

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

70 908

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12p, 4/01

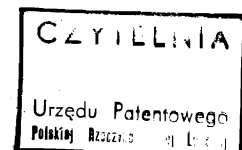
Zgłoszono: 26.06.1971 (P.149074)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07d 93/08

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 26.06.1974



Twórcy wynalazku: Mieczysław Adamus, Jerzy Gawłowski, Julian Mirek
Uprawniony z patentu tymczasowego: Krakowskie Zakłady Farmaceutyczne
„Polfa”, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania 2-amino-5,6,7,8-czterohydrospiro-(4H)-3,1-benzotiazyno- -4,1-cykloheksanu

Sposób wytwarzania 2-amino-5,6,7,8-czterohydrospiro-(4H)-3,1-benzotiazyno-4,1-cykloheksanu o wzorze strukturalnym przedstawionym na rysunku. W literaturze nie jest opisany sposób wytwarzania 2-amino-5,6,7,8-czterohydrospiro-(4H)-3,1-benzotiazyno-4,1-cykloheksanu(I), który ma zastosowanie jako półprodukt do syntezy środków farmaceutycznych o charakterze leków.

Sposobem według wynalazku aminę (I) wytwarza się przez działanie cykloheksanonu na tiomocznik w obecności stężonego kwasu solnego i kwasu p-toluenosulfonowego, następnie otrzymany produkt cyklokon-denzacji rozpuszcza się w alkoholu-etylowym, zadaje roztworem ługu sodowego i wydzieloną aminę (I) krystalizuje z alkoholu etylowego lub benzenu.

Otrzymana sposobem według wynalazku amina (I) ma wysoką czystość chemiczną i nadaje się bezpośrednio do syntezy dalszych pochodnych mających zastosowanie w lecznictwie.

P r z y k ł a d: 100 g cykloheksanonu, 38 g tiomocznika, 100 g stężonego kwasu solnego, 8,5 g katalizatora kwasu toluenosulfonowego ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną i utrzymuje we wrzeniu przez 3 godziny. Przez cały czas ogrzewania zawartość kolby miesza się energicznie. Następnie zawartość kolby wylewa się do miski porcelanowej i dodaje wody destylowanej, sączy i pozostały osad suszy, po czym rozpuszcza w alkoholu etylowym. Do alkoholowego roztworu dodaje się mieszając, na gorąco, 45% roztwór ługu sodowego do uzyskania pH 9.

Wydziela się wolna amina (I) w ilości 83 g którą krystalizuje się z alkoholu etylowego lub benzenu. Temperatura topnienia uzyskanego 2-amino-5,6,7,8-czterohydrospiro-(4H)-3,1-benzotiazyno-4,1-cykloheksanonu(I) wynosi 197°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2-amino-5,6,7,8-czterohydrospiro-(4H)-3,1-benzotiazyno-4,1-cykloheksanu o wzorze strukturalnym według załączonego rysunku, znamienny tym, że na tiomocznik działa się cykloheksanonem w obecności stężonego kwasu solnego i kwasu p-toluenosulfonowego, następnie otrzymany produkt cyklokon-denzacji rozpuszcza się w alkoholu etylowym, zadaje roztworem ługu sodowego i wydzielony 2-amino-5,6,7,8-czterohydrospiro-(4H)-3,1-benzotiazyno-4,1-cykloheksan krystalizuje z alkoholu etylowego lub benzenu.

