



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 979

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 07 82
(21) PV 5718 - 82

(51) Int. Cl.³ C 07 D 471/14

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 12 84

(75)

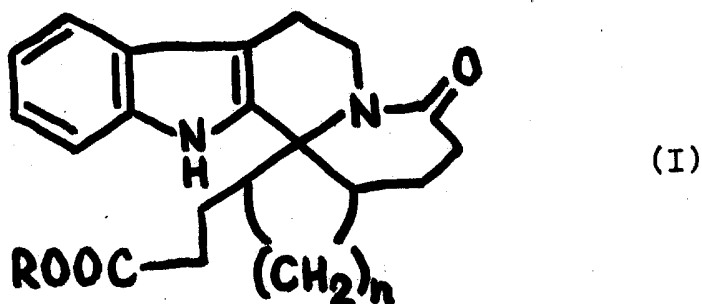
Autor vynálezu

HÁJÍČEK JOSEF ing. CSc., BORO VANY,
TROJÁNEK JAN dr. ing. CSc., PRAHA

(54)

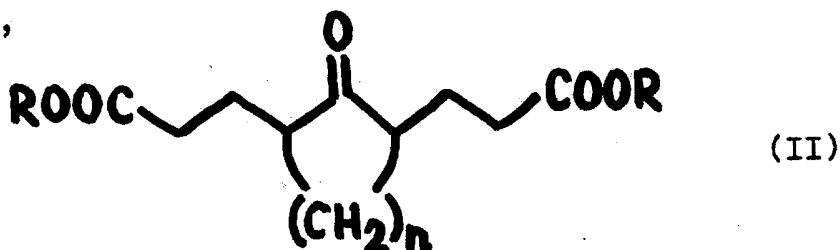
Způsob výroby pentacyklických laktam-esterů

Vynález se týká způsobu výroby pentacyklických laktam-
esterů obecného vzorce I,

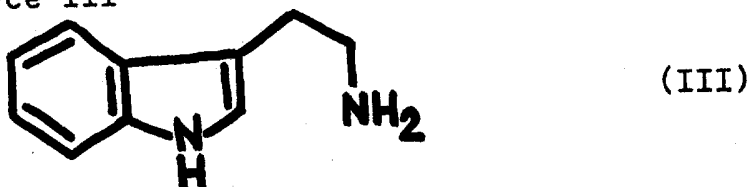


ve kterém R značí alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku a n je 2 nebo 3.
Sloučeniny vzorce I jsou vesměs nové a představují důležité me-
ziprodukty při výrobě biologicky aktivních látek.

Podstata způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že
se diestery 2-oxo-cykloalkan-1,3-dipropionových kyselin obecné-
ho vzorce II,



ve kterém R i n mají shora uvedený význam, zahrívají k varu
s tryptaminem vzorce III



ve výševroucím organickém rozpouštědle, jako např. v xylenu,
diglymu, difenyletheru nebo chlorbenzenu.

Následující příklady ilustrují, avšak nikterak neomezují
obecnost způsobu výroby podle vynálezu.

P ř í k l a d 1

224 979

Směs 16,22 g (60 mmol) dimethyl-2-oxocyklohexan-1,3-dipropionátu (II, $R = CH_3$, $n = 3$) a 9,61 g (60 mmol) tryptaminu (III) se zahřívá k varu ve 150 ml silenu 11,5 h a koncentruje se ve vakuu vodní vývěvy. Zbytek se rozpustí v 500 ml chloroformu a promyje se postupně 100 ml 3% kyseliny chlorovodíkové, 100 ml vody a 50 ml solanky. Organická fáze se vysuší bezvodým síranem hořečnatým a zahustí se za sníženého tlaku. Odparek se chromatografuje na 130 g silikagelu. Odpařením benzen-chloroformových eluátů (3:1 až 1:1) na rotační vakuové odparce a následující krystalisací ze směsi methanolu a ethyl-acetátu se získá 7,78 g (34,1 %) laktam-esteru vzorce I ($R = CH_3$, $n = 3$). Teplota tání leží v rozmezí 148 až 149,5 °C.

P ř í k l a d 2

Směs 13,58 g (53 mmol) dimethyl-2-oxocyklopentan-1,3-dipropionátu (II, $R = CH_3$, $n = 2$), 8,01 g (50 mmol) tryptaminu (III) a 170 ml diglymu se zahřívá k varu 9 h a odpaří se ve vakuu vodní vývěvy. Zbytek se chromatografuje na 115 g silikagelu. Eluáty směsí benzenu a chloroformu 4:1 až 1:1 se spojí a odpaří za sníženého tlaku na rotační odparce. Odparek se krystaluje z methanolu a získá se 8,16 g laktam-esteru vzorce I ($R = CH_3$, $n = 2$) s teplotou tání 124 až 127 °C. Výtěžek odpovídá 44,5 %.

P ř í k l a d 3

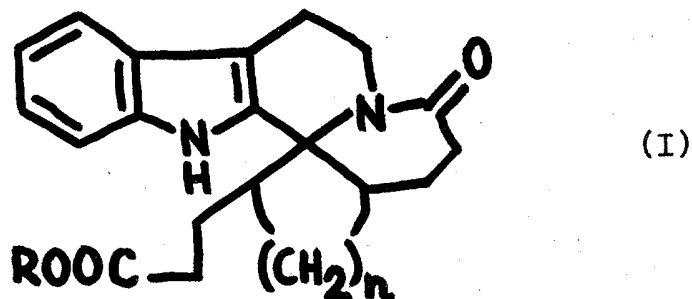
Postupem podle příkladu 2 se získá z dibutyl-2-oxocyklopentan-1,3-dipropionátu (II, $R = CH_3CH_2CH_2CH_2$, $n = 2$) 19,7 % laktam-esteru vzorce I ($R = CH_3CH_2CH_2CH_2$, $n = 2$) v podobě transparentního skla.

P ř í k l a d 4

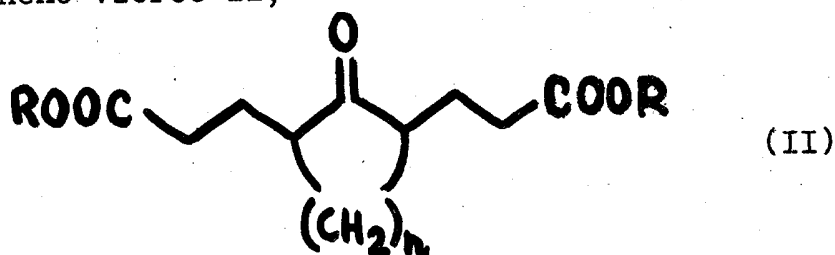
Postupem podle příkladu 1 se získá z dibutyl-2-oxocyklohexan-1,3-dipropionátu (II, $R = CH_3CH_2CH_2CH_2$, $n = 3$) 22,8 % laktam-esteru vzorce I ($R = CH_3CH_2CH_2CH_2$, $n = 3$) v podobě transparentního skla.

Směs 2,7 g (10 mmol) dimethyl-2-oxocyklohexan-1,3-dipropionátu (II, $R = CH_3$, $n = 3$), 1,6 g (10 mmol) tryptaminu (III) a 50 ml chlorbenzenu se zahřívá 25 h k varu a zpracuje se podle příkladu 2. Získá se 30,7 % (1,17 g) laktam-esteru vzorce I ($R = CH_3$, $n = 3$) s teplotou tání 148,5 až 149,5 °C.

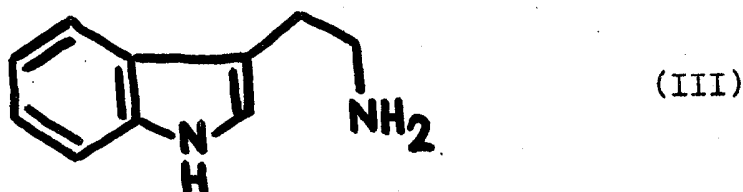
Způsob výroby pentacyklických laktam-esterů obecného vzorce I,



ve kterém R značí alkyl s 1 až 4 atomy uhlíku a n je 2 nebo 3, vyznačený tím, že se estery 2-oxocykloalkan-1,3-dipropionových kyselin obecného vzorce II,



ve kterém R i n mají shora uvedený význam, zahřívají k varu s tryptaminem vzorce III



ve výševroucím organickém rozpouštědle, jako např. v xylenu, diglymu, difenyletheru nebo chlorbenzenu.