



OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO

75165

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 12o,23/01

Zgłoszono: 17.03.1972 (P. 154120)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 143/42

Zgłoszenie ogłoszono: 31.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1975

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Zdzisław Machoń, Leonard Kuczyński, Tadeusz Zawisza

Uprawniony z patentu tymczasowego: Farmaceutyczna Spółdzielnia Pracy „Galena”, Wrocław (Polska)

Sposób wytwarzania czwartorzędowej soli dwuetyloaminowej
kwasu 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania czwartorzędowej soli dwuetyloaminowej kwasu 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowego o wzorze 1, która jest znanym środkiem o działaniu hemostatycznym. Związek ten otrzymuje się dwiema metodami.

Według pierwszej metody produkt otrzymuje się w reakcji etanolowego roztworu wodorosiarczyny dwuetyloaminowego z etanolowym roztworem p-benzochinonu w temperaturze około 5°C, natomiast według drugiej metody związek ten powstaje przez działanie wodorosiarczyny dwuetyloaminowego na etanolowy roztwór hydrochinonu w temperaturze 5°C.

Podane wyżej metody są niedogodne z wielu powodów, głównie ze względu na kłopotliwe otrzymywanie wodorosiarczyny dwuetyloaminowego, uzyskiwanie w wyniku reakcji mieszaniny produktów, wymagającej dla rozdziału wielokrotnej krystalizacji oraz na stosunkowo niskie wydajności i długi czas trwania procesu.

Niedogodności tych nie posiada sposób według wynalazku. Przebieg procesu prowadzonego sposobem według wynalazku polega na przeprowadzeniu hydrochinonu w reakcji z kwasem chlorosulfonowym w temperaturze 35–40°C w roztworze nitrobenzenu w kwas 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowy, który wyodrębnia się, rozpuszcza w eta-

2

nolu i poddaje reakcji z dwuetyloaminą w roztworze etanolowym, po czym z mieszaniny reakcyjnej, po ochłodzeniu, odsąca się sól dwuetyloaminową kwasu 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowego o dużym stopniu czystości i z wydajnością powyżej 80%.

Przykład Do kolby trójszyjnej zaopatrzonej w mieszadło, wkraplacz i termometr wprowadza się 44 g hydrochinonu w 300 ml nitrobenzenu i do tego roztworu wkrapla się 47 g kwasu chlorosulfonowego w 83 g nitrobenzenu w temperaturze 35°C w ciągu 15–20 minut. Po wprowadzeniu całej ilości kwasu, roztwór doprowadza się do temperatury 40°C i w tej temperaturze zawartość utrzymuje się w ciągu 1 godziny. Następnie mieszaninę ochładza się do temperatury 5°C i odsąca się wydzielony produkt. Otrzymuje się 49 g kwasu o temperaturze topnienia 82–84°C.

20 g kwasu 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowego otrzymanego jak wyżej, rozpuszcza się w 20 ml etanolu i przy chłodzeniu dodaje się 10 g dwuetyloaminy w 10 ml etanolu. Otrzymany roztwór ochładza się do temperatury –5°C i odsąca się wydzieloną w postaci białych, drobnych kryształków sól dwuetyloaminową kwasu 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowego w ilości 23,0 g (wydajność 83%) o temperaturze topnienia 126–128°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania czwartorzędowej soli dwuetyloaminowej kwasu 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowego, **znamienny tym**, że hydrochinon poddaje się sulfonowaniu w temperaturze 35—40°C kwasem

chlorosulfonowym w roztworze nitrobenzenu i otrzymany kwas 2,5-dwuhydroksybenzenosulfonowy, po wyodrębnieniu, rozpuszcza się w etanolu i poddaje reakcji z etanolem roztworem dwuetyloaminy, po czym z mieszaniny reakcyjnej, po ochłodzeniu, odsąca się wydzielony produkt.

WZÓR I

