



2 229

222908

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

por «PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE UN ÁCIDO PIRIDINSULFÍNICO», a favor de F.HOFFMANN-LA ROCHE & CIE. SOCIÉTÉ ANONYME, de nacionalidad suiza, domiciliada en BALE (Suiza).

. = .

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un nuevo ácido piridinsulfínico que está caracterizado porque se transpone un halogenuro de 3-piridinsulfonilo con hidrazina, tratando la hidrazida del ácido 3-piridinsulfénico formada con un carbonilcompuesto que contiene a lo menos 3 átomos de carbono.

10. La transposición entre el halogenuro de piridinsulfonilo y el hidrato de hidrazina, tiene lugar convenientemente en un disolvente orgánico, como etanol o benceno. La hidrazida del ácido 3-piridin-sulfénico formada, ventajosamente es aislada y

222908



- purificada por recristalización, antes de que sea ulteriormente tratada. Para la simplificación del procedimiento, no obstante, se puede asimismo tratar ulteriormente la solución reaccional directamente sin elaboración ulterior. Por la reacción
5. de carbonilcompuestos con a lo menos 3 átomos de carbono, con la hidrazida del ácido 3-piridinsulfónico se forma, en una reacción ligeramente exotérmica, ácido 3-piridinsulfínico. Como medio reaccional se utiliza al efecto, ventajosamente agua. Apropriados carbonilcompuestos son por ejemplo acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona, acetnilacetona, ciclohexanona, acetofenona, beta-ionona, propionaldehido, isobutiraldehido, benzaldehido, etc.
- 10.

- El ácido 3-piridinsulfínico, obtenible según la invención, es un nuevo compuesto que contrarresta el efecto vitamínico fisiológico de la nicotinamida, ejerciendo por consiguiente una
15. influencia amortiguadora en el metabolismo. Puede ser utilizado como medicamento.

EJEMPLO 1

- A una solución de 25 g de hidrato de hidrazina al 100% en
20. 150 cc de etanol se adiciona, bajo agitación, 30 g de clorhidrato de cloruro de 3-piridinsulfonilo finamente pulverizado tan lentamente que la temperatura reaccional no rebasa 50°. Bajo enérgica agitación se deja enfriar la solución a temperatura ambiente, filtrando los cristales formados de monoclorhidrato
25. de hidrazina. Se adiciona benceno al filtrado y se destila la solución bajo presión atmosférica, para eliminar la mezcla ternaria de agua, benceno, y alcohol. Al efecto se forma una segunda cantidad de monoclorhidrato de hidrazina que es filtrada. El filtrado es concentrado a un volumen de 50 cc. Se adiciona
30. acetonitrilo hasta enturbiamiento incipiente. Al dejar reposar

22288



a 4° durante la noche se forman cristales amarillo claro de hidrazina del ácido 3-piridin-sulfónico que son filtrados, lavados con acetonitrile, y secados. Punto de fusión 100 - 102°.

5. Una solución de 50 g de hidrazida del ácido 3-piridinsulfónico en 100 cc de agua es mezclada bajo agitación tan paulatinamente con 150 cc de acetona que la temperatura reaccional no rebasa 40°. La solución obtenida que presenta una coloración amarilla subida entonces es diluída con 1600 cc de acetona, después de lo cual se van segregando inmediatamente cristales. Se deja reposar la mezcla a 4° durante 3 horas, se filtra y se lava los cristales amarillos de ácido 3-piridinsulfónico con acetona. Después del secado de estos cristales al aire, funden a 161 - 163°.

EJEMPLO 2

15. Una solución de 210 cc de hidrato de hidrazina al 85% en 800 cc de etanol, es mezclada tan lentamente bajo agitación con 194 g de clorhidrato de cloruro de 3-piridinsulfonile finamente pulverizado, que la temperatura reaccional no rebasa 30°. Entonces, la mezcla es agitada enérgicamente a temperatura ambiente durante 6 horas. Los cristales formados de monoclóridato de hidrazina son filtrados, el filtrado es diluído con el mismo volumen de benceno y seguidamente concentrado bajo presión normal a un volumen de 150 cc. Por filtración se separa una segunda cantidad de monoclóridato de hidrazina. Entonces, el filtrado es mezclado con 300 cc de acetona tan lentamente que la temperatura no excede de 40°. La solución obtenida, de coloración amarilla, es diluída con 2 litros de acetona, enfriada, y los cristales formados son filtrados del 3-piridinsulfónico. Punto de fusión 161 - 163°.

30. La invención en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indica-

