

Warszawa, 8 lutego 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 24240.

Kl. 12 p, 8/01.

Hans P. Kaufmann
(Münster, Niemcy).

Sposób wytwarzania ketonu (1-fenyl-2,3-dwumetylo-5-pyrazolonylo)-izopentylowego.

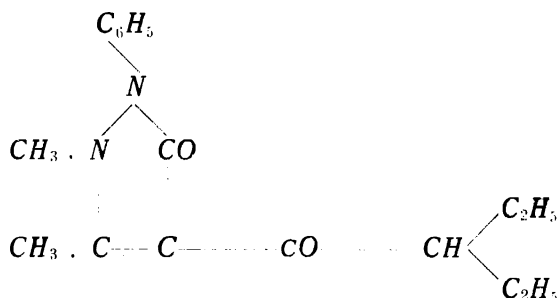
Zgłoszono 7 kwietnia 1936 r.

Udzielono 25 listopada 1936 r.

Pierwszeństwo: 7 maja 1935 r. (Niemcy).

Jeżeli poddaje się przemianie 1 - fenyl-2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolon z chlorkiem dwumetyloacetylowym w obecności środków, odszczepiających kwasy, jak

np. chlorku glinu lub chlorku cynku, to powstaje keton (1 - fenyl-2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonylo) - izopentyłowy o wzorze:



Reakcję tę skutecznie się przytem celowo z rozpuszczalnikami obojętnymi, jak siarczkiem węgla lub benzenem. Nowy ten

keton stanowi substancję o punkcie topnienia 132°C, dobrze wykrystalizowującą się z wody.

Wytwarzanie ketonów sposobem opisanym jest w zasadzie znane. Literatura również wspomina o analogicznych ketonach - pyrazolonylowych. Na przykład według patentu niemieckiego Nr 270 487 stosuje się, jako materiał wyjściowy, 1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 4 - aceto - 5 - pyrazolon do wytwarzania kwasu antipirylo - chinolino - karbonowego, a w „Berichten der Deutschen Chemischen Gesellschaft” 66, 1933, str. 926 opisane są: 4 - n - butyrylo - antipiryna oraz izowalerylo - antipiryna. Jednak działanie farmakologiczne tych dwóch związków jest albo słabe, albo też nie zachodzi wcale. Natomiast nowy keton okazał się środkiem, działającym silnie antipiretycznie. Wykazał on podczas badań na królikach znaczną wyższość nad 1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonem, który jest materiałem wyjściowym do wytwarzania wymienionego ketonu.

Przykład I. Do 19 części wagowych 1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonu dodaje się 13 części wagowych chlorku dwumetylo - acetylowego i 20 części wagowych chlorku glinu w obecności siarczku węgla. Przemianę przeprowadza się, stosując ogrzewanie pod chłodnicą zwrotną. Skoro tylko ustanie wydzielanie się kwasu solnego, odpędza się rozpuszczalnik przy zastosowaniu próżni i zadaje pozostałość wodą z lodem. Wydzielająca się początkowo substancja oleista szybko krzepnie, krystalizując w tabliczkach. Związek, wykrytalizowany z wody, jest to keton (1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonylo) - izopentylowy w postaci błyszczących blaszek krystalicznych o punkcie topnienia 132°C.

Przykład II. 10 części wagowych 1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonu uciera się z 8 częściami wagowymi chlorku kwasowego. Podczas mieszania wprowadza się ostrożnie i w małych dawkach 10 części wagowych sproszkowanego świeżo wytworzonego chlorku glinu. Po zakończeniu wytwarzania się kwasu solnego nagrzewa się masę reakcyjną na łaźni wodnej. Ochłodzony produkt otrzymany zadaje się wodą z lodem i postępuje dalej, jak opisano powyżej.

Przykład III. 10 części wagowych 1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonu ogrzewa się z 8 częściami wagowymi chlorku kwasowego i 8 częściami chlorku cynku ostrożnie pod chłodnicą zwrotną na łaźni olejowej. Mniej więcej w temperaturze 145°C rozpoczyna się wydzielanie się kwasu solnego. W temperaturze tej utrzymuje się masę reakcyjną tak długo, aż ustanie wydzielanie się kwasu solnego, a następnie postępuje się, jak opisano w poprzednich przykładach, przyczem otrzymuje się nowy keton.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania ketonu (1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolonylo) - izopentylowego, znamienny tem, że 1 - fenylo - 2,3 - dwumetylo - 5 - pyrazolon poddaje się przemianie z chlorkiem dwumetylo - acetylowym w obecności środków, odszczepiających kwasy.

Hans P. Kaufmann.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.