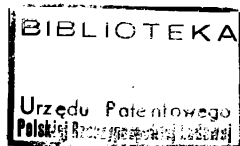


Opublikowano dnia 15 kwietnia 1957 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 39324

Kl. 12 q, 5

Akademia Medyczna we Wrocławiu *)

(Zakład Chemii Farmaceutycznej)

Wrocław, Polska

Sposób otrzymywania metylo pochodnych β -halogenoalkiloamin

Patent trwa od dnia 19 sierpnia 1955 r.

Metylo pochodne β -halogenoalkiloamin otrzymuje się zwykle przez metylowanie β -aminoalkoholi i następną zamianę grupy wodorotlenowej na odpowiedni chlorowiec działaniem tróchlorku fosforu, chloroku tionylu lub bromowodoru. Wolne β -halogenoalkiloaminy są związkami nietrwałymi. Związki w środowisku alkalicznym ulegają one szybko procesowi cyklizacji. Sposób ich metylowania nie jest dotychczas opisany.

Stwierdzono, że sole β -halogenoalkiloamin ulegają metylowaniu, jeżeli ogrzewa się je z mieszaniną 90%-ego kwasu mrówkowego i formaliny.

Metylowane β -halogenoalkiloaminy i dwu-(β -halogenoalkilo)-aminy znajdują zastosowanie do produkcji środków leczniczych takich jak pendiomid, anergan, alergan S, pyribenzamin i inne.

Przykład I. 10 g bromowodoru β -bromoetyloaminy rozpuszcza się w mieszaninie 8,5 g 90%-ego kwasu mrówkowego i 12 g handlowej formaliny. Klarowny roztwór ogrzewa się stopniowo do temperatury 150° C przez 5 – 6 godzin. Po odparowaniu pod zmniejszonym ciśnieniem surowy produkt

oczyszcza się przez krystalizację z alkoholu n-butyloвого, otrzymując 8 g bromowodoru β -bromoetylodwumetyloaminy o temperaturze topnienia 184 – 185° C.

Przykład II 30 g bromowodoru dwu-(β -bromoetylo)aminy, 10 g kwasu mrówkowego 90%-go i 20 ml około 35%-owej formaliny ogrzewa się w kolbie kulistej, zaopatrzonej w chłodnicę pionową, na wrzącej łaźni wodnej przez 1,5 – 2 godzin.

W celu zakończenia reakcji zawartość kolby ogrzewa się do wrzenia na siatce azbestowej przez 10 – 15 minut, po czym odparowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem do sucha. Pozostaje około 31 g surowego produktu o lekko pomarańczowym zabarwieniu, który oczyszcza się przez dwukrotną krystalizację z alkoholu metyloвого. Temperatura topnienia otrzymanego w ten sposób bromowodoru dwu-(β -bromoetylo)-metyloaminy wynosi 145–147° C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania metylo pochodnych halogenoalkiloamin znamienny tym, że sole β -halogenoalkiloamin ogrzewa się z mieszaniną kwasu mrówkowego i formaliny.

Akademia Medyczna we Wrocławiu
(Zakład Chemii Farmaceutycznej)

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są prof. dr Bogusław Bobrański, inż. mgr Tadeusz Jakóbiec i mgr Danuta Prelicz.