsteczki kwasu izopropylodialylobarbiturowego tworzy żółte pryzmaty o punkcie topności 95° C.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania związków kwasu dwualkyl- lub arylalkylobarbiturowego, zawierających 1 cząsteczkę kwasu barbiturowego na 1 cząsteczkę 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonu, znamienny tem, że kwasy dwualkyl- lub arylalkylobarbiturowe łączy się z 1-fenylo-

2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonem w odpowiednim stosunku.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że kwasy dwualkyl- lub arylalkylobarbiturowe z wyjątkiem kwasu izopropylodialylobarbiturowego stapia się z 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonem w stosunku cząsteczkowym 1:1.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że kwasy dwualkyl- lub arylalkylobarbiturowe rozpuszcza się wraz z 1-fenylo-2,3-dwumetylo-4-dwumetyloamino-5-pyrazolonem w rozpuszczalniku, w stosunku zależnym od niego, i związki poddaje krystalizacji.

F. Hoffmann-La Roche & Co.
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.