

22 grudnia 1931 r.

COZ d 33/50

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14847.

Kl. 12 p 1.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel,
(Bazylea, Szwajcaria).

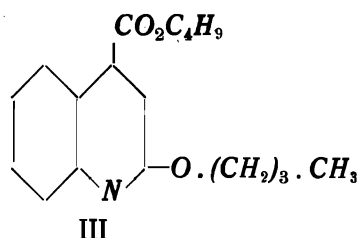
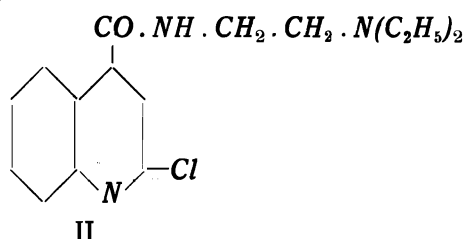
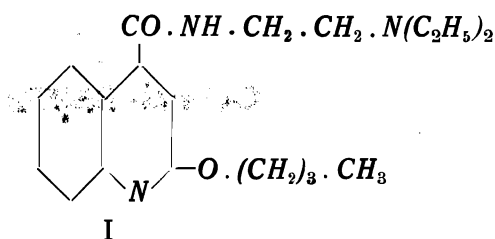
Sposób otrzymywania zasadowych pochodnych podstawionych kwasów chinolinokarbonowych.

Zgłoszono 7 stycznia 1929 r.
Udzielono 21 października 1931 r.

Stwierdzono, że można otrzymać zasadowe pochodne podstawionych kwasów chinolinokarbonowych, skoro alkylenowie-
loamidy kwasów chlorowco-chinolinokarbonowych lub ich produkty podstawienia zadać bądź pochodnemi metalowemi związków tłuszczowych lub cyklicznych związków tlenowych, zawierających więcej niż dwa atomy węgla, bądź też samemi wolnemi związkami w obecności środków wiążących kwasy, albo też jeśli kwasami oksychinolinokarbonowemi, względnie ich pochodnemi kwasowemi lub produktami podstawienia, których wodór hydroksylowy, znajdujący się w pierścieniu, jest podstawiony tłuszczową lub cykliczną resztą węglowodorową o więcej niż dwóch ato-

mach węgla, działać na wieloaminy alkylenowe, które zawierają co najmniej jedną pierwszo- lub drugorzędową i co najmniej jedną trzeciorzędową grupę aminową.

I tak, np., dwuetyloetylenowy dwuamid kwasu α -(n-butyloksy)- γ -chinolinokarbonowego (wzór I) można otrzymać, zadając bądź dwuetyloetylenowy dwuamid kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego (wzór II) butylanem sodowym, względnie alkoholem butylowym w obecności środków wiążących kwas, jak np. wodorotlenku alkalicznego, sody i t. d., lub też działając na ester butylowy kwasu α -(n-butyloksy)- γ -chinolinokarbonowego (wzór III) asymetryczną dwuetyloetylenodwuaminą.



Otrzymane produkty dają z kwasami sole rozpuszczalne w wodzie. Posiadają one działanie lecznicze, zwłaszcza znieczulające działanie miejscowe.

Przykład I. Roztwór 2,5 cz. sodu w alkoholu butylowym gotuje się pod chłodnicą zwrotną z 30 cz. dwuetyloetylenowego dwuamidu kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego (bezbarwne kryształy, p. topl. 74°C ; dwuamid otrzymuje się z kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego i asymetrycznej dwuetyloetylenodwuaminy) i po ukończonej reakcji oddestylowuje nadmiar alkoholu butylowego. Pozostałą zasadę rozpuszcza się w eterze, przemywa wodą i suszy. Następnie odpędza się rozpuszczalnik. Dwuetyloetylenodwuamid kwasu α -(*n*-butylooksy)- γ -chinolinokarbonowego tworzy bezbarwne kryształy o p. topl. 64°C . Daje się on przekrystalizowywać z eteru naftowego, podczas gdy w innych rozpuszczalnikach organicznych jest rozpuszczalny z łatwością.

Zamiast rozpuszczać metal w nadmiarze alkoholu butylowego, można również stosować butylan w roztworze benzenowym lub toluenowym. Dalej reakcja w alkoholu butylowym daje się prowadzić również w obecności środków wiążących kwasy, jak np. KOH, soda.

Przykład II. Jednakowe części *n*-buty-

lowego estru kwasu α -(*n*-butylooksy)- γ -chinolinokarbonowego (żółty olej, otrzymany z 1 cząsteczki molowej chlorku kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego i 2 cząsteczek molowych butylanu sodowego) i asymetrycznej dwuetyloetylenodwuaminy ogrzewa się na kąpieli olejowej do ukończenia reakcji o temperaturze 130°C . Nadmiar zasady oddestylowuje się w próżni i pozostałość rozpuszcza w eterze. Powstałą zasadę wyciąga się kwasem, osadza z jej wodnego roztworu ponownie sodą i przekrystalizowuje z eteru naftowego. Jest ona identyczna z produktem, otrzymanym w przykładzie I.

Ilość użytej wieloaminy można zmieniać w dowolnych granicach.

Przykład III. Roztwór 2,3 cz. sodu w alkoholu izoamyłowym gotuje się z 30 cz. trójetyletylenodwuamidem kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego (żółtawy olej o p. wrzenia 165°C przy prawie 0,015 mm ciśnienia, otrzymany z chlorku kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego i trójetyletylenodwuaminy) i wydziela po oddestylowaniu nadmiaru alkoholu amyłowego, według przykładu I.

Trójetyletylenodwuamid kwasu α -izoamylooksy- γ -chinolinokarbonowego tworzy żółtawy olej o p. wrzenia 165 — 168°C przy prawie 0,01 mm ciśnienia. Jest on łatwo-

rozpuszczalny w organicznych rozpuszczalnikach. Z kwasami zasada ta daje jeszcze np. następujące zasady: obojętne, rozpuszczalne w wodzie sole.

Dwuetyloetylenodwuamid kwasu	α -(<i>n</i> -propylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 63°C
"	" α -allylooksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 57°C
"	" α -izobutylooksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 76°C
"	" α -(<i>n</i> -amylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 72°C
"	" α -izoamylooksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 35°C
"	" α - <i>n</i> -heptylooksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 66°C
"	" α -benzylooksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 119°C
"	" α -cykloheksylooksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy o p. topl. 69°C
"	" α -fenetoksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 90°C
"	" α -(<i>p</i> -metoksy-fenoksy)- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 108°C
Piperydino- β - <i>N</i> -etyloamid kwasu	α -(<i>n</i> -butylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 93°C
Trójetyletylenodwuamid kwasu	α -(<i>n</i> -propylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	żółtawy olej p. wrzenia 155°C/0,008 mm
"	" α -(<i>n</i> -butylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	żółtawy olej p. wrz. 163°C/0,01 mm
"	" α -(<i>n</i> -amylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	żółtawy olej p. wrz. 175°C/0,02 mm
"	" α -(cykloheksylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	żółtawy olej p. wrz. 185°C/0,015 mm
"	" α -(benzylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	żółtawy olej p. wrz. 192°C/0,01 mm
<i>N</i> -metylopiperazyd kwasu	α -(<i>n</i> -butylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 145°C
Bis-(dwuetyloaminoetylo-imid kwasu	α -(<i>n</i> -butylooksy)- γ -chinolinokarbonowego	żółtawy olej p. wrz. 172°C/0,008 mm
Dwuetyloetylenodwuamid kwasu	α -etylooksyetoksy- γ -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 85°C
"	" α -(<i>n</i> -butylooksy)- β -chinolinokarbonowego	bezbarwne kryształy p. topl. 51°C

Piperydino- β -(*N*-etylo)amid kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego (bezbarwne kryształy p. topl. 147°C) i bis-(dwuetyloaminoetylo)-imid tegoż kwasu (żółtawy olej, p. wrz. 165—170°C/0,01 mm) można otrzymać z chlorku kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego i piperydino- β -(*N*-etylo)-aminy względnie bis-(dwuetyloaminoetylo)-imidu.

N-metylopiperazyd kwasu α -chloro- γ -chinolinokarbonowego (bezbarwne kryształy, p. topl. 208°C) tworzy się z chlorku kwasu α -chloro- γ -chinolino-karbonowego i *N*-jednometylopiperazyny w roztworze alkalicznym. Roztwór zasady ostatej otrzymuje się działaniem 1 cząsteczki molowej siarczanu dwumetylowego na 1 cząsteczkę molową piperazyny w wodzie.

Bis-(dwuetyloaminoetylo)-imid (bezbarwny olej, p. wrz. 105—110°C/8mm) tworzy się, np., z chloroetylodwuetyloaminy i amonjaku.

Dwuetyloetylenodwuamid (żółtawy olej) otrzymuje się zapomocą reakcji między chlorkiem kwasu α -chloro- β -chinolino-karbonowego i asymetryczną dwuetyloetylenoaminą.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania zasadowych pochodnych podstawionych kwasów chinolinokarbonowych, znamienny tem, że na alkylenowieloamidy kwasów chlorowcochinolinokarbonowych lub ich produkty podstawienia działa się bądź pochodnemi metalowemi tłuszczowych lub cyklicznych oksy-związków, zawierających więcej niż dwa atomy węgla, bądź samemi wolnemi oksy-związkami w obecności środków wiążących kwasy, albo też kwasami oksychinolinokarbonowemi, względnie ich pochodnemi kwasowemi lub produktami podstawienia, których wodór hydroksylowy, znajdujący się w pierścieniu, jest podstawiony resztą węglowodorową tłuszczową lub cykliczną o więcej niż dwóch atomach węgla, działa się na alkylenowieloaminy, zawierające co najmniej jedną pierwszorzędową lub drugorzędową i co najmniej jedną trzeciorzędową aminogrupę.

Gesellschaft für Chemische
Industrie in Basel.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

