



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 688

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 07 80
(21) PV 5025-80

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 101/28

// C 07 C 101/16

(40) Zveřejněno 30 11 81
(45) Vydáno 15 03 84

(75)

Autor vynálezu BUDNÍK JOSEF prom.chem., PRAHA

(54)

Způsob přípravy α -N-acetaminoskořicové kyseliny

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny α -N-acetaminoskořicové hydrolýzou fenylazlaktanu při 80 až 100 °C za přítomnosti slabé alkálie, načež se produkt izoluje okyselením kyselinou octovou při téže teplotě. Surový produkt se čistí krystalizací ze zředěné kyseliny octové.

Vynález se týká způsobu přípravy α -N-acetaminoskořicové kyseliny, důležitého meziproduktu syntézy aminokyseliny L-fenylalaninu.

Podle literárních údajů (R.M.Habst, D.Shemin, Org.Synth. Coll.Vol. II, 1, 1943) se α -N-acetaminoskořicová kyselina získává hydrolýzou laktimidu α -acetamino- β -fenylakrylové kyseliny (fenylazlaktanu) vodou za přítomnosti acetonu. Podle předpisu je doba hydrolýzy 4 h. Po této době se oddestilovává za sníženého tlaku aceton, který se nahrazuje stejným objemem vody. Získaná surová α -N-acetaminoskořicová kyselina se čistí krystalizací z vroucí vody. Tato metoda je realizovatelná pouze v laboratorním měřítku. Již při malém zvětšení násady se objeví nepřekonatelné potíže a prudké snížení udávaného výtěžku. Příčinou jsou jednak nečistoty obsažené ve výchozím fenylazlaktanu, jednak téměř nerealizovatelná krystalizace z vroucí vody. Již nepatrný pokles teploty krystalizačního roztoku totiž způsobuje, že látka krystaluje na filtru, takže se s ní nedá téměř manipulovat. Důsledkem je nízká výtěžnost. Ve výrobním měřítku je tato metoda nepoužitelná. Větší ředění hydrolyzační směsi vodou působí další zvýšení ztrát a snížení výtěžku. Nečistoty, které jsou obsaženy ve výchozím fenylazlaktanu, provázejí i hydrolýzu a způsobují, že se krystalizace získané kyseliny α -N-acetaminoskořicové musí opakovat. Tak například hydrolýza 300 g fenylazlaktanu provedená posanou metodou poskytuje čistou látku ve výtěžku pouze 46,4 % teorie.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy α -N-acetaminoskořicové kyseliny hydrolýzou laktimidu α -acetamino- β -fenylakrylové kyseliny podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se hydrolýza provádí při teplotě 80 až 100 °C vodou za přítomnosti 1 až 2 mol hydrogenuhlíčitanu sodného až do rozpuštění výchozí látky, při uvedené teplotě se hydrolyzační roztok okyslí ledovou kyselinou octovou a vyloučený produkt se vyčistí krystalizací z kyseliny octové o hmotnostní koncentraci 15 až 25 %.

Způsob podle vynálezu se nejlépe realizuje tak, že se směs všech reakčních složek zahřívá na teplotu 80 až 90 °C tak dlouho, až se výchozí fenylazlaktan rozpustí, což trvá asi 1 h. Potom se ke vzniklému roztoku sodné soli α -N-acetaminoskořicové kyseliny přidá při teplotě 80 až 90 °C ledová kyselina octová v množství představujícím asi hmotnostní dvojnásobek výchozího množství fenylazlaktanu. Horký roztok se zfiltruje s aktivním uhlím a žádaný surový produkt se vyloučí krystalizací. Výtěžek surového produktu je 86 % teorie. Jeho jedinou krystalizací ze zředěné, asi 20% kyseliny octové za přítomnosti aktivního uhlí, se získá čistá látka o teplotě tání 196 až 198 °C, se ztrátou okolo 16 % teorie.

Způsob podle vynálezu umožňuje získávat žádanou látku v celkovém výtěžku 71,9 % teorie, což je podstatně více než podle známé metody. Nejdůležitější je ovšem skutečnost, že je snadno realizovatelný ve výrobním měřítku.

Příklad provedení

Směs 52 g fenylazlaktanu, 33 g hydrogenuhlíčitanu sodného a 403 ml vody se zahřívá na teplotu 80 až 83 °C po dobu 1 h. Ke vzniklému roztoku se připustí 90 ml ledové kyseliny octové a směs se zfiltruje se 7 g aktivního uhlí. Ochlazením filtrátu vyloučená látka (49 g) se překrystaluje ze zředěné, asi 20% kyseliny octové. Získá se 41 g, tj. 71,9 % teorie, čistá kyselina α -N-acetaminoskořicová o teplotě tání 196 až 198 °C (Koflerův blok).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy α -N-acetaminoskořicové kyseliny hydrolýzou laktamidu α -acetamino- β -fenylakrylové kyseliny, vyznačující se tím, že se hydrolýza provádí při teplotě 80 až 100 °C vodou za přítomnosti 1 až 2 mol hydrogenuhličitanu sodného až do rozpuštění výchozí látky, při uvedené teplotě se hydrolyzační roztok okyselí ledovou kyselinou octovou a vyloučený surový produkt se vyčistí krystalizací z kyseliny octové o hmotnostní koncentraci 15 až 25 %.