



Patent dodatkowy:
do patentu _____

Zgłoszono: 15.XII.1964 (P 106 631)

Pierwszeństwo: 18.XII.1963 Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Opublikowano: 21.XI.1966

Kl. 12 p, 1/01

MKP C 07 d 31/24

UKD

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy

Współtwórcy wynalazku: prof. dr Hauschild, dr Wiezorek, dr Schmiedel

Właściciel patentu: VEB Farbenfabrik Wolfen, Wolfen (Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób wytwarzania dwuhaloidków dwu-(hydroksyiminoformylopirydyniometylowych)

1
Przy zatruciach organicznymi estrami kwasu fosforowego dobrymi odtrutkami są aromatyczne oksymy. Najlepsze efekty uzyskano przy zastosowaniu środków o ogólnym wzorze 1, w którym X oznacza chlor lub brom, a n oznacza liczbę 3 lub 4.

Znane są również związki wywodzące się, na przykład z eteru dwuetylowego lub dwuetyloaminy. Wadą ich jest znacznie większa toksyczność. Stąd też nie znalazły one jako odtrutki szerszego zastosowania.

Według wynalazku stwierdzono, że jeżeli w związkach o wzorze 1 zastąpi się środkową grupę metylenową w łańcuchu trójmetylenowym przez heteroatomy, to można uzyskać produkt o wzorze 2, w którym Hal oznacza chlor, brom lub jod, Y — oznacza grupę $-CH = N-OH$, a X — oznacza tlen, azot, fosfor lub siarkę, wykazujący znacznie lepsze działanie terapeutyczne oraz ochronne działanie profilaktyczne. Wbudowanie układów pierścieniowych do łańcuchów węglowodorowych o wyżej opisanej długości nie pozwala natomiast na zwiększenie efektywności środka.

Związki o wzorze 2 mają korzystniejsze działanie niż znane dotychczas związki o wzorze 1. Związki o wzorze 2 są lepsze nawet od bardzo dobrego znanego preparatu, jakim jest dwubromek N,N'-trójmetyleno-bis-4-hydroksyiminoformylopirydyniowy.

2
Stwierdzono ponadto, że związki o wzorze 2 oraz ich pochodne o wzorze 3, w którym Hal oznacza chlor, brom lub jod, X — tlen lub grupy NZ, PZ lub SZ, przy czym Z oznacza wodór grupę alkilową, atom tlenu lub resztę O_2 , a Y — resztę $-CH = N-OH$, można otrzymywać z dobrą wydajnością, jeżeli pirydynoaldoksymy, zwłaszcza 4-pirydynoaldoksym poddaje się reakcji w rozpuszczalniku, zwłaszcza metanolu, etanolu, nitrometanu lub nitroetanu z czystymi lub rozpuszczonymi w rozpuszczalnikach związkami dwuchlorowcometylowymi fosforu, tlenu, siarki i azotu lub z ich tlenkami, w atmosferze gazów obojętnych, zwłaszcza azotu, a otrzymane produkty reakcji ekstrahuje się rozpuszczalnikami, zwłaszcza metanolem i etanolem.

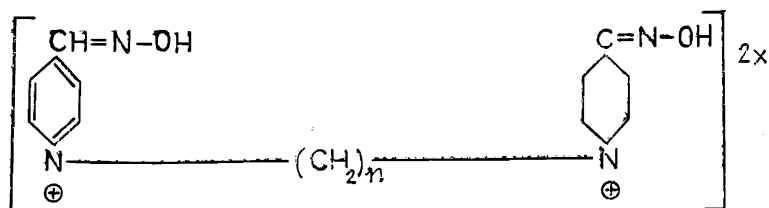
Przykład. Dwubromek eteru dwu-(4-hydroksyiminoformylopirydynio-metylowego). 24 g pirydyno-4-aldoksymu (0,2 mola) rozpuszcza się podczas mieszania w nitrometanu, a następnie wkrapla się w temperaturze wrzenia 22 g (0,11 mola) eteru 1,3-dwubromodwumetylowego rozpuszczonego w 80 ml nitrometanu. Wkraplanie prowadzi się doprowadzając równocześnie azot. Powstaje żółty osad. Następnie ogrzewa się całość w ciągu 7 godzin pod chłodnicą zwrotną. Pozostałość ogrzewa się dwukrotnie do wrzenia z 200 ml alkoholu w ciągu 30 minut pod chłodnicą zwrotną, a uzyskaną substancję sący się na pompie próżniowej. Wydajność 41 g produktu surowego, co odpowia-

da 91,5% wydajności teoretycznej. Po dwukrotnym przekrystalizowaniu z wody uzyskuje się produkt o temperaturze topnienia 202°C.

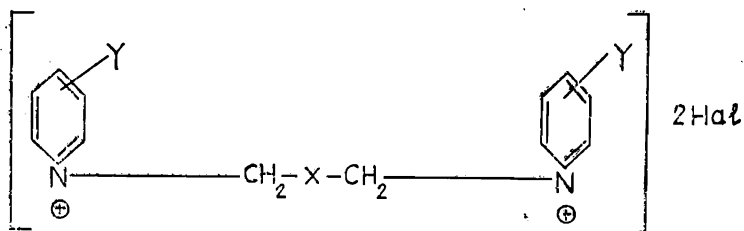
Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwuhaloidek dwu-(hydroksyiminoformylopirydyniometylowych) o ogólnym wzorze 3, w którym Hal oznacza chlor, brom lub jod, X — tlen lub grupy NZ, PZ lub SZ przy czym Z oznacza wodór, grupę alkilową, atom tle-

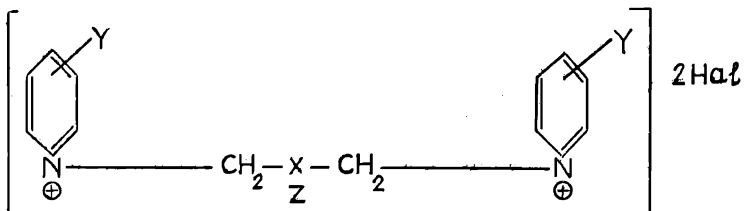
nu lub resztę O₂, a Y — resztę -CH=N-OH, zamienny tym, że pirydynoaldoksymy, zwłaszcza 4-pirydynoaldoksym poddaje się reakcji w rozpuszczalniku, zwłaszcza metanolu, etanolu, nitrometanu lub nitroetanu z czystymi lub rozpuszczonymi w rozpuszczalnikach związkami bis-chlorometylowymi fosforu, tlenu, siarki lub azotu albo z ich tlenkami, w atmosferze gazów obojętnych, zwłaszcza azotu, a otrzymane produkty reakcji ekstrahuje się rozpuszczalnikami, zwłaszcza metanolem i etanolem.



Wzór 1



Wzór 2



Wzór 3