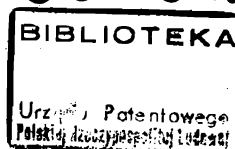




204c 15



PÓLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40857

Kl. 12 o, 17/03

VEB Farbenfabrik Wolfen

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania acylosulfanililotiomiczników

Patent trwa od dnia 25 września 1956 r.

Znane są liczne sposoby wytwarzania acylosulfanililotiomiczników, z których za pomocą hydrolizy można łatwo otrzymać ważny chemoterapeutyczny sulfanililotiomicznik. Ten ostatni jest najlepiej znoszonym (przyswajalnym) sulfamidem nadającym się do zastrzyków, który sam przez się z dobrym skutkiem może być stosowany, albo może służyć do wytwarzania jeszcze bardziej skutecznych leków. Ponieważ nie daje się on otrzymać z chlorku acylosulfanililowego i tiomicznika, dotychczas w celu wytwarzania go trzeba było stosować różne niedogodne lub niezadowalające sposoby.

Proponowano również sposoby, według których można było otrzymać ten związek przez przyłączenie siarkowodoru do sulfanililocyjanamidu w obecności wodnego roztworu amoniaku, jednakże z bardzo małą wydajnością. Dopiero przez zastąpienie wodnego roztworu amoniaku bezwodną pirydyną osiągnęto znośne wydajności. Omawiane związki można też wytwarzać działając na wodne roztwory acylosulfanililocyja-

namidów albo ich soli, związkami odczepiającymi siarkowodór, na przykład hydrosiarczynem amonowym, najkorzystniej potrójną ilością w stosunku do teoretycznej.

Stwierdzono, że można wytwarzać acylosulfanililotiomiczniki z dobrą wydajnością i technicznie bez zarzutu, jeśli działać na acylowe pochodne sulfanililocyjanamidu albo na ich sole wodnym roztworem tiosiarczanów metali alkalicznych lub ziem alkalicznych w temperaturze około 100°C lub wyższej.

Nie jest konieczne stosowanie krystalicznego tiosiarczanu, lecz osiąga się również dobre wyniki z ługami odpadowymi zawierającymi tiosiarczany, na przykład z ługami powstającymi przy wytwarzaniu merkaptobenzotiazoli, po odpowiednim wstępnym oczyszczeniu ich.

Nie można było w żaden sposób przewidzieć, że tiosiarczany będą reagować z grupą cyjanamidową tworząc tiomicznik. Również było nieoczekiwane, że otrzymuje się produkt reakcji z dobrą wydajnością już przy użyciu molo-

wych ilości tiosiarczanu. Obojętne jest jakie, w sposób znany łatwo dostępne sole acylosulfanililocyjanamidu zastosować. Dalsza zaleta tego sposobu polega na tym, że nie występuje w żadnej fazie, silnie trujący siarkowodor.

Dalszy przerób roztworu produktu reakcji następuje w znany sposób, na przykład przez zakwaszenie kwasem solnym, przez co wypada z roztworu acylosulfanililotiomicznik i może być odsączony. Z niego w znany sposób otrzymuje się sulfanililotiomicznik przez hydrolizę w środowisku alkalicznym lub kwaśnym.

P r z y k ł a d I. W zamkniętym aparacie rozpuszcza się w potrzebnej ilości wody 261 części wagowych soli sodowej acetylosulfanililocyjanamidu i 248 części wagowych tiosiarczanu sodowego i roztwór ogrzewa w ciągu 7 godzin w temperaturze 100 — 110°C. Po ostudzeniu do temperatury otoczenia roztwór reakcyjny zadaje się potrzebną ilością kwasu solnego i wytrącony produkt reakcji odsacza i przemywa. Uzyskuje się po wysuszeniu 191 części wagowych praktycznie czystego acetylosulfanililotiomicznika, co odpowiada wydajności 70%.

P r z y k ł a d II. 258 części wagowych soli potasowej acetylosulfanililocyjanamidu i 300 części wagowych tiosiarczanu sodowego rozpuszcza się w potrzebnej ilości wody i roztwór ogrzewa do wrzenia pod chłodnicą zwrotną w ciągu 10 godzin. Po ostygnięciu roztwór reakcyjny zakwasza się potrzebną ilością kwasu solnego i produkt reakcji odsacza się i przemywa. Uzyskuje się 247 części wagowych wysuszonego acetylosulfanililotiomicznika, co odpowiada wydajności 90%.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania acylosulfanililotiomiczników, znamienny tym, że na acylosulfanililocyjanamidy albo ich sole działa się, w temperaturze 100°C albo wyższej, wodnymi roztworami tiosiarczanów metali alkalicznych lub metali ziem alkalicznych.

V E B F a r b e n f a b r i k W o l f e n

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych