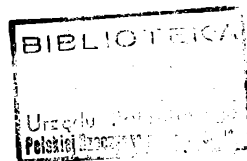


Warszawa, 7 października 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C 07c 101/34

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23570.

Kl. 12 q, 6/02.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania estrów alkylowych kwasu N-(aminoalkylo)-antranilowego.

Zgłoszono 25 lipca 1935 r.

Udzielono 28 lipca 1936 r.

Pierwszeństwo: 26 lipca 1934 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że przez aminoalkylowanie estrów kwasu antranilowego otrzymuje się estry kwasu N-(aminoalkylo)-antranilowego, wykazujące znakomite właściwości przy zastosowaniu ich do miejscowego znieczulania i przewyższające pod tym względem w znacznym stopniu znane już związki podobne szeregu para. Związki według wynalazku niniejszego otrzymuje się w ten sposób, że na estry alkyłowe kwasu antranilowego działa się związkami chlorowcowymi aminoalkylów albo też kwasy N-(aminoalkylo)-antranilowe, powstające wskutek działania chlorowcowych związków aminoalkylowych na roztwory soli

kwasu antranilowego, estryfikuje się alkoholami, sposobami zwykle stosowanymi.

Przykład I. Ester etylowy kwasu N- β -dwyetylo-aminoetylo-antranilowego:

Do mieszaniny 10 części wagowych estru etylowego kwasu antranilowego i 10 części wagowych chloroformu dodaje się kroplami w temperaturze 60°C 8 części wagowych chlorku β -dwyetyloaminoetylowego, poczem otrzymaną mieszaninę utrzymuje się w ciągu dalszych 5 godzin w temperaturze 60°C. Po ochłodzeniu wstrząsa się z nadmiarem rozcieńczonego roztworu węgla sodowego; oddzielony roztwór chloroformowy poddaje się po suszeniu zapo-

42108
mocą węglanu potasowego destylacji frakcjono-
wanej, przyczem otrzymuje się oprócz
niezmienionego estru etylowego kwasu an-
tranilowego ester etylowy kwasu *N*- β -dwo-
etyloaminoetylo-antranilowego w postaci
słabo żółto zabarwionego oleju, wykazują-
cego niebieską fluorescencję i wrzącego pod
ciśnieniem 5 mm w temperaturze mniej
więcej 175°C. Jednochlorowodorek tego
związku tworzy bezbarwne, rozpuszczalne
w wodzie kryształy o temperaturze topnie-
nia 121°C.

Przykład II. Ester butylowy kwasu *N*- β -dwoetylo-aminoetylo-antranilowego:

14 części wagowych kwasu antranilo-
wego rozpuszcza się w 50 częściach objęto-
ściowych 2/1 n. ługu sodowego i wstrząsa
otrzymany roztwór z 14 częściami wago-
wymi chlorku β -dwoetyloaminoetylowego,
przyczem wkrótce następuje samoogrzewa-
nie się masy i podniesienie się temperatury
do 40°C. Po rozpuszczeniu wszystkiego
chlorku odparowuje się ciecz na kąpieli
wodnej do sucha, a pozostałą substancję
stałą rozciera się i wygotowuje z 300 czę-
ściami wagowymi alkoholu absolutnego. Z
roztworu, oddzielonego przez przesączanie
od nierozpuszczonego chlorku sodowego,
wydziela się kwas *N*- β -dwoetyloaminoety-
lo-antranilowy w postaci bezbarwnego
proszku krystalicznego, który po pozostawie-
niu przez pewien czas w spokoju odsą-
cza się na zimno pod ciśnieniem, przemy-
wa zapomocą alkoholu i suszy. Temperatu-
ra topnienia tego kwasu, rozpuszczającego
się bardzo łatwo w wodzie, wynosi 159° —
161°C.

Estryfikację zapomocą alkoholu butylo-
wego przeprowadza się bądź przez gotowa-
nie wymienionego kwasu z nadmiarem al-
koholu butylowego, nasyconego chlorowo-
dorem, bądź też poprzez chlorowodorek
chlorku kwasu, powstającego z wymienio-
nego kwasu w roztworze benzenowym w
razie działania zapomocą pięciochlorku fo-
sforowego, i przez rozpuszczenie w alkoho-

lu butylowym. Ester zasadowy jest sub-
stancją oleistą, a jednochlorowodorek two-
rzy bezbarwne, rozpuszczalne w wodzie
kryształy o temperaturze topnienia 113° —
116°C.

Przykład III. Ester etylowy kwasu *N*- β -amino-etylo-antranilowego:

33 części wagowe estru etylowego kwa-
su antranilowego i 12 części wagowych
chlorowodoru chlorku β -aminoetylowego
ogrzewa się, mieszając, w ciągu 5 godzin
do 130° — 140°C. Po ochłodzeniu zadaje
się otrzymaną lepłą masę wodą i eterem,
a następnie ługiem sodowym do odczynu
alkalicznego względem fenoltaleiny. Osa-
dzający się po wstrząsaniu roztwór etero-
wy oddziela się i poddaje w próżni desty-
lacji frakcjonowanej, przyczem otrzymuje
się obok niezmienionego estru kwasu an-
tranilowego ester etylowy kwasu *N*- β -amino-
etylo-antranilowego w postaci słabo żółto
zabarwionego oleju, wykazującego niebie-
ską fluorescencję i wrzącego pod ciśnie-
niem 6 mm w temperaturze mniej więcej
162°C. Jednochlorowodorek tego kwasu
tworzy po przekrystalizowaniu z acetonu
bezbarwne igły, topniejące w temperaturze
192° — 193°C i rozpuszczające się łatwo
w wodzie.

Przykład IV. Ester etylowy kwasu *N*- β -(butylo-amino)-etylo-antranilowego:

Stosując zamiast 12 części wagowych
chlorowodoru chlorku β -aminoetylowego,
stosowanego w przykładzie III, 17,5 części
wagowych chlorowodoru chlorku β -buty-
loamino-etylowego (który można otrzymać
z β -butyloaminoetanolu zapomocą gazowe-
go chlorowodoru w temperaturze 200°C z
oddestylowaniem odszczepiającej się przy-
tem wody) i postępując dalej według przy-
kładu III, otrzymuje się ester etylowy kwa-
su *N*- β -(butyloamino)-etylo-antranilowego
w postaci słabo żółto zabarwionego oleju,
wrzącego pod ciśnieniem 6 mm w tempe-
raturze mniej więcej 195° — 200°C. Jedno-
chlorowodorek tego kwasu tworzy po prze-

krystalizowaniu z acetonu bezbarwne igły, topniejące w temperaturze 147°C i rozpuszczające się łatwo w wodzie.

Przykład V. Ester etylowy kwasu *N*- β -piperydynoetylo-antranilowego:

33 części wagowe estru etylowego kwasu antranilowego dodaje się do 29,5 części wagowych chlorku β -piperydynoetylowego, ogrzewa otrzymaną mieszaninę powoli do temperatury 70°C i utrzymuje temperaturę tę w ciągu 2 godzin. Powstałą masę stałą rozpuszcza się w wodzie, dodaje do roztworu eteru i wytrąca z niego zasadę zapo-
mocą ługu sodowego. Z oddzielonego roztworu eterowego otrzymuje się przez destylację frakcjonowaną oprócz niezmienionego estru kwasu antranilowego ester etylowy kwasu *N*- β -piperydynoetylo-antranilowego w postaci żółtawo zabarwionego oleju, wykazującego fluorescencję fioletową i wrzącego pod ciśnieniem 6 mm w temperaturze mniej więcej 200°C. Jednochloro-

wodorek tego kwasu stanowi bezbarwny, łatwo rozpuszczalny w wodzie proszek krystaliczny, topniejący w temperaturze 184°C.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania estrów alkiłowych kwasu *N*-(aminoalkylo)-antranilowego, znamienny tem, że do grupy aminowej kwasu antranilowego wprowadza się zapo-
mocą chlorowcowego związku aminoalkylo-
wego resztę aminoalkylową, a grupę karboksylową poddaje się estryfikacji sposobami zwykle stosowanymi, przeprowadzając wymienione reakcje w dowolnej kolejności.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.