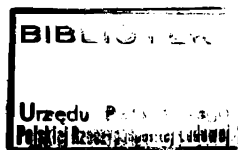


Warszawa, 10 listopada 1936 r.

URZĄD PATENTOWY

C07d 51/20²

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

· Nr 23813.

Kl. 12 p, 7/01.

F. Hoffmann-La Roche & Co. Aktiengesellschaft
(Bazylea, Szwajcaria).

Sposób wytwarzania kwasu N-metylo-C,C-alylo-izopropilo-barbiturowego.

Zgłoszono 6 maja 1936 r.

Udzielono 4 września 1936 r.

Pierwszeństwo: 17 maja 1935 r. (Szwajcaria).

Znaleziono, że kwas N - metylo - C, C - alylo - izopropilo - barbiturowy posiada cenne właściwości lecznicze. Nowy ten związek nadaje się doskonale jako narkotyk. Wstrzykiwania dożylnie wodnych roztworów jego soli sodowej wywołują głęboką narkozę, która przez dalsze wstrzykiwania może być dłuższy czas utrzymywana w stopniu, niezbędnym do zabiegów chirurgicznych.

Kwas N - metylo - C, C - alylo - izopropilo - barbiturowy wytwarza się przez działanie środkami metylującymi na kwas C,C - alylo - izopropilo - barbiturowy lub haloidkami alylowymi na kwas N - metylo - C - izopropilo - barbiturowy, lub też

metylomocznikiem na ester kwasu alylo - izopropilo - malonowego.

Kwas N - metylo - C,C - alylo - izopropilo - barbiturowy topnieje w temperaturze 56 — 57°C. Rozpuszcza się on łatwo w zwykłe używanych rozpuszczalnikach organicznych, trudno zaś w wodzie, i może być stosowany jako środek leczniczy.

Przykład I. 210 części wagowych kwasu C,C - izopropilo - alylo - barbiturowego rozpuszcza się w 1300 częściach wagowych wody z 118,7 części wagowych 33,7% -owego ługu sodowego. Do roztworu tego wkrapla się, dobrze mieszając, 126 części wagowych siarczanu dwumetylowego. Reakcja

następuje natychmiast z jednoczesnem ogrzaniem się mieszaniny. Produkt mieszaniny wydziela się w postaci oleju. W celu oddzielenia zawsze powstających małych ilości kwasu tetra - alkylo - barbiturowego zadaje się mieszaninę reakcyjną 118,7 części wagowych 33,7% -owego ługu sodowego, wskutek czego kwas trójalkylo - barbiturowy przechodzi znów do roztworu. Oddzielenie od kwasu czteroalkylo - barbiturowego może być następnie uskutecznione przez odfiltrowanie lub wyciąganie. Z roztworu soli sodowej wytrąca się kwasem kwas *N* - metylo - C,C - alylo - izopropylo - barbiturowy. Może on być oczyszczony przez destylację próżniową (punkt wrzenia 176 — 178°C pod ciśnieniem 12 mm) lub przez krystalizację z rozcieńczonego alkoholu lub eteru naftowego i topnieje wtedy w temperaturze 56 — 57°C.

Całkowitą ilość ługu sodowego można też dodać na początku reakcji, nie wpływając przez to szkodliwie na metylowanie siarczanem dwumetylowym.

Po reakcji siarczanem dwumetylowym wytworzony produkt przesącza się i wydziela bezpośrednio kwasem produkt reakcji z roztworu jego soli potasowcowej.

Przykład II. 184 części wagowe kwasu *N* - metylo - C - izopropylo - barbiturowego rozpuszcza się w 900 częściach wagowych wody z 133 częściami wagowymi 30% -owego ługu sodowego. Następnie dodaje się 121 części wagowych bromku alylowego i miesza w temperaturze 30 — 35°C dopóty, aż zniknie bromek alylowy. Powstający kwas *N* - metylo - C,C - alylo - izopropylo - barbiturowy oczyszcza się albo przez destylację próżniową (punkt wrzenia 176 — 178°C pod ciśnieniem 12

mm), albo przez krystalizację z rozcieńczonego alkoholu lub eteru naftowego.

Reakcja powyższa przebiega szybciej i może być dokonana w niższej temperaturze, o ile do mieszaniny reakcyjnej doda się małe ilości miedzi lub związków miedzi odpowiednio do sposobu według patentu niemieckiego Nr 526 854.

Przykład III. Do roztworu 57 części wagowych sodu w 630 częściach wagowych alkoholu absolutnego wprowadza się 110 części wagowych metylomocznika i 242 części wagowe estru kwasu izopropylo - alylo - malonowego. Całą tę mieszaninę ogrzewa się w ciągu 6 — 8 godzin w autoklawie do 105°C, następnie usuwa się alkohol przez destylację, pozostałość rozpuszcza w wodzie z lodem i po przesączeniu zakwasza. Wydzielający się kwas *N* - metylo - C,C - alylo - izopropylo - barbiturowy oczyszcza się przez destylację próżniową lub krystalizację z alkoholu rozcieńczonego lub eteru naftowego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania kwasu *N* - metylo - C,C - alylo - izopropylo - barbiturowego, znamienny tem, że na kwas C,C - alylo - izopropylo - barbiturowy działa się środkami metylującymi lub na kwas *N* - metylo - C - izopropylo - barbiturowy — haloidkami alylowymi, lub też na ester alylo - izopropylo - malonowy działa się metylomocznikiem.

F. Hoffmann - La Roche & Co.
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.