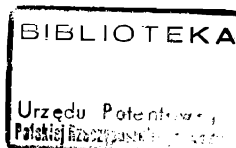


20 lutego 1926 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY *Cofc 104/46*

Nr 2952.

Kl. 12 q 6.

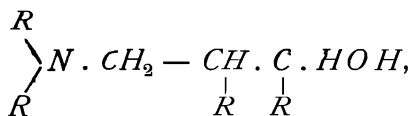
Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.
(Leverkusen, Niemcy).

Sposób otrzymywania estrów alkiloaminowych kwasów aminokarbonowych aromatycznych.

Zgłoszono 5 września 1923 r.

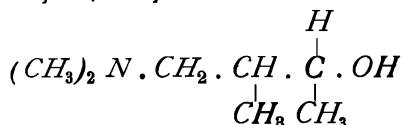
Udzielono 19 września 1925 r.

Wykryto, iż nieznane dotychczas estry aminobenzylowy i aminocynamoilowy alkiloamin o wzorze ogólnym:



w którym R oznacza alkil, posiadający cenne własności znieczulające (anestetyczne). W porównaniu ze znanymi estrami alkiloaminowymi kwasu p -aminobenzoesowego, a szczególnie również i w porównaniu z e-strem p -aminobenzoesowym γ -dwuetyloaminopropanolu (Journ. of the America chem. Soc. 42, 1030/1920) estry te wykazują skuteczniejsze działanie znieczulające, tak np.

ester p -aminobenzoesowy α -dwumetyloamino- β -metylo- γ -oksybutanu.



przeliczony na jednakowy skutek trujący, działa znieczulająco na oko królika czterokrotnie skuteczniej od znanego nam estru p -aminobenzoesowego dwuetyloaminoetanolu (D. R. P. 179627).

Nowe estry można wytwarzać według jednej ze znanych metod estryfikacji alkiloamin, np. zapomocą estryfikowania kwasu p -nitrocynamonowego i redukowania lub na-grzewania alkiloestru kwasu p -aminobenzoesowego z alkiloaminami i t. d.

W ten sposób wykryto łatwą i taną metodę otrzymywania bardzo skutecznych i względnie nietrujących środków do znieczulania miejscowego, ponieważ alkiloaminy ze swej strony można z łatwością otrzymywać drogą redukcji z γ -oksyketonów, wytwarzanych według patentów niemieckich 254714, 266656, 267347.

Nowe estry alkiloaminowe tworzą sole pięknie krystalizujące, których roztwory wodne są obojętne, nie drażniące i dają się w celu wyjaławiania gotować bez obawy rozkładu.

Skoro zastosowane alkiloaminy posiadają asymetryczne atomy węgla, natenczas estry otrzymuje się w kilku postaciach nieczynnych, które można rozdzielić krystalizacją cząsteczkową zasad lub soli.

Przykład 1. 131 cz. wagowych α -dwumetyloamino- β -metylo- γ -oksybutanu miesza się z 500 cz. wagowymi obojętnego rozpuszczalnika np. benzolu; z drugiej strony rozpuszcza się w tym samym rozpuszczalniku 186 cz. wagowych chlorku *p*-nitrobenzoilowego i oba te roztwory miesza się, ochładzając mieszaninę, i ogrzewa na łaźni wodnej w ciągu dwu godzin. Następnie mieszaninę reakcyjną zadaje się wodą i oddziela benzol od roztworu wodnego. Z roztworu tego po dodaniu soli alkaliów osiada w postaci krystalicznej nitrozasada, którą odsacza się i przemywa.

α -dwumetyloamino- β -metylo- γ -(*p*-nitrobenzoilo)-oksybutan tworzy żółtawą ciecz oleistą, szybko krzepnącą, o punkcie topliwości 44° — 45° C. Jedną część wagową nitrozasady rozpuszcza się w trzech częściach wagowych stężonego kwasu solnego i ogrzewa do 50° — 60° C, dodając 1 cz. wagową cyny. Temperaturę mieszaniny reagującej utrzymuje się, studząc, w 60° C, cynę usuwa się, wprowadzając do roztworu siarkowodor i w przesączu wytrąca się potasem aminozasadę w postaci oleju, który po odstaniu szybko się zestala. Po przekry-

stalizowaniu z ligroiny lub cykloheksanu otrzymuje się zasadę w postaci białych kryształów o punkcie topliwości 112° C. Oddzielanie od zasad izomerycznych udaje się skutecznie przez przekrystalizowanie z ligroiny lub cykloheksanu lub przez krystalizację cząstkową soli chlorowodorowej z alkoholu. Sól kwasu solnego w postaci izomerycznej, optycznie nieczynnej krystalizuje w długich, miękkich igłach w temperaturze 216° — 217° C, inne tworzą kryształy twarde, jak szkło, o punkcie topliwości 178° C.

Przykład 2. 131 cz. wag. α -dwumetyloamino- β -metylo- γ -oksybutanu miesza się z 500 cz. wagowymi benzolu i mieszaninę tę dodaje się mieszając do 211,5 cz. wagowych chlorku cynamoilowego, rozpuszczonego w 500 cz. wagowych benzolu. Mieszaninę gotuje się w ciągu kilku godzin, zadaje wodą i roztwór wodny oddziela od benzolu. Z roztworu wodnego wytrąca się, dodając alkali, nitrozasadę w postaci cieczy oleistej. Ciecz tę rozpuszcza się w kwasie solnym i roztwór redukuje w sposób podany w przykładzie 1.

α -dwumetyloamino- β -metylo- γ -(*p*-aminocynamoilo)-oksybutan tworzy gęstą ciecz oleistą, wrzącą pod ciśnieniem 8 mm w temperaturze 230° — 235° C.

Jednochlorowodorek tworzy proszek mikrokryształiczny, o silnem działaniu znieczulającym.

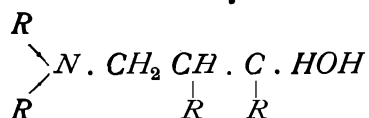
Redukcję nitrozasady można skutecznie z równie dobrym skutkiem zapomocą cynku lub żelaza i kwasu lub zapomocą elektrolizy roztworu w kwasie siarkowym.

Inne estry, wskazane powyżej, można otrzymać w sposób podany, jak np. α -dwumetylo-amino- β -metylo- γ -(*p*-aminobenzoilo)-oksybutan, którego sól kwasu solnego posiada punkt topliwości 167° C lub α -dwumetyloamino- β -metylo- γ -(*p*-aminobenzoilo)- o-

ksypentan, którego sól kwasu solnego posiada punkt topliwości 178° C.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania estrów alkiloaminowych kwasów aminokarbonowych aromatycznych, znamienny tem, że alkiloaminę o wzorze ogólnym



estryfikuje się kwasem aminobenzoesowym lub aminocynamonowym.

Farbenfabriken vorm.
Friedr. Bayer & Co.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.