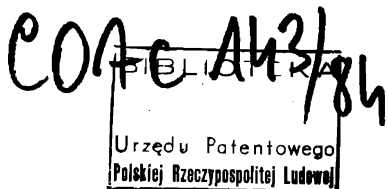


Opublikowano dnia 20 maja 1960 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43138

Kl. 12 o, 17/04

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób otrzymywania acylosulfanililoganidyn

Patent trwa od dnia 19 grudnia 1958 r.

Pierwszeństwo: 27 września 1958 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Jak wiadomo, sole amoniowe acylosulfanililoganidynów o ogólnym wzorze:



w którym RCO oznacza dowolną grupę acylową, w stanie suchym lub w obecności odpowiednich środków zawieszających ewentualnie rozpuszczalników, w temperaturze powyżej 130°C, można przegrupowywać w acylosulfanililoganidyn w ogólnym wzorze:



Z utworzonych związków można następnie otrzymywać w znany sposób sulfaganidynę, produkt o dużym znaczeniu chemoterapeutycznym.

Przy stosowaniu środków zawieszających ewentualnie rozpuszczalników konieczne jest sto-

sowanie aparatury ciśnieniowej ze względu na temperaturę wrzenia takich środków jak woda, alkohol itd., ponieważ reakcja przegrupowania wymaga co najmniej temperatury 130°C. Prócz tego w tych przypadkach należy liczyć się ze stratami.

Niedogodności te odpadają przy przeprowadzaniu przegrupowania w stanie suchym. Ogrzewa się wówczas w znany sposób odpowiednie sole amoniowe, najkorzystniej na blasze, w niezbyt grubej warstwie tak, że spiekanie występuje w jednym miejscu w temperaturze około 150°C i stopniowo postępuje w całej masie, nie dochodzi jednak do całkowitego upłynięcia. Po dalszym ogrzewaniu masa reakcyjna została się na nowo i po około 4 godzinach reakcja zostaje zakończona. Produkt reakcji przedstawia teraz związaną, porowatą cienką masę ściśle przylegającą do stosowanej blachy. Po rozdrobnieniu nieprzereagowane części soli amoniowych można łatwo usunąć przez traktowanie wodą, podczas gdy produkt reakcji przeprowadza się za

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są dr Hans Wesche, inż. Martin Ehrlich i Ursula Siegmund.

po pomocą hydrolizy w sulfaguanidynę. W powyższym sposobie niemożliwe jest prowadzenie procesu metodą ciągłą, ponieważ czas reakcji przy dobrych wydajnościach jest zbyt długi.

Stwierdzono obecnie, że czas reakcji można obniżyć do około 1/40 lub jeszcze poniżej dotychczas stosowanego czasu trwania reakcji przy niezmienionej wydajności, gdy obróbkę termiczną ewentualnie przegrupowanie przeprowadza się za pomocą ogrzewania w podczerwieni. Przy tak krótkim czasie reakcji otrzymuje się produkt znacznie jaśniejszy i wskutek swego stanu fizycznego znacznie łatwiej oddzielający się od podłoża.

Obecnie proces można prowadzić również sposobem ciągłym, na przykład na ruchomej taśmie metalowej, którą umieszcza się w odpowiednim piecu tunelowym, ogrzewanym za pomocą promieniowania podczerwonego. Nie ma przy tym znaczenia, czy sole amoniowe stosuje się w stanie wilgotnym po filtracji czy też w stanie suchym.

Przykład I. 1000 części wagowych 87,8%-owej (878 części 100%-owej) soli amoniowej acetylosulfanililocyjanomidu, w warstwie grubości 10 mm ogrzewa się w ciągu 4 minut, w temperaturze 180°C na blacie stalowej za pomocą promieniowania podczerwonego. Z produktu reakcji otrzymuje się po usunięciu części rozpuszczalnych w wodzie, to jest części nieprze-

reagowanych, 798 części wagowych acetylosulfaguanidyny, co odpowiada 91% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Taką samą ilość soli amoniowej w warstwie grubości 5 mm poddaje się działaniu podczerwieni również w temperaturze 180°C. Po takiej samej obróbce otrzymuje się 888 części wagowych acetylosulfaguanidyny, co odpowiada 89% wydajności teoretycznej. Przy przeprowadzaniu przegrupowania w zwykłym piecu ogrzewanym elektrycznie w temperaturze 180°C zachodzi już znaczny rozkład. Jednak przy pracy w temperaturze około 150°C, której celowo się nie przekracza, dla ilościowej przemiany wymagany jest czas reakcji około 4 godzin.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania acylosulfanililoguanidyn przez przegrupowanie soli amoniowych acylosulfanililocyjanamidu w stanie wilgotnym lub suchym za pomocą obróbki termicznej, znamienny tym, że obróbkę termiczną przeprowadza się za pomocą promieniowania w podczerwieni.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au,
inżynier patentowy