



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 216444

(11) (B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(22) Prihlášené 18 02 81

(21) (PV 1145-81)

(40) Zverejnené 31 12 81

(45) Vydané 01 06 85

(51) Int. Cl.³
C 07 C 91/04

(75)

Autor vynálezu

DEVÍNSKY FERDINAND ing., LACKO IVAN ing., KRASNEC LUDOVÍT
prof. RNDr., PIŠKOVÁ IVICA, BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy α , ω -aminoalkoholov

Vynález sa týka spôsobu prípravy α , ω -aminoalkoholov všeobecného vzorca



kde $n = 4$ až 12 redukciou príslušných omega-aminokyselín pomocou bis(2-metoxyetoxy)di-hydrogénhlinitanu sodného (Synhydrid).

Finálne zlúčeniny slúžia ako východiskové suroviny pre organické syntézy, prípravu liečiv, polymérov a pod.

Vynález sa týka spôsobu prípravy α, ω -aminoalkoholov všeobecného vzorca



kde $n = 4$ až 12 .

Zlúčeniny tohoto typu sa dajú pripraviť niekoľkými spôsobmi, napr. redukciou delta-nitrobutyl-nitritu chloridom cínatým v roztoku kyseliny chlorovodíkovej alebo redukciou príslušných hydroxynitrilov sodíkom v etanole alebo redukciou príslušných laktámov alebo esterov vhodných aminokyselín, prípadne poloesterov nitrilov dikarboxylových kyselín. Ďalšie metódy využívajú redukcie hydroxynitrilov alebo omega-acetoxyalkánnitrilov na katalyzátoroch typu Ra-Ni vodíkom prípadne za prítomnosti kvapalného amoniaku pri teplotách 140°C a tlaku 13 MPa . Sú známe aj ďalšie reakcie využívajúce redukcie omega-aminoesterov karboxylových kyselín lítium alanátom, prípadne redukciami derivátov ftalimidu hydrazínhydrátom alebo z omega-acetoxyalkánnitrilov pôsobením LiAlH_4 v tetrahydrofuráne za prítomnosti AlCl_3 a ďalšie.

Všetky tieto metódy majú nevýhodu v tom, že si buď vyžadujú špeciálne chemikálie alebo náročné reakčné podmienky, dlhé reakčné časy a výťažky reakcií sú väčšinou neuspokojivo nízke.

Spôsob prípravy podľa vynálezu má v porovnaní so známym stavom techniky tú výhodu, že využíva redukcii omega-amino-alkánkarboxylových kyselín pomocou bis(2-metoxyetoxy)dihydrogénhlinitanom sodným (Synhydrid). Reakčná doba je veľmi krátka (1 až 3 hodiny), výťažky reakcie sú vysoké, v niektorých prípadoch kvantitatívne.

V príkladoch je uvedená typická metóda prípravy, ktorá je predmetom vynálezu, pričom však príklady neobmedzujú rozsah použitia tejto metódy.

K $1,5\text{ mol}$ Synhydridu (70% roztok v toluéne) sa v atmosfére dusíka pridáva suspenzia $0,5\text{ mol}$ kyseliny 11-aminoundekánovej v 200 ml suchého

toluénu (reakcia je exotermická). Po pridaní všetkej kyseliny sa reakčná zmes zahrieva 1 hodinu pri teplote 90°C . Po ochladení sa nadbytočné redukčné činidlo rozloží 50% vodným roztokom KOH , produkt sa extrahuje toluénom, extrakty sa vysušia bezvodým Na_2SO_4 a po odfiltrovaní sušidla a oddestilovaní rozpúšťadla sa tuhý zvyšok, ktorým je 11-amino-1-undekanol prekryštalizuje zo zmesi metanol-voda. Získa sa produkt s t. t. 70 až 72°C v kvantitatívnom výťažku.

Príklad 2

Pracovný postup je ten istý ako v príklade 1 s tým rozdielom, že do reakcie sa použila kyselina 6-aminokaprónová a zahrievanie reakčnej zmesi trvalo 3 hodiny . Produkt 6-amino-1-hexanol sa predestiloval a mal t. v. 125 až $128^\circ\text{C}/1,9\text{ kPa}$; t. t. 55 až 57°C ; výťažok 95% teórie.

Príklad 3

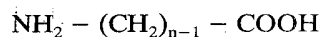
Pracovný postup je zhodný s postupom uvedeným v príklade 1 s tým rozdielom, že do reakcie sa použila kyselina 4-aminobutánová. Produkt 4-amino-1-butanol mal t. v. 95 až $97^\circ\text{C}/1,6\text{ kPa}$; $n_D^{20} = 1,4595$; výťažok 85% .

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy α, ω -aminoalkoholov všeobecného vzorca



kde $n = 4$ až 12 , vyznačujúci sa tým, že sa aminokyseliny všeobecného vzorca



kde $n = 4$ až 12 redukujú v prostredí toluénu v inertnej atmosfére bis(2-metoxyetoxy)dihydrogénhlinitanom sodným.