



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42388

Kl. 12 q, 6/01

Instytut Farmaceutyczny*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kwasów amino/ α -alkilo/-hydrocynamonowych i ich soli

Patent trwa od dnia 24 sierpnia 1957 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasów amino-/ α -alkilo/-hydrocynamonowych i ich soli.

Dotychczas kwasy amino/ α -alkilo/-hydrocynamonowe otrzymywano z odpowiednich kwasów nitro-/ α -alkilo/-cynamonowych, za pomocą redukcji katalitycznej. Do redukcji stosowano przeważnie wodór w obecności Ni-Raney'a albo Ni-Al jako katalizatora, przy czym reakcję prowadzono w podwyższonej temperaturze i przy zwiększonym ciśnieniu. Podczas redukcji następowało jednoczesne zredukowanie grupy nitrowej do grupy aminowej oraz podwójnego wiązania do nasyconego. Otrzymywano kwasy amino-/ α -alkilo/-hydrocynamonowe z wydajnością 40 — 60%.

Sposób według wynalazku polega na dwustopniowej redukcji kwasów nitro-/ α -alkilo/-cynamonowych z wydzieleniem produktów pośrednich, przy czym w pierwszym etapie prowadzi

się redukcję grupy nitrowej do aminowej, w drugim zaś następuje redukcja podwójnego wiązania na drodze elektrolitycznej. Proces można prowadzić dwoma sposobami: przez redukcję grupy nitrowej do aminowej w pochodnej kwasu cynamonowego, i następnie redukcję podwójnego wiązania w tej pochodnej do pochodnej aminowej kwasu hydrocynamonowego albo przez redukcję najpierw podwójnego wiązania w pochodnej nitrowej kwasu cynamonowego do pochodnej nitrowej kwasu hydrocynamonowego, i następnie redukcję grupy nitrowej w kwasie nitrohydrocynamonowym do grupy aminowej.

Kolejność prowadzenia obu tych redukcji (redukcji grupy nitrowej i redukcji podwójnego wiązania) nie ma wpływu na jakość i ilość otrzymywanego produktu, przy czym osiąga się wydajność około 80%.

Przykład. a) Redukcja grupy nitrowej.

5 g kwasu m-nitro-/ α -etylo/-cynamonowego rozpuszczono w 250 ml 10% amoniaku, po czym wdroplono do roztworu 40 g siarczanu żelazawego w 100 ml wody i ogrzewano w temperaturze

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Zbigniew Kotula.

wrzenia przez 45 minut. Następnie sączono, a przesącz zakwaszono stężonym kwasem solnym. Wytrącony osad kwasu m-amino- α -etylo/-cynamonowego odsączono i suszono. Otrzymano 4,2 g kwasu m-amino- α -etylo/-cynamonowego o temperaturze topnienia 162—163°C.

b) Redukcja podwójnego wiązania.

5 g kwasu m-amino- α -etylo/-cynamonowego rozpuszczono w 50 ml 5%-owego roztworu siarczanu sodowego i 5 ml 20% ługu sodowego, po czym zredukowano elektrolitycznie, w naczyniu szklanym, stosując katodę rtęciową, platynową albo ołowianą. Czas redukcji 1—10 godzin, natężenie prądu 0,1—5 A, przy napięciu 5—100 Volt. Po zakończeniu redukcji roztwór zakwaszono kwasem siarkowym, a powstały olej oddzielono od pozostałego roztworu i suszono nad chlorkiem wapnia. Otrzymano 4 g kwasu m-amino- α -etylo/-hydrocynamonowego o temperaturze topnienia 75 — 76°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasów amino- α -alkilo/-hydrocynamonowych i ich soli metodą redukcji, znamienny tym, że proces redukcji kwasów nitro- α -alkilo/-cynamonowych lub ich soli prowadzi się dwustopniowo z wydzielaniem produktów pośrednich, przy czym redukcji poddaje się najpierw albo grupę nitrową, albo podwójne wiązanie.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że redukcję kwasów amino- albo nitro- α -alkilo/-cynamonowych lub ich soli, do kwasów amino- albo nitro- α -alkilo/-hydrocynamonowych lub ich soli prowadzi się za pomocą redukcji elektrolitycznej, przy natężeniu prądu 0,1 — 5 A, napięciu 1 — 120 V, stosując katodę rtęciową, platynową lub ołowianą.

Instytut Farmaceutyczny
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych.