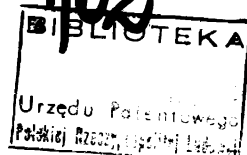


Opublikowano dnia 10 listopada 1962 r.

COYC 10/11/62



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 46436

Kl. 12 q, 6/02
Kl. internat. C 07 c

Tarchomińskie Zakłady Farmaceutyczne*)
Przedsiębiorstwo Państwowe
Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania estrów kwasów aminobenzoesowych

Patent trwa od dnia 20 marca 1961 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania estrów kwasów aminobenzoesowych przez redukcję estrów kwasów nitrobenzoesowych. Estrы kwasów aminobenzoesowych stanowią między innymi półprodukty do syntezy farmaceutycznych środków znieczulających o działaniu miejscowym.

Przy wytwarzaniu estrów kwasów aminobenzoesowych znanymi sposobami przez redukcję estrów kwasów nitrobenzoesowych stosuje się jako środki redukujące opiółki żeliwne w roztworze kwasu np. kwasu octowego lub też wódór pod ciśnieniem w obecności katalizatorów, np. dwutlenku platyny. Sposoby te wykazują

jednak pewne niedogodności, a mianowicie w przypadku redukcji wodorem wymagana jest skomplikowana i kosztowna aparatura, zaś redukcja przeprowadzana za pomocą opiółek żelaznych w roztworze kwasu octowego nie zapewnia wysokiej wydajności gotowego produktu, to jest ponad 90% teoretycznej.

Znane jest również stosowanie żelaza i chlorku amonowego do redukcji nitrozwiązków oraz nitrofenolu i eterów, przy czym stosuje się 0,1 do 0,2 mola elektrolitu na 1 mol związku nitrowego. W literaturze brak jest wzmianki, aby metodę tę można było stosować do redukcji estrów kwasów nitrobenzoesowych.

Przeprowadzone próby wykazały, że stosowanie opiółek żelaznych i chlorku amonowego do redukcji estrów kwasów nitrobenzoesowych,

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr inż. Bogdan Morawski i dr inż. Bożena Chechelska.

z zachowaniem warunków podanych dla nitrozwiązków oraz nitrofenolu i ich esterów, nie daje pożądanych efektów, gdyż wydajność jest bardzo niska rzędu około 30% teoretycznej.

Stwierdzono jednakże, że można wytwarzać estry kwasów aminobenzoowych z wydajnością około 92% teoretycznej, jeżeli redukcję estrów kwasów nitrobenzoowych prowadzi się w obecności opilek żeliwnych w roztworze wodnym chlorku amonowego jako elektrolitu, stosując na 1 mol estru kwasu nitrobenzoowego 0,6 do 3 moli chlorku amonowego, najkorzystniej 1,5 mola.

Według wynalazku proces redukcji prowadzi się w roztworze wodnym chlorku amonowego o stężeniu 2—10 n, najkorzystniej 5-normalnym w temperaturze 70—80° C, najkorzystniej 74—76° C w ciągu 6—10 godzin, stosując na 1 mol estru kwasu nitrobenzoowego 0,6—3 moli chlorku amonowego. Produkt reakcji wyodrębnia się przez ekstrakcję benzenem z mieszaniny reakcyjnej zobojętnionej uprzednio węglanem sodowym (pH=7). Po odpędzeniu benzenu, który zawraca się ponownie do procesu, otrzymuje się estry kwasów aminobenzoowych z wydajnością około 92% teoretycznej i czystości umożliwiającą stosowanie ich do dalszych procesów bez dodatkowego oczyszczania.

Sposób według wynalazku objaśnia niżej podany przykład wytwarzania estrów kwasów aminobenzoowych, przy czym podane w nim części oznaczają części wagowe.

Przykład. Do 65 części opilek żeliwnych, odtłuszczonych i oczyszczonych z rdzy, dodaje się 100 części wody i 27 części chlorku amonowego, a następnie ogrzewa do temperatury 40—60° C. Do mieszaniny dodaje się porcjami 65 części estru etylowego kwasu p-nitrobenzoowego. W czasie dodawania estru następuje

samorzutne ogrzewanie się mieszaniny, konieczne jest więc chłodzenie w celu utrzymania temperatury mieszaniny reakcyjnej około 70° C. Po dodaniu całej ilości estru mieszaninę ogrzewa się w temperaturze 75° C w ciągu 8 godzin. Następnie mieszaninę chłodzi się i dodaje porcjami techniczny węglan sodowy do uzyskania w roztworze pH=7. Produkt reakcji ekstrahuje się trzykrotnie benzenem. Połączone ekstrakty benzenowe odbarwia się węglem aktywnym. Z zagęszczonego i oziębionego ekstraktu benzenowego wykrystalizowuje ester etylowy kwasu p-aminobenzoowego, który sączy się lub odwirowuje i przemywa małą ilością wody. Otrzymuje się 50,6 części estru etylowego kwasu p-aminobenzoowego, o temperaturze topnienia 88—91° C, co odpowiada 92% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania estrów kwasów aminobenzoowych przez redukcję estrów kwasów nitrobenzoowych przy użyciu opilek żeliwnych, znamieny tym, że redukcję prowadzi się w roztworze chlorku amonowego jako elektrolitu, stosując 0,6—3 moli, najkorzystniej 1—5 mola na 1 mol estru kwasu nitrobenzoowego, w temperaturze 70—80° C, najkorzystniej 74—76° C w ciągu 6—10 godzin, po czym mieszaninę reakcyjną zobojętnia się do pH=7 i ekstrahuje benzenem, po odpędzeniu którego uzyskuje się gotowy produkt.

Tarchomińskie Zakłady
Farmaceutyczne

Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy