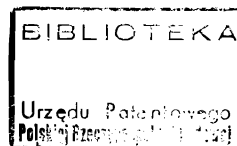


12 lutego 1932 r.

CO7d 33/40

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15215.

Kl. 12 q 6.

E. Merck
(Darmstadt, Niemcy).

Sposób otrzymywania acylowanych estrów kwasu amino-mrówkowego.

Patent dodatkowy do patentu Nr 14830.

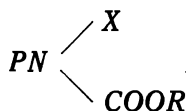
Zgłoszono 2 kwietnia 1930 r.

Udzielono 4 grudnia 1931 r.

Pierwszeństwo: 8 maja 1929 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 19 października 1946 r.

Według patentu Nr 14830 estry kwasu fenylo-cynchonoilo-amino-mrówkowego otrzymuje się z kwasu fenylo-cynchoninowego, względnie jego pochodnych, znanymi metodami zapomocą reakcji z estrami kwasu amino-mrówkowego, zawierającymi co najmniej jeden atom wodoru przy azocie.



X=wodór, alkyl, aralkyl, aryl.

R=alkyl.

P=Rodnik kwasu fenylcynchoninowe-

go lub jednego z produktów jego podstawienia albo homologów.

Według niniejszego wynalazku otrzymuje się estry kwasu fenylo-cynchonoilo-amino-mrówkowego w bardzo prosty sposób bezpośrednio z kwasu fenylo-cynchoninowego, wprowadzając go lub jego produkty podstawienia albo homologi w jednym zabiegu roboczym w reakcję z estrem kwasu amino-mrówkowego i odpowiednim środkiem chlorującym, jak np. chlorkiem tionylu lub trójchlorkiem fosforu, z dodatkiem lub bez rozpuszczalnika, albo rozcieńczalnika.

Dzięki wynalazkowi nietylko cały pro-

ces zostaje uproszczony do jednego zabiegu, lecz osiąga się także zwiększenie wydajności związków według patentu Nr 14830 do ilości prawie teoretycznej.

Przykład I. W gorącym roztworze 130 części amino-mrówczanu izobutyłowego w 400 częściach benzenu zawiesza się 250 części kwasu α -fenylo-cynchoninowego, dodaje się 130 części chlorku tionylu i gotuje się w ciągu godziny pod chłodnicą zwrotną. Po upływie tego czasu od wytworzonego zupełnie przezroczystego roztworu odciąga się benzen. Oleista pozostałość pod działaniem eteru przetwarza się na żółty proszek, który się odsącza i suszy. Działaniem roztworu węglańka alkalicznego otrzymuje się z tego produktu fenylo-cynchonoiło-amino-mrówczan izobutyłowy, krystalizujący z alkoholu w białych igiełkach o temperaturze topnienia 142 — 143°C. Rozpuszcza się on łatwo w większości rozpuszczalników organicznych, a jest nierozpuszczalny w wodzie. Wydajność zbliżona do teoretycznej.

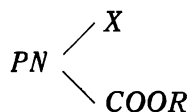
Przykład II. Mieszaninę 250 części kwasu fenylo-cynchoninowego, 500 części benzenu, 92 części trójskloru fosforu i 200 części amino-mrówczanu etylu gotuje się na kąpieli parowej pod chłodnicą zwrotną aż do zupełnego rozpuszczenia wszystkich stałych składników mieszaniny i do wytworzenia się dwóch przezroczystych warstw. Następnie mieszając, dodaje się 5000 części gorącej wody, oddziela po ostygnięciu stały produkt surowy i przemywa się go dobrze wodą i benzenem. Po zarobieniu rozcieńczonym roztworem sody, ponownem odsączeniu, przemyciu i wysuszeniu, krystalizuje się go z alkoholu, otrzymując przytem fenylo-cynchonoiło-amino-mrówczan etylowy w postaci prawie białych igieł-

łek, topiących się w 175°C. Produkt ten dobrze rozpuszcza się w acetonie, gorących alkoholach i octanie etylu, trudniej w eterze i benzenie, a prawie wcale w wodzie.

Przykład III. Ten sam fenylo-cynchonoiło-amino-mrówczan etylowy (przykład II) otrzymuje się, stapiając szybko na parze na jednorodną masę 250 części kwasu fenylo-cynchoninowego z 270 częściami amino-mrówczanu etylowego i 130 częściami chlorku tionylu. Zapomocą dalszej przeróbki analogicznej do przykładu II otrzymuje się produkt czysty z doskonałą wydajnością.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania estrów kwasu amino-mrówkowego, o wzorze ogólnym:



w którym X=wodór, alkyl, arakyl lub aryl.

R=alkyl, P=rodnik kwasu fenylo-cynchoninowego, jego produktów podstawienia lub homologów według patentu Nr 14830, znamienny tem, że w jednym zabiegu wprowadza się w reakcję kwas fenylo-cynchoninowy lub jego produkty podstawienia albo homologi z estrem kwasu amino-mrówkowego w obecności odpowiedniego środka chlorującego, ewentualnie z dodatkiem rozpuszczalnika lub rozcieńczalnika.

E. Merck.

Zastępca: I. Myszczynski,
rzecznik patentowy.