

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

60077

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 o, 22

Zgłoszono: 27.X.1966 (P 117 101)

Pierwszeństwo: 28.X.1965 Wielka Brytania

MKP C 07 c 121/66

Opublikowano: 25.IV.1970

UKD

Współtwórcy wynalazku: Ronald Morton Cresswell, John William
MenthaWłaściciel patentu: The Wellcome Foundation Limited, Londyn (Wiel-
ka Brytania)

Sposób wytwarzania pochodnych cyjanoacetalu benzyłowego

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarza-
nia pochodnych cyjanoacetalu benzyłowego o ogól-
nym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik alki-
lowy o 1—4 atomach węgla, korzystnie rodnik
metyłowy lub etylowy, a Ar oznacza rodnik fe-
nyłowy, ewentualnie podstawiony jednym lub kil-
koma atomami chlorowca i/lub rodnikami alkoksy-
lowymi lub alkilowymi o 1—4 atomach węgla.
Szczególnie cenne są te związki o wzorze 1, w któ-
rym R ma wyżej podane znaczenie, a Ar oznacza
grupę o wzorze 2, w którym R' oznacza rodnik al-
kilowy o 1—4 atomach węgla, zwłaszcza rodnik
metyłowy, a X i Y są jednakowe lub różne i ozna-
czają atom wodoru lub chlorowca albo grupę al-
koksyłową o 1—4 atomach węgla.

Związki o wzorze 1 są cennymi produktami wy-
ściowymi przy wytwarzaniu innych związków,
zwłaszcza pochodnych 2,4-dwuamino-5-benzylipi-
rymidyny o ogólnym wzorze 3, w którym Ar ma
wyżej podane znaczenie, stanowiących czynny
składnik środków do zwalczania bakterii.

Związki o ogólnym wzorze 1 wytwarza się zgod-
nie z wynalazkiem przez katalityczne uwodornianie
pochodnych nitrylu kwasu benzylidenoalkiloksy-
propionowego o ogólnym wzorze 4, w którym R
i Ar mają wyżej podane znaczenie. Uwodornianie
prowadzi się w środowisku alkoholu o 1—4 ato-
mach węgla, takiego jak metanol lub etanol, sto-
sując jako katalizator pallad lub platynę na węglu

2 drzewnym, przy czym proces prowadzi się ko-
rzystnie w podwyższonej temperaturze. Po zakoń-
czeniu uwodorniania oddziela się katalizator i ża-
dany produkt wyosobnia w znany sposób, na przy-
kład przez odparowanie rozpuszczalnika pod
zmniejszonym ciśnieniem i przekrystalizowanie
pozostałości.

Przy uwodornianiu związków typu związków
o wzorze 4 występuje szereg trudności, a miano-
wicie grupy alkoksylowe ulegają hydrogenolizie
lub grupa cyjanowa ulega redukcji, albo bardzo
szybko zatrzuwa katalizator, toteż wydajność tych
procesów jest niewielka. Sposób według wynalaz-
ku nie ma tych wad, wydajność reakcji jest wy-
soka, a produkt otrzymany może być bez dalszego
oczyszczania stosowany do syntez, na przykład do
wytwarzania związków o wzorze 3.

Sposób według wynalazku jest bliżej opisany w
następujących przykładach.

20 Przykład I. 21 g nitrylu kwasu α -weratryli-
deno- β,β -dwumetoksypropionowego rozpuszcza się
w 150 ml bezwodnego etanolu, dodaje 2 g 5% pal-
ladu na węglu drzewnym i umieszcza w aparacie
do uwodorniania systemem Parra. Po odpowietrze-
niu komory reakcyjnej i doprowadzeniu wodoru,
mieszaninę reakcyjną ogrzewa się do temperatury
około 50°C za pomocą promiennika podczerwieni.
Po ustaniu absorpcji wodoru odsąca się katali-
zator i z przesączu odparowuje pod zmniejszonym

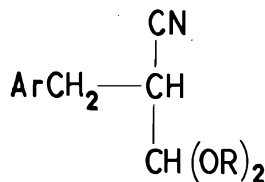
ciśnieniem rozpuszczalnik, otrzymując 21 g nitrilu kwasu α -weratrylo- β,β -dwumetoksypropionowego w postaci jasno zabarwionego oleju. Olej ten krystalizuje z trudnością, ale nie zawiera alifatycznych związków nienasyconych i może być bez dodatkowego oczyszczania stosowany do dalszych syntez.

Przykład II. Postępując w sposób analogiczny do opisanego w przykładzie I, lecz stosując równoważną ilość nitrilu kwasu α -(3,4,5-trójmetyksybenzylideno)- β,β -dwumetoksypropionowego, otrzymuje się krystaliczny nitril kwasu α -(3,4,5-trójmetyksybenzyl)- β,β -dwumetoksypropionowego o temperaturze topnienia 65,5–66,5°C.

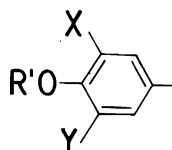
Przykład III. Postępując w sposób opisany w przykładzie I, lecz stosując nitril kwasu α -(5-bromo-3,4-dwumetoksybenzylideno)- β,β -dwumetoksypropionowego, otrzymuje się nitril kwasu α -(5-bromo-3,4-dwumetoksybenzyl)- β,β -dwumetoksypropionowego.

Zastrzeżenia patentowe

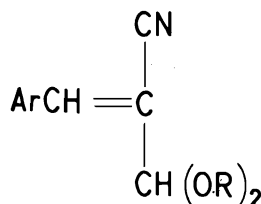
1. Sposób wytwarzania pochodnych cyanoacetalu benzylowego o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza rodnik alkilowy o 1–4 atomach węgla, a Ar oznacza rodnik fenyłowy lub grupę o wzorze 2, w którym R' oznacza rodnik alkilowy o 1–4 atomach węgla, a X i Y są jednakowe lub różne i oznaczają atom wodoru lub chlorowca albo grupę alkoksylową o 1–4 atomach węgla, **znamienny tym**, że uwodornia się katalitycznie pochodną nitrilu kwasu benzyldeno-alkiloksypropionowego o ogólnym wzorze 4, w którym R i Ar mają wyżej podane znaczenie.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako katalizator stosuje się pallad na węglu drzewnym.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako katalizator stosuje się platynę na węglu drzewnym.



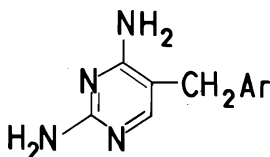
Wzór 1



Wzór 2



Wzór 4



Wzór 3