

URZĄD PATENTOWY

C07d 43/32



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22933.

Kl. 12 p, 14.

Knoll A.-G. Chemische Fabriken
(Ludwigshafen, n. R., Niemcy).

Sposób wytwarzania dwuhydromorfinonów.

Zgłoszono 14 maja 1935 r.

Udzielono 10 marca 1936 r.

Pierwszeństwo: 15 sierpnia 1934 r. (Niemcy).

Morfinę oraz etery fenolowe można w obecności większych ilości metali szlachetnych, jako katalizatorów, bez doprowadzenia cząsteczkowego wodoru przeprowadzić w odpowiednie dwuhydropochodne przez ogrzewanie kwaśnych roztworów (p. patent niemiecki Nr 607931).

Obecnie stwierdzono nadspodziewanie, iż można przy użyciu nieznacznych ilości katalizatorów szeregu platyny, które stanowią w pewnych warunkach tylko ułamek ilości dotychczas stosowanych, otrzymać z morfiny i jej eterów fenolowych w roztworze kwaśnym lub alkoholowym dwuhydromorfinony z wydajnością co najmniej równą, a częściowo nawet wyższą od otrzymywanej przy dotychczas stosowanych ilościach metali szlachetnych.

Przykład I. 300 g zasady kodeinowej rozpuszcza się w 2 litrach rozcieńczonego kwasu solnego i po dodaniu 25 g mączki rozdrobnionego palladu ogrzewa kilka godzin do wrzenia pod chłodnicą zwrotną. Po odsączeniu palladu zadaje się kwaśny przesącz ługiem sodowym w nadmiarze. Wytrąconą zasadę przekrystalizowuje się z alkoholu. Punkt topnienia otrzymanego dwuhydrokodeinonu wynosi 195°C; wydajność stanowi 85 — 95% ilości teoretycznej.

Przykład II. 5 g chlorowodorku kodeiny rozpuszcza się w 30 cm³ wody, zakwasza małą ilością kwasu solnego i po dodaniu 0,5 g czerni platynowej gotuje przez 5 godzin pod chłodnicą zwrotną. Dalszą przeróbkę uskutecznia się jak w

przykładzie I. Wydajność otrzymanego dwuhydrokodeinonu odpowiada 75% ilości teoretycznej.

Przykład III. 5 g chlorowodorku morfiny rozpuszcza się w 50 cm³ wody, zakwaszonej słabo kwasem solnym, dodaje 0,5 g czerni platynowej i gotuje przez 4 godziny pod chłodnicą zwrotną. Dalszą przeróbkę uskutecznia się jak w przykładzie I. Wydajność otrzymanego dwuhydromorfinonu wynosi 3 g.

Przykład IV. 6 g zasady kodeinowej rozpuszcza się w 30 cm³ wody przy dodaniu 4 g kwasu winowego, następnie dodaje się 0,5 g czerni platynowej i gotuje pod chłodnicą zwrotną. Dalszą przeróbkę uskutecznia się jak w przykładzie I. Wydajność otrzymanego dwuhydrokodeinonu wynosi 75% ilości teoretycznej.

Przykład V. 6 g fosforanu kodeiny rozpuszcza się w 30 cm³ wody, zakwasza 5 cm³ rozcieńczonego kwasu fosforowego, zadaje 0,5 g miazgi rozdrobnionego palladu i gotuje przez 1 godzinę pod chłodnicą zwrotną. Dalszą przeróbkę uskutecznia się jak w przykładzie I. Wydajność otrzymanego dwuhydrokodeinonu wynosi 60 — 70% ilości teoretycznej.

Przykład VI. 21 g zasady kodeinowej rozpuszcza się w nadmiarze rozcieńczonego kwasu siarkowego, zadaje 2 g czerni platynowej i gotuje 1 godzinę pod chłodnicą zwrotną. Wydajność otrzymanego dwuhydrokodeinonu wynosi 90% ilości teoretycznej.

Przykład VII. 10 g etylomorfiny rozpuszcza się w 50 cm³ wody, dodaje kwasu solnego do reakcji kwaśnej, następnie dodaje 1 g czerni platynowej i gotuje pod chłodnicą zwrotną. Dalszą przeróbkę u-

skutecznia się jak w przykładzie I. Wydajność otrzymanego etylhydromorfinonu wynosi 75% ilości teoretycznej; związek ten topnieje w temperaturze 109°C (nie ostry punkt topnienia).

Przykład VIII. 5 g morfiny rozpuszcza się w 50 cm³ zwykłego alkoholu i po dodaniu 0,3 g czerni palladowej gotuje przez 4 godziny pod chłodnicą zwrotną. Po odsączeniu katalizatora i zagęszczeniu roztworu krystalizuje dwuhydromorfinon. Wydajność otrzymanego związku wynosi 3 g.

Przykład IX. 10 g kodeiny rozpuszcza się w 100 cm³ alkoholu i po dodaniu 0,5 g czerni palladowej gotuje przez 4 godziny pod chłodnicą zwrotną. Dalszą przeróbkę uskutecznia się jak w przykładzie VIII. Wydajność otrzymanego dwuhydrokodeinonu wynosi 7 g.

Przykład X. 5 g etylomorfiny gotuje się w roztworze alkoholowym w obecności 0,3 g czerni platynowej pod chłodnicą zwrotną. Wydajność otrzymanego etylodwuhydromorfinonu wynosi 3 g.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania dwuhydromorfinonów z morfiny względnie jej eterów fenolowych, znamienny tem, że kwaśne lub alkoholowe roztwory alkaloidów ogrzewa się w obecności stosunkowo małych ilości katalizatorów szeregu platyny bez doprowadzania wodoru.

Knoll A.-G.
Chemische Fabriken.
Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.