

Opublikowano dnia 30 sierpnia 1954 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36303

Starogardzkie Zakłady Farmaceutyczne*)
(Starogard, Polska)

Kl. 12 p, 4 101

MKP 607d 91/36

607c 143/84 MS

Sposób jednoczesnego otrzymywania sulfanilamidotiazolu i sulfanilamidoguanidyny lub innych sulfamidów

Udzielono patentu z mocą od dnia 30 grudnia 1952 r.

Spośród znanych sposobów otrzymywania sulfanilamidotiazolu (para-amino-benzeno sulfono-2-aminotiazolu) najczęściej stosowanymi są dwa sposoby, pierwszy polegający na sprzęganiu 2-aminotiazolu z para-acetyloaminobenzeno-sulfochlorkiem w środowisku wodnym, w wyniku czego powstaje dwu(para-acetyloaminobenzenosulfono)-2-aminotiazol oraz drugi polegający na sprzęganiu tych samych substratów, lecz w stanie zupełnie suchym w bezwodnej pirydynie, w wyniku czego powstaje głównie para-acetyloaminobenzenosulfono-2-aminotiazol. Powstałe produkty sprzęgania po hydrolizie dają sulfanilamidotiazol.

Ze względu na konieczność stosowania bezwodnych substratów i rozpuszczalników oraz skomplikowanej i kosztownej aparatury drugi sposób nie jest szeroko stosowany, chociaż wymaga mniejszej ilości para-acetyloamino-benzeno-sulfochlorku.

Stwierdzono, że przy otrzymywaniu sulfanilamidotiazolu według pierwszego sposobu możliwe jest wykorzystanie drugiej reszty *N*-acetylosulfanilowej do jednoczesnego otrzymywania innych sulfamidów.

Stwierdzono, że dwu(para-acetyloaminobenzenosulfono)-2-aminotiazol (albo jego izomer) otrzymywany w reakcji sprzęgania 2-aminotiazolu z para-acetylo aminobenzenosulfochlorkiem może reagować z aminami również w środowisku wodnym, wodno-acetonowym, acetonowym i pochodnych acetonu, dając acetylosulfanilamidotiazol i odpowiedni acetylosulfanilamid z dobrą wydajnością.

Substancje te można oddzielić od siebie przed albo po odacetylowaniu, uzyskując w ten sposób obok sulfanilamidotiazolu inny sulfamid bez użycia para-acetyloaminobenzenosulfochlorku.

Przykład. Rozpuszcza się 2—3 części wagowych azotanu guanidyny w stechiometrycznej ilości 45% wodnego roztworu ługu sodowego,

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcą jest mgr inż. Andrzej Rudnicki w Starogardzie.

następnie dodaje się acetonu i wsypuje ostrożnie cztery części wagowe dwu (para-acetyloaminobenzenosulfono) 2-aminotiazolu albo jego izomeru iminowego. Mieszaninę ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną około 1 godziny, po czym oddestylowuje się aceton. Do pozostałości dodaje się 20—30 części wody, odsącza nierozpuszczającą się acetylosulfanilamidoguanidynę (wydajność 80—90% w stosunku do teoretycznej na czysty produkt wyjściowy), którą odacetylowuje się za pomocą 4,5% kwasu solnego w sposób ogólnie znany.

Po zakwaszeniu przesącza, wydziela się z wydajnością prawie teoretyczną acetylosulfanilamidotiazol, w postaci ciężkiego jasnego, dobrze sączącego się osadu.

Produkt ten odacetylowuje się za pomocą 12% ługu sodowego, po czym powstałą sól sodową wykrystalizowuje się przez oziębienie do

0 °C, odsącza a następnie powtórnie rozpuszcza się w wodzie i sączy z węglem aktywnym. Przez zakwaszenie przesącza kwasem octowym wytrąca się czysty biały sulfanilamidotiazol.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób jednoczesnego otrzymywania sulfanilamidotiazolu i sulfanilamidoguanidyny lub innych sulfamidów, znamieny tym, że produkt sprzęgnięcia jednej cząsteczki 2-aminotiazolu z dwoma cząsteczkami para-acetyloaminobenzenosulfochloru, wprost lub po przekrystalizowaniu poddaje się reakcji z guanidyną lub z innymi aminami w nadmiarze, w środowisku wodnym, wodno-acetonowym, acetonowym lub pochodnych acetonu.

Starogardzkie Zakłady
Farmaceutyczne

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych