

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62 785

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 o, 21

Zgłoszono: 13.I.1968 (P 124 673)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c, 101/28

Opublikowano: 4.VII.1971

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Wrotek, Zofia Łukasiewicz, Stefan Sabi-
niewicz

Właściciel patentu: Instytut Farmaceutyczny, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania estrów kwasu N,N'-heksametyleno-bis-
(β -aminokrotonowego)

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania estrów kwasu N,N'-heksametyleno-bis-(β -aminokrotonowego) o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza niższy alkil. Są to związki nowe nie opisane w literaturze.

Estry kwasu β -aminokrotonowego podstawione przy azocie ze względu na swą reaktywność są cennymi produktami wyjściowymi stosowanymi w syntezie organicznej. Służą one między innymi do otrzymywania pochodnych indolu, z których wiele wykazuje działanie fizjologiczne i posiada zastosowanie praktyczne jako środki lecznicze o działaniu przeciwpalnym, cytostatycznym, analogi serotoniny, stymulatory wzrostu roślin, środki działające na układ krążenia oraz centralny układ nerwowy itd.

Według wynalazku estry kwasu N,N'-heksametyleno-bis-(β -aminokrotonowego) o podanym wzorze ogólnym otrzymuje się przez kondensację niższych estrów alkilowych kwasu acetylooctowego z heksametylenodwuaminą lub jej solami w obecności rozpuszczalnika lub bez rozpuszczalnika, przy czym w przypadku stosowania soli heksametylenodwuaminy reakcję prowadzi się korzystnie w środowisku wodnym wobec akceptora protonów, np. wodorowęglanu metalu alkalicznego.

Reagenty miesza się w temperaturze pokojowej w ilościach zbliżonych do równoważnych, a następnie pozostawia do krystalizacji w niskiej temperaturze, zwłaszcza w temperaturze bliskiej

2

0°C. Wydzielony krystaliczny osad odsącza się, przemywa wodą i suszy. Otrzymany produkt jest odpowiednim niższym estrem alkilowym kwasu N,N' - heksametyleno - bis-(β -aminokrotonowego). Wydajność procesu jest wysoka, a otrzymany produkt, nawet bez dodatkowej krystalizacji, odznacza się dużą czystością.

Przykład. Do 50 ml wody dodano 26 g (0,02 mola) estru etylowego kwasu acetylooctowego i 11,6 g (0,1 mola) heksametylenodwuaminy. Mieszanie reakcyjną wytrząsano w ciągu 15 minut w temperaturze pokojowej, a następnie pozostawiono do krystalizacji w temperaturze 0°C. Wydzielone kryształy odsączono, przemyto wodą i wysuszono. Otrzymano 32,4 g estru dwuetylowego kwasu N,N'-heksametyleno-bis-(β -aminokrotonowego). Po krystalizacji z eteru naftowego produkt wykazywał temperaturę topnienia 66,5—67,5°C.

Analiza dla wzoru $C_{18}H_{32}O_4N_2$ (c. cz. 340,47):

Obliczono: 63,50% C, 9,47% H, 8,23% N;

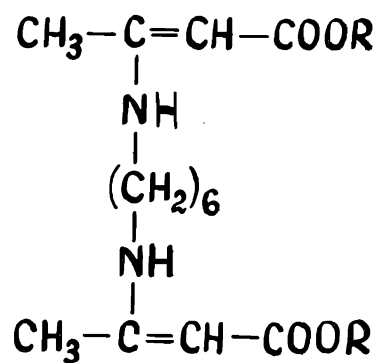
Otrzymano: 63,72% C, 9,57% H, 7,97% N.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania estrów kwasu N,N'-heksametyleno-bis-(β -aminokrotonowego) o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza niższy alkil, **znamienny tym**, że niższy ester alkilowy kwasu acetylooctowego kondensuje się z heksametylenodwuaminą lub z jej solami w

obecności rozpuszczalnika lub bez rozpuszczalnika przy czym w przypadku stosowania soli heksametylenodwuaminy reakcję prowadzi się korzyst-

nie w środowisku wodnym wobec akceptora protonów, takiego jak wodorowęglan metalu alkalicznego.



Wzór