

Warszawa, 15 kwietnia 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C07d 31/44

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21196.

Kl. 12 p, 1/01.

Chemische Fabrik von Heyden Aktiengesellschaft
(Radebeul-Dresden, Niemcy).

Sposób wytwarzania pochodnych pirydylo-amin.

Zgłoszono 5 lutego 1934 r.

Udzielono 20 marca 1935 r.

Pierwszeństwo: 8 marca 1933 r. (Niemcy).

Wykryto, że przez działanie środków acylujących na etery 2-oksy-5-amino-pirydyny otrzymuje się nieznane dotychczas związki pirydynowe. Ponieważ etery 2-oksy-5-amino-pirydyny można z łatwością wytwarzać w stanie bardzo czystym przez redukcję związków nitrowych, otrzymywanych według patentu niemieckiego Nr 568549, więc i etery 2-oksy-5-amino-pirydyny, acylowane przy azocie aminowym, są również łatwo dostępne.

Wyróżniają się one prócz tego cenniejszymi właściwościami, zwłaszcza pod względem farmakologicznym. Tak więc np. sze-

reg tych związków wykazuje wybitne działanie znieczulające i uspokajające, np. 2-etoksy-5-acetyloamino-, 2-etoksy-5-propionyloamino- oraz 2-etoksy-5-butyryloamino-pirydyna. W przeciwieństwie do podobnie działających związków szeregu benzenowego, np. fenetydyny, przy stosowaniu acylowanych pirydyno-amino-eterów, opisanego tutaj typu, wytwarzanie się methemoglobiny jest bardzo słabe lub nie występuje zupełnie, tak iż związki te są doskonale znoszone nawet przez koty, specjalnie wrażliwe w tym kierunku.

A zatem acylowane etery 2-oksy-5-

amino-pirydyny stanowią cenne środki lecznicze; do ich wytwarzania można stosować zwykłe sposoby acylowania grup aminowych.

Przykład I. 2-etoksy-5-acetylo-amino-pirydyna. 100 g 2-etoksy-5-amino-pirydyny (punkt topnienia 68°C) rozpuszcza się w 400 cm³ suchego eteru i pod chłodnicą zwrotną zadaje powoli 100 cm³ bezwodnika octowego. Po dodaniu bezwodnika większa część produktu reakcji wytrąca się w postaci krystalicznej i zostaje odsączona, pozostała zaś część otrzymuje się przez odparowanie rozpuszczalnika.

Wydajność wynosi 122 g = 95% ilości teoretycznej.

Związek ten, przekrystalizowany z wody, tworzy długie bezbarwne słupy o temperaturze topnienia 123°C.

Przykład II. 2-etoksy-5-propionyloamino-pirydyna. 100 g 2-etoksy-5-amino-pirydyny rozpuszcza się w 500 cm³ suchego eteru i, odpowiednio do przykładu I, działa się 100 g bezwodnika propionowego. Otrzy-

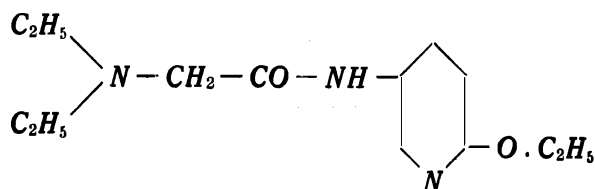
muje się około 95% ilości teoretycznej 2-etoksy-5-propionylo-amino-pirydyny w postaci czerwonej masy krystalicznej.

Po przekrystalizowaniu z octanu etylowego i eteru naftowego albo z wody substancja ta tworzy bezbarwne kryształy o temperaturze topnienia 95—96°C.

Przykład III. 2-etoksy-5-butyryloamino-pirydyna. 30 g 2-etoksy-5-amino-pirydyny i 16 g suchej pirydyny rozpuszcza się w 200 cm³ suchego eteru i zadaje 25 g chlorku normalnego kwasu masłowego. Po skończonej reakcji mieszaninę reakcyjną alkalizuje się, oddziela roztwór eterowy i odparowuje eter. Pozostałość tworzy, po wstrząsaniu z wodą, masę krystaliczną, ważącą 43 g.

Po krystalizacji z octanu etylowego i eteru naftowego otrzymana substancja tworzy cienkie białe igły o temperaturze topnienia 91—92°C.

Przykład IV. 2-etoksy-5-dwuetyloamino-acetyloamino-pirydyna.



Z 2-etoksy-5-amino-pirydyny i chlorku kwasu chlorooctowego wytwarza się 2-etoksy-5-chloro-acetyloamino-pirydynę. Związek ten gotuje się przez 6 godzin w roztworze toluenowym z 2 mólami dwuetyloaminy. Po odsączeniu chlorowodoru dwuetyloaminy pozostałość destyluje się w próżni. Temperatura wrzenia = 167—168°C pod ciśnieniem 0,08 mm.

Otrzymany olej po zaszczepleniu krzepnie na kryształy, łatwo rozpuszczalne we wszystkich rozpuszczalnikach z wyjątkiem wody; po przekrystalizowaniu ich z bardzo

małej ilości eteru naftowego o temperaturze wrzenia 45—50°C otrzymuje się piękne kryształy, topniejące w temperaturze 42—43°C, przyczem wydajność jest bardzo dobra.

Przykład V. 2-butoksy-5-acetyloamino-pirydyna. 100 g 2-butoksy-5-amino-pirydyny (punkt wrzenia 142—143°C pod ciśnieniem 9 mm) traktuje się, jak w przykładzie I, bezwodnikiem octowym w eterze. Po zwykłej przeróbce otrzymana substancja tworzy krystaliczną masę, którą otrzymuje się z octanu etylowego albo z wody w po-

staci bezbarwnych kryształów o temperaturze topnienia 86°C. Wydajność wynosi 95% ilości teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania pochodnych pirydylo-amin, znamienny tem, że etery 2-oksy-

5-amino-pirydyny poddaje się działaniu środków acylujących.

Chemische Fabrik von Heyden
Aktiengesellschaft.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.