

CO7c 143/80

Opublikowano dnia 10 lipca 1958 r.

COA g 143/80



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 41472

Kl. 12 q, 6/03

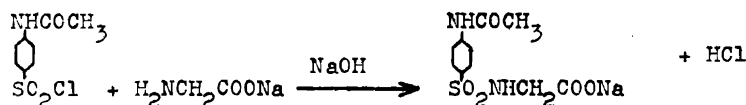
Akademia Medyczna w Łodzi
 /Wydział Farmaceutyczny - Zakład Technologii Środków Leczniczych/^{x/}
 Łódź, Polska

Sposób wytwarzania N-/ N-acetylosulfanililo /-glicyny

Patent trwa od dnia 18 lipca 1957 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania N- /N-acetylosulfanililo /-glicyny.

Wytwarzanie N-/ N-acetylosulfanililo/-glicyny, jednego z wielu leków sulfamidowych, polega na traktowaniu p-acetyloaminobenzenosulfochloru glicyną w obecności ługu sodowego. Reakcja przebiega według następującego schematu:



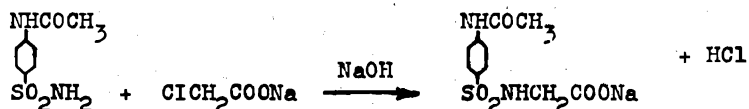
Techniczny p-acetyloaminobenzenosulfochlorurek otrzymuje się w postaci pasty zawierającej wodę. Obecność wody wywołuje w czasie przechowywania sulfochloru jego hydrolizę, w związku z czym powinien on być poddawany możliwie

^{x/} Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Stefan Grudziński.

szybko dalszemu przerobowi. Drugi z substratów, a mianowicie glicyna, jest produktem stosunkowo drogim.

Przy przeprowadzaniu wyżej opisanej syntezy wydajność produktu nie przekracza 70% wydajności teoretycznej /w odniesieniu do obydwóch substratów/, przy czym pozostały nieprzereagowany sulfochlorek ulega całkowicie hydrolizie, wobec czego odzyskiwanie jego jest rzeczą niemożliwą.

Według wynalazku N-/ N-acetylosulfanililo/-glicynę otrzymuje się z amidu kwasu p-acetylosulfanilowego i kwasu jednochlorooctowego w środowisku zasadowym/ np. żugów potasowców i wapniowców/. Reakcja przebiega według następującego schematu:



Amid kwasu p-acetylosulfanilowego jest produktem trwałym i tylko nieznacznie droższym od sulfochlorku, natomiast kwas jednochlorooctowy jest znacznie tańszy od glicyny.

Wydajność procesu według wynalazku wynosi 80% wydajności teoretycznej, przy czym pozostały nieprzereagowany amid kwasu p-acetylosulfanilowego /w ilości 20%/ można łatwo odzyskać z mieszaniny poreakcyjnej. Wpływa to na dalsze obniżenie kosztów wytwarzania N-/ N- acetylosulfanililo/-glicyny. W celu odzyskania nieprzereagowanego amidu kwasu p- acetylosulfanilowego mieszaninę poreakcyjną zakwasza się kwasem solnym do odczynu słabo kwaśnego /wobec papierka lakmusowego/ i odsącza wydzielający się przy tym nieprzereagowany amid. Następnie przesącz zakwasza się dalszą ilością stężonego kwasu solnego aż do całkowitego wydzielenia się N-/N- acetylosulfanililo/-glicyny.

Przykład. 107 g amidu kwasu p- acetylosulfanilowego rozpuszcza się w równej molowo ilości 8%-owego żugu sodowego. Do otrzymanego roztworu dodaje się 47,5 g kwasu jednochlorooctowego rozpuszczonego w równej molowej ilości 8%-owego żugu sodowego, po czym mieszaninę reakcyjną gotuje się pod chłodnicą zwrotną w ciągu 2 godzin. Po ostudzeniu mieszaniny reakcyjnej dodaje się do niej stężonego kwasu solnego do odczynu słabo kwaśnego /wobec papierka lakmusowego/, przy czym wypada z niej nieprzereagowany amid kwasu p- acetylosulfanilowego w ilości 21 g, który odsącza się.

Następnie przesącz dalej zakwasza się stężonym kwasem solnym, przy czym wydziela się N-/N- acetylosulfanililo/-glicyna, którą odsącza się, przemyma małą ilością wody i suszy na powietrzu. Otrzymuje się 109 g N-/N- acetylosulfanililo/-glicyny o temperaturze topnienia 230-232°C.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania N-/N- acetylosulfanililo/-glicyny, znamienny tym,

że gotuje się zasadowe roztwory amidu kwasu p-acetylosulfanilowego i kwasu jednochlorooctowego, a oziębioną mieszaninę poreakcyjną zakwasza się kwasem solnym aż do całkowitego wydzielania się N-/N-acetylosulfanililo/-glicyny, którą odsącza się i suszy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że mieszaninę poreakcyjną zakwasza się kwasem solnym najpierw do odczynu słabo kwaśnego, odsącza wydzielający się nieprzereagowany amid kwasu sulfanilowego, po czym przesącz zakwasza się dalszą ilością kwasu solnego aż do wydzielania się N-/N-acetylosulfanililo/-glicyny.

A k a d e m i a M e d y c z n a w Ł o d z i
/ W y d z i a ł F a r m a c e u t y c z n y -
Z a k ł a d T e c h n o l o g i i S r o d k ó w L e c z n i c z y c h /

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych