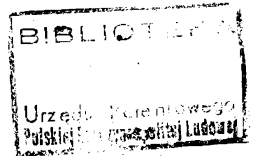


URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

№ 814.

Kl. 12 q₁.Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning,
Höchst n. M. (Niemcy).**Sposób otrzymywania metylo-siarczynowych soli drugorzędowych amin aromatyczno-alifatycznych.**

Zgłoszono: 24 maja 1921 r.

Udzielono: 17 października 1924 r.

Pierwszeństwo: 31 maja 1920 r. dla zastrz. 1; 4 marca 1921 r. dla zastrz. 2 (Niemcy).

Wykryto, że produkty, otrzymywane przez kondensację amin aromatyczno-alifatycznych drugorzędowych z dwusiarczynem aldehydomrówkowym, albo też produkty, otrzymane przez alkilowanie pochodzących z kondensacji amin aromatycznych pierwszorzędowych z dwusiarczynem aldehydomrówkowym, w stosunku do otrzymanych soli metylosiarczynowych różnią się od tamtych amin aromatycznych pierwszorzędowych znacznie silniejszym działaniem antypiretycznym.

Produkty kondensacji tworzą stałe połączenia, w wodzie łatwo rozpuszczalne, które się pod działaniem kwasów rozkładają.

Z patentów niemieckich 153196 i 156760 wiadomo, że niektóre aminy aromatyczno-alifatyczne podlegają kondensacji z dwu-

siarczynem aldehydomrówkowym. Wyszczególnione w tych patentach i należące tutaj połączenia metylo- etylo- i benzylo-aniliny nie posiadają jednak wyraźnych właściwości terapeutycznych.

Następujące przykłady wyjaśniają metodę niniejszą:

1. N-metylo- p-fenetydymo- metylosiarczyn sodu:

8,2 części 36, 6%-owego roztworu aldehydu mrówkowego, 26 części 40%-owego roztworu dwusiarczyny sodu, 15 części metylofenetydyny i 25 części alkoholu nagrzewa się aż do wrzenia. Powstaje roztwór jednorodny i następuje wydzielenie produktu reakcji. Należy odessać i oczyścić przy pomocy rozwodnionego alkoholu. Substancja ta rozkłada się w 265°, rozpuszcza łatwo

w wodzie i różni się od połączenia, wymienionego w patencie niemieckim 209695 tem, że za dodaniem kwasu solnego do roztworu wodnego kwas organiczny się nie wydziela, zaś za dodaniem azotynu następuje zabarwienie koloru krwistego i wydzielenie oleju.

2. N-etylo-p-fenetydyno metylo-siarczyn sodu:

40% i 49 części etylofenetydyny miesza się w ciągu kilku godzin w temperaturze 25—30° aż do ujednostajnienia roztworu. Mniejsza część produktu reakcji krystalizuje już przez noc, resztę zaś można otrzymać po odparowaniu pozostałego roztworu. Otrzymana sól, oczyszczona z alkoholu, nie wykazuje określonego punktu rozkładania się. Własności tego nowego połączenia są te same, co i połączenia metylowego w przykładzie 1.

3. 1-fenyl- 2,3-dimetylo- 5-pyrazolono-4-etylo-amino- metylosiarczyn sodu:

Do 25 części etyloaminoantipyriny dolewa się 8,2 części jeszcze gorącego roztworu reakcyjnego aldehydu mrówkowego 36,6%-owego i 26 części 40%-owego roztworu dwusiarczyny sodu, mieszając wszystko, poczem wkrótce powstaje przejrzysty roztwór. Roztwór w celu odwodnienia odparowuje się, najlepiej w próżni, i pozostałość oczyszcza się rozwodnionym acetonem. Substancja topi się w swej własnej wodzie krystalicznej w temperaturze 80—90° i jest nadzwyczaj łatwo rozpuszczalna w wodzie. Podczas nagrzewania z rozcieńczonym kwasem solnym oddziela się kwas siarkowy.

4. 1-fenyl- 2,3-dimetylo- 5-pyrazolono-4-etyloamino- metylosiarczyn sodu:

Słabo nagrzany roztwór z 32 części 1-fenyl- 2,3-dimetylo-5-pyrazolono-4-aminometylo

siarczyny sodu i 6 części węglanu sodu w 150 częściach wody wstrząsamy z 17 częściami dwuetylosiarczyny. Po ukończeniu reakcji należy odparować aż do krystalizacji i rozpuścić w rozcieńczonym acetonie. Otrzymana substancja topi się między 80 a 90° i jest identyczna z uzyskaną w przykładzie 3-cim.

5. N-etylofenetydyno-metylosiarczyn sodu:

50 części p-fenetydyno-metylosiarczyny sodowego (zw. w handlu neralteinem) i 13 części węglanu sodu należy zagnieść z 34 częściami dietylo-siarczyny i podgrzewać na kąpieli wodnej aż do ukończenia wydzielania się CO_2 ($\frac{1}{2}$ godziny). Masę reakcyjną można następnie oczyścić z rozcieńczonego alkoholu. Uzyskana tą drogą substancja nie posiada dokładnie określonego punktu rozkładu i jest identyczna z substancją, otrzymaną w przykładzie 2.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania metylosiarczynowych soli drugorzędowych amin aromatyczno-alifatycznych, tem znamienny, że aminy aromatyczno-alifatyczne drugorzędowe, z wyjątkiem aniliny metylowej, etylowej i benzylowej, przeobrażamy przez kondensację z dwusiarczynem aldehydomrówkowym na metylosiarczynowe sole aminów aromatyczno-alifatycznych drugorzędowych.

2. Odmiana sposobu otrzymywania połączeń, według zastrz. 1, tem znamienna, że sole metylosiarczynowe, otrzymane przez kondensację amin aromatycznych pierwszorzędowych z dwusiarczynem aldehydomrówkowym, zamieniają się przez alkilowanie na sole metylosiarczynowe, otrzymane przez kondensację amin aromatyczno-alifatycznych wtórnych.

Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.