

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

56970

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22.IV.1966 (P 114 191)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.III.1969

Kl. 12 q, 1/02

MKP C 07 c

149/12

CZYTELNIA

UKD
Urzędu Patentowego
Państwa Rzeczypospolitej

Współtwórcy wynalazku: mgr Mieczysław Medoń, mgr Feliks Gondorowicz, mgr inż. Piotr Mazurek

Właściciel patentu: Jeleniogórskie Zakłady Farmaceutyczne „Polfa”
Przedsiębiorstwo Państwowe, Jelenia Góra (Polska)

Sposób wytwarzania m-metylomerkaptoaniliny

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania m-metylomerkaptoaniliny stanowiącej półprodukt do otrzymywania środków leczniczych z grupy fenotiazyn.

Dotychczas otrzymywano m-metylomerkaptoanilinę między innymi przez acetylowanie kwasu metanilowego, przeprowadzenie kwasu acetyloketanilowego w sulfochlorek, jego redukcję do merkaptanu, metylowanie siarczanem dwumetylu i zmydlanie acetylopochodnej do m-metylomerkaptoaniliny (Th. Zincke, J. Müller — Ber. deutsch. chem. Ges. 46, 775, 1913).

Ten i inne sposoby (R. Gilman, G. A. Martin — J. Am. Chem. Soc. 74, 5317, 1952 oraz K. Brand, H. W. Legerzapf — Ber. 70 B, 284, 1937) są uciążliwe w przemysłowym wykorzystaniu ze względu na dość długi cykl syntezy lub trudne technologiczne procesy.

Stwierdzono, że m-aminotiofenol można izolować z roztworu poreakcyjnego w postaci siarczanu i metylować go bez zabezpieczenia grupy aminowej acylowaniem, jeżeli reakcję prowadzi się w temperaturze 0—20°C, w środowisku alkalicznym i przy użyciu stechiometrycznej ilości siarczanu dwumetylowego.

Według wynalazku chlorek kwasu m-nitrobenzeno-sulfonowego redukuje się pyłem cynkowym w środowisku kwasu siarkowego do m-aminotiofenolu, który krystalizuje w postaci siarczanu po oziębieniu roztworu poreakcyjnego. Odsączony siarczan m-aminotiofenolu rozpuszcza się w wo-

2 dzie amoniakalnej i dodaje siarczanu dwumetylu. Z roztworu wydziela się m-metylomerkaptoanilina.

Przykład. Zawiesinę 1 kg chlorku kwasu m-nitrobenzenosulfonowego w 15 litrach 30% kwasu siarkowego redukuje się przez stopniowe dodawanie 3,5 kg pyłu cynkowego w temperaturze poniżej 0°. Następnie redukcję prowadzi się w temperaturze wrzenia roztworu przez 4 godziny. Po oddzieleniu nieprzereagowanego cynku oziębia się roztwór, na skutek czego wykrystalizowuje 600—700 g siarczanu m-aminotiofenolu. Odsączony siarczan m-aminotiofenolu rozpuszcza się w 500 ml 25% wody amoniakalnej, odsącza drobne zanieczyszczenia i wkrapla w temperaturze poniżej 20°C 500 g siarczanu dwumetylu. Wydzieloną aminę ekstrahuje się i destyluje po odpędzeniu rozpuszczalnika.

Otrzymuje się 500 g m-metylomerkaptoaniliny o temperaturze wrzenia 144—146°C (11 mm Hg; współczynnik refrakcji $n_D^{20} = 1,6415$).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania m-metylomerkaptoaniliny **znamienny tym**, że chlorek kwasu m-nitrobenzenosulfonowego redukuje się pyłem cynkowym w środowisku kwasu siarkowego, a otrzymany krystaliczny siarczan m-aminotiofenolu po odsączeniu z mieszaniny reakcyjnej metyluje się w roztworze amoniakalnym za pomocą siarczanu dwumetylu.