



(12)

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) **Nr. cerere: 93-00062**

(22) **Data de depozit: 21.01.1993**

(30) **Prioritate:**

(41) **Data publicării cererii:**
29.07.1994 BOPI nr. **7/1994**
(supliment)

(42) **Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:**
31.10.1996 BOPI nr. **10/1996**

(45) **Data eliberării și publicării brevetului:**
BOPI nr.

(61) **Perfecționare la brevet:**
Nr.

(62) **Divizată din cererea:**
Nr.

(86) **Cerere internațională PCT:**
Nr.

(87) **Publicare internațională:**
Nr.

(56) **Documente din stadiul tehnicii:**
CS 156880

(71) **Solicitant: S.C. SINTOFARM S.A., București, RO**

(73) **Titular: (71)**

(72) **Inventatori: Ghica Mihai, Iacob Nicolae, Petrescu Margareta, Harles Lucian, Dicu Ioana, Caracostea Paul, Vătafu Mariana, RO**

Mandatar:

(54) **Procedeu de obținere a sulfachinoxalinei**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de obținere a sulfachinoxalinei pure, prin condensarea 2-clorchinoxalinei cu *p*-aminobenzensulfonamida, utilizând, ca agent de neutralizare, carbonat de potasiu, într-un raport molar 2-clorchinoxalina; *p*-

aminobenzensulfonamida; carbonat de potasiu = 1 : 1,012 : 1,30, folosind ca mediu de reacție whitespirt, la o temperatură de 170...174°C.

Revendicări: 1

RO 111459 B



Invenția se referă la un nou procedeu de obținere a sulfachinoxalinei pure, prin condensarea 2-clorchinoxalinei cu *p*-aminobenzensulfonamida, medicament de uz veterinar, folosit în combaterea și prevenirea coccidiozei păsărilor.

Se cunosc diferite metode de realizare a condensării 2-clorchinoxalinei cu *p*-aminobenzensulfonamida, toate pornind de la aceste substanțe, în prezența unui agent bazic, care poate fi carbonat de potasiu sau un amestec de carbonat de potasiu și carbonat de sodiu, în solvent - dimetilformamida, sau *sec*-butilbenzen - sau în topitură, la temperatură variind între 155 și 200°C. (PL 115137, 93178, Cehoslovac 156880).

Aceste procedee prezintă dezavantaje din cauza toxicității solventilor respectivi, metodele de sinteză devin laborioase și cu măsuri deosebite de prevenire a intoxicațiilor

Procedeu conform invenției realizează reacția dintre 2-clorchinoxalinei și *p*-aminobenzensulfonamida în mediu de reacție whitespirit, la o temperatură de 170 - 174°C.

Invenția prezintă avantaje, prin aceea că realizează sinteza cu randamente de 86-88 %, puritatea produsului fiind de 99 %.

Se dau, mai jos, exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-un balon cu fund rotund, de capacitate 0,5 l, prevăzut cu agitator mecanic, termometru și condensator, se introduc 196 părți 2-clorchinoxalina soluție în whitespirit de concentrație 25 %, 52,5 părți de *p*-aminobenzensulfonamida 99 %, 30,6 părți kiesselegur, 60 părți whitespirit. Se pornește agitarea și încălzirea.

La temperatura de 120 - 130°C, începe să distileze un azeotrop whitespirit - apă. Se continuă încălzirea și distilarea până ce temperatura a atins, în masa de reacție, valoarea de 170 - 174°C, când se înlocuiește condensatorul orizontal cu unul de reflux.

Se menține reacția la reflux timp

de 6 h, după care se răcește la 80°C. Peste aceasta, se adaugă, sub agitare, 400 părți apă caldă la 80°C, pentru dizolvare completă a componentelor masei de reacție solubile.

Frakțiile de soluții se reunesc și se filtrează calde, având grijă ca temperatura lor să nu scadă sub 50 - 60°C. Pe filtru rămâne kiesselegurul, care, în mod obișnuit, după uscare, se folosește la o nouă încărcare.

Soluția filtrată, se răcește la 20 - 25°C și apoi se decantează. Stratul inferior, conținând sarea de potasiu a sulfachinoxalinei, având un pH= 10-11 este folosit, în continuare, la obținerea produsului final, iar stratul superior de whitespirit, după recuperarea acestuia, se folosește la o nouă încărcare.

Peste soluția apoasă, de sare de potasiu a sulfachinoxalinei, se adaugă, în fir subțire, o soluție 5 % de acid acetic până la valoarea pH = 9 cu răcirea masei de reacție, la 15°C, pentru precipitarea *p*-aminobenzensulfonamidei nereacționate. Suspensia se filtrează.

Peste soluția filtrată se adaugă acid acetic soluție 5 % până la valoarea pH-ului = 5,5 când precipită sulfachinoxalina.

Suspensia de sulfachinoxalină se filtrează și se spală cu apă fierbinte (70 - 80°C), până ce o probă din filtrat dă reacție negativă la Cl⁻. Produsul se usucă.

Rezultă 75 - 78 părți sulfochinoxalină uscată, cu un conținut în substanță 98 - 100 % și un randament de 84 - 86 %.

Exemplul 2. Se lucrează ca în exemplul 1, exceptând cantitatea de *p*-aminobenzensulfonamidă din rețetă, care a fost de 64,5 părți în loc de 52,5 părți. Mersul sintezei a fost identic. Rezultatele au fost de asemeni identice.

Revendicare

Procedeu de obținere a sulfachinoxalinei pure, prin condensarea 2-clorchinoxalinei cu *p*-aminobenzensulfonamidă, caracterizat prin aceea că, în

scopul obținerii unui produs de mare puritate, reacția se efectuează în prezența carbonatului de potasiu într-un raport molar 2-clorchinoxalinei; *p*-amino-benzensulfonamida; carbonat de potasiu

= 1 : 1,012 : 1,30, folosind ca mediu de reacție whitespirt, la o temperatură de 170 - 174°C.

Președintele comisiei de examinare: **chim. Ștefan Rodica**

Examinator: **ing. Orășeanu Cornelia**