

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUBOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

74568

Dodruk nakładu

MKP C07d 51/20

Int. Cl.² C07D 239/62

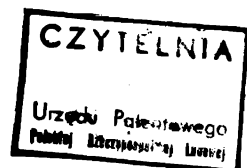
Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 30.12.1971 (P. 152704)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1976



Twórcy wynalazku: Bogusław Bobrański, Halina Matczak

Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Medyczna Instytut Chemii
i Technologii Środków Leczniczych Zakład
Chemii Farmaceutycznej, Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania kwasu 1-cykloheksylo-5-allilo-5- β -hydroksypropylobarbiturowego

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania kwasu 1-cykloheksylo-5-allilo-5- β -hydroksypropylobarbiturowego, będącego materiałem wyjściowym do wytworzenia środków o silnym działaniu przeciwzapalnym takich, jak niektóre pochodne kwasu 1-cykloheksylobarbiturowego zawierające w położeniu 5 oprócz grupy allilowej inne grupy funkcyjne. Kwas 1-cykloheksylo-5-allilo-5- β -hydroksypropylobarbiturowy o wzorze przedstawionym na załączonym rysunku jest związkiem nowym, dotychczas nie opisanym.

Zgodnie ze sposobem według wynalazku można go otrzymać wprowadzając kwas 1-cykloheksylo-5,5-dwuallilobarbiturowy w temperaturze -2 do $+5^{\circ}\text{C}$ do kwasu siarkowego o stężeniu powyżej 50% i mieszając do chwili rozpuszczenia się go. Powstały roztwór wlane na lód wydziela krystaliczny kwas 1-cykloheksylo-5-allilo-5- β -hydroksypropylobarbiturowy o temperaturze topnienia $110-126^{\circ}\text{C}$ będący mieszaniną dwóch izomerów przestrzennych. W celu oddzielenia izomerów ekstrahuje się benzyną łatwiej rozpuszczalny izomer o temperaturze topnienia $129-130^{\circ}\text{C}$ i krystalizuje z wrzącej benzyny. Pozostały drugi izomer o temperaturze topnienia 157°C krystalizuje się z czterochlorku węgla.

Przykład: 3 g kwasu cykloheksylo-5,5-dwuallilobarbiturowego rozpuszcza się w 9 g stężonego kwasu siarkowego oziębionego do temperatury -2°C . Po upływie 1/2 godziny powstały roztwór wylewa się na 90 g drobno potłuczonego lodu i odsącza wydzielony osad. Osad ten rozciera się z wodą, odsącza i przemywa wodą aż do zaniku reakcji kwaśnej na lakmus. Temperatura topnienia mieszaniny izomerów wynosi $110-126^{\circ}\text{C}$.

W celu rozdzielenia, suchy produkt suszy się, a następnie poddaje ekstrakcji benzyną. Otrzymany po odparowaniu benzyny izomer o temperaturze topnienia $129-130^{\circ}\text{C}$ oczyszcza się przez krystalizację z wrzącej benzyny. Pozostałość po ekstrakcji krystalizuje się z czterochlorku węgla, uzyskując drugi izomer o temperaturze topnienia 157°C .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kwasu 1-cykloheksylo-5-allilo-5- β -hydroksypropylobarbiturowego, z n a m i e n n y t y m, że kwas 1-cykloheksylo-5,5-dwuallilobarbiturowy wprowadza się w temperaturze -2 do $+5^{\circ}\text{C}$ do kwasu siarkowego o stężeniu powyżej 50%, uzyskany roztwór wylewa się na lód, a wydzieloną mieszaninę izomerów

o temperaturze topnienia 110–126°C odsącza się, przy czym rozdziatu tej mieszaniny na izomery o temperaturze topnienia 129–130°C oraz 157°C dokonuje się przez ekstrakcję izomeru o temperaturze topnienia 129–130°C benzyną, a pozostały izomer o temperaturze topnienia 157°C krystalizuje się z czterochlorku węgla.

