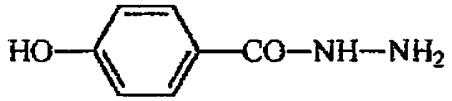
Invenția se referă la un procedeu de preparare a hidrazidei acidului 4-hidroxi-benzoic de puritate avansată, care poate fi folosită ca intermediar în sinteza unui medicament antibacterian intestinal, care poate fi Nifuroxazide.

Se cunosc trei procedee de obținere a hidrazidei acidului 4-hidroxi-benzoic cu formula I:



(I)

prin acilarea hidrazinei, pornindu-se de la amida acidului 4-hidroxi-benzoic (Seiju Kubota şi Tadashi Akita, Tokushima Daigaku Yakugaku Kenkyu Nempo 9, 11-15, 1960, conform *C. A. 57*, 16471h, 1962), esterul etilic al acidului 4-hidroxi-benzoic (Beilstein 10, pag. 74) şi respectiv esterul metilic al acestuia (Juan de Dies Guevara, Orlando Ching Puente şi R. Claudio Galvez, Bol. Soc. Quim., Peru 42 (1), 1-10, 1966, conform *C. A. 66*, 25916d, 1967; Baba Tatsumi, brevet Japonia 78 21, 138/1978, conform *C. A. 89*, 23990z, 1978).

Toate cele trei procedee prezintă dezavantajul că reacția decurge în topitură, la temperaturi de 90...150°C, iar în cazul utilizării amidei acidului 4-hidroxi-benzoic, randamentul este de 40...45%.

În documentul **US 2895992 A2**, se dezvăluie, de asemenea, un procedeu de obținere a derivaților acidului benzoic. Procedeul are loc în absența sau prezența solventului, care poate fi toluen sau o suspensie apoasă, reacția având loc la temperatură înaltă (80...150°C).

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea hidrazidei acidului 4-hidroxi-benzoic.

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele procedeelor prezentate din stadiul tehnicii, prin aceea că se reacționează o soluție apoasă de hidrat de hidrazină cu esterul metilic al acidului 4-hidroxi-benzoic, la un raport molar de 1:2,5...4, la concentrații de 18...30% în greutate, la o temperatură de 80...100°C, timp de 2...5 h, după care produsul se izolează prin răcire şi filtrare.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- asigură obținerea hidrazidei acidului 4-hidroxi-benzoic de calitate superioară;
- foloseşte o tehnologie de sinteză simplă, evitând lucrul în topitură.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a procedeului conform invenției.

Exemplu. *Prepararea hidrazidei acidului 4-hidroxi-benzoic*

Într-un balon prevăzut cu agitator mecanic, termometru şi refrigerent ascendent, se introduc 20,5 g (20 ml) soluție hidrazină hidrat de concentrație 22% (4,5 g 100%, 0,09 moli), apoi dintr-o dată, sub agitare, fără precauții speciale, 4,75 g (4,56 g 100%, 0,03 moli) ester metilic al acidului 4-hidroxi-benzoic. Se aduce, prin încălzire, sistemul reactant la temperatura de 95...100°C, temperatură la care se menține timp de 2 h.

Se răceşte masa de reacție la 15...20°C, se menține la această temperatură, pentru definitivarea cristalizării, timp de 2 h; se filtrează, se stoarce, apoi se spală prin şlămuire pe filtru cu 3 x 20 ml apă rece, pentru îndepărtarea alcalinității masei de reacție. Se stoarce bine şi se usucă la greutate constantă.

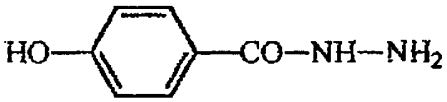
Se obțin 4,4 g de hidrazidă a acidului 4-hidroxi-benzoic, sub formă de pulbere albă de puritate 95%.

Analiza elementară:

	%C	%N
- teoretic:	55,26	18,42
- găsit:	54,90	18,20

Revendicare

Procedeu de preparare a hidrazidei acidului 4-hidroxi-benzoic cu formula I:



(I)

prin reacția de acilare a hidrazinei cu esterul metilic al acidului 4-hidroxi-benzoic, **caracterizat prin aceea că** se reacționează o soluție apoasă de hidrat de hidrazină cu esterul metilic al acidului 4-hidroxi-benzoic, la un raport molar de 1:2,5...4, la concentrații de 18...30% în greutate, la o temperatură de 80...100°C, timp de 2...5 h, după care produsul se izolează prin răcire şi filtrare.

Editare şi tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții şi Mărci