



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03. II. 1967 (P 118 839)

Pierwszeństwo: 05. II. 1966 Japonia

Opublikowano: 25. III. 1969

Kl. 12 q, 32/10

MKP C 07 c 91/44

UKD

Współtwórcy wynalazku: Akira Morimoto, Hideyuki Yoshimitsu

Właściciel patentu: Société d'Etudes Scientifiques et Industrielles de
l'Ile-de-France, Paryż (Francja)

Sposób wytwarzania 2-alkanoilo-4-chlorowco-5-acyloaminofenoli

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania 2-alkanoilo-4-chlorowco-5-acyloaminofenoli o wzorze 1, w którym R_1 oznacza grupę alkanoilową, R_2 oznacza grupę acylową, a X oznacza atom chlorowca. Grupą alkanoilową jest na przykład acetyl, propionyl, butyryl lub waleryl; grupą acylową jest na przykład reszta alifatycznego kwasu karboksylowego, taka jak acetyl, chloroacetyl, metoksyacetyl, propionyl, butyryl, waleryl lub cykloheksanokarbonyl, reszta aromatycznego kwasu karboksylowego, taka jak benzoil, toluoil, fenyloacetyl, fenylopropionyl, naf-toil lub anizoil, bądź reszta heterocyklicznego kwa-su karboksylowego, taka jak nikotynoil lub furoil. Przykładem chlorowca jest chlor lub brom.

Według wynalazku związek o wzorze 1 otrzymuje się na drodze przegrupowania Fries'a ze związku o wzorze 2, w którym R_1 , R_2 i X mają znaczenie wyżej podane, przez ogrzewanie tego związku w o-becności katalizatora.

Jako katalizator reakcji stosuje się środek stosowa-ny zwykle do przeprowadzania przegrupowania Fries'a, taki jak chlorek cynkowy, chlorek glinowy, chlorek żelazowy, chlorek cynowy, bromek glinowy, chlorek bizmutowy, chlorek tytanowy, chlorek an-tymonu, chlorowodór, fluorowodór, trójfluorek bo-rowy lub pięciochlorek fosforu.

Reakcję prowadzi się bez użycia rozpuszczalnika lub w środowisku obojętnego rozpuszczalnika, ta-kiego jak dwusiarczek węgla, czterochlorek węgla, nitrobenzen, chlorobenzen lub czterochloroetan.

2

Wytworzone sposobem według wynalazku 2-alka-noilo-4-chlorowco-5-acyloaminofenole są cennymi związkami pośrednimi w procesie wytwarzania związków farmaceutycznych o właściwościach znie-
czulających, przeciwkurczowych, usmierzających, usypiających i przeciwwymiotnych, jak na przykład N- (2-dwualkiloaminoalkilo) - 2 -alkoksy-4-amino-5-chlorowcobenzamidów.

Poniższy przykład objaśnia wynalazek.

Przykład. Do zawiesziny 22 g bezwodnego chlorku glinowego w 20 ml dwusiarczku węgla wprowadza się 25 g octanu 3-acetoamido-4-chloro-fenyloвого i uzyskaną mieszaninę ogrzewa się w kąpeli olejowej. Po odparowaniu dwusiarczku węgla, ogrzewa się pozostałość w ciągu 4 godzin w temperaturze 160°C. Po zakończeniu reakcji miesza się mieszaninę reakcyjną z 10-procentowym wodnym roztworem kwasu solnego i całość eks-trahuje się octanem etylowym. Po wypłukaniu eks-traktu wodą, wysuszeniu go i stężeniu, otrzymuje się 0,8 g (wydajność 32%) białych kryształów 2-hy-droksy-4-acetamido-5-chloroacetofenonu o tempe-raturze topnienia 207°—208°C.

Dla $C_{10}H_{10}NO_3Cl$ wyliczono: C—52,75%; H—4,42%; N—6,15%; Cl—15,57%.

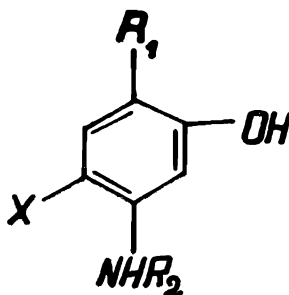
Stwierdzono: C—52,74%; H—4,67%; N—6,14%; Cl—15,66%.

Zastrzeżenie patentowe

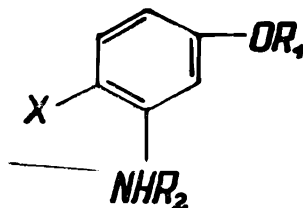
Sposób wytwarzania 2-alkanoilo-4-chlorowco-5-acyloaminofenoli o wzorze ogólnym 1, w którym

R_1 oznacza grupę alkanolową, R_2 grupę acylową, a X atom chlorowca, **znamienny tym**, że związek o wzorze 2, w którym R_1 , R_2 i X mają znaczenie

wyżej podane, poddaje się reakcji przegrupowania Fries'a na drodze ogrzewania w obecności znanych katalizatorów.



Wzór 1



Wzór 2