

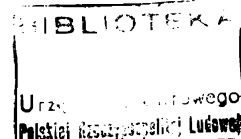
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48880



Kl. 12 0, 14

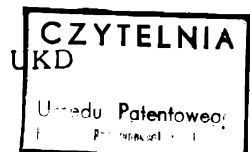
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03.V.1963 (P 101 473)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 c 104/62

Opublikowano: 19.XII.1964



Współtwórcy wynalazku: Włodzimierz Daniewski, Barbara Rybczyńska,
Tadeusz Zardecki

Właściciel patentu: Warszawska Fabryka Syntetyków Zapachowych,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania estru etylowego kwasu p-glikoizyloaminobenzoowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania estru etylowego kwasu p-glikoizyloaminobenzoowego, stosowanego w przemyśle kosmetycznym jako substancja promieniochronna.

Dotychczas ester etylowy kwasu p-glikoizyloaminobenzoowego do celów kosmetycznych wytwarza się przez kondensację glikozy z p-aminobenzo-
5 esanem etylu w roztworze alkoholu etylowego z niewielkim dodatkiem kwasu octowego. Ilości reagentów są równocząsteczkowe. Stosunek alkoholu do p-aminobenzo-
10 esanu etylu wynosi 8:1. Reakcję prowadzi się w temperaturze wrzenia w ciągu 3,5 godziny. Po zakończeniu reakcji masę reakcyjną zobojętnia się, oddestylowuje alkohol i uzyskany, zanieczyszczony produkt kilkakrotnie krystalizuje z alkoholu etylowego, ażeby nadawał się do
15 celów kosmetycznych.

Ten sposób prowadzenia procesu wymaga operowania dużymi ilościami rozpuszczalnika, to znaczy alkoholu etylowego i stwarza trudności technologiczne związane z oddestylowaniem rozpuszczalnika i koniecznością oczyszczania produktu przez krystalizację. W czasie oddestylowywania alkoholu następuje częściowe zesmolenie produktu co pogarsza jego jakość.

Stwierdzono, że niedogodności powyższych można uniknąć jeżeli proces kondensacji glikozy z p-aminobenzo-
20 esanem etylu prowadzi się nie przy rozpuszczeniu substratów w alkoholu etylowym, lecz stosując ich zawiesinę w niewielkiej ilości al-

2

koholu. Jednocześnie stwierdzono, że w tych warunkach nie zachodzi potrzeba zobojętniania środowiska reakcji po zakończeniu procesu kondensacji. Produkt krystalizuje po ochłodzeniu masy
5 reakcyjnej i od razu bez dodatkowej obróbki, nadaje się do stosowania do celów kosmetycznych.

Według wynalazku glikozę z p-aminobenzo-
10 esanem etylu ogrzewa się do wrzenia w środowisku alkoholu etylowego dodanego w ilości 3 części na 1 część p-aminobenzo-
15 esanu etylu. Mieszaninę reakcyjną zakwasza się kwasem octowym. Reakcję prowadzi się w ciągu 1,5 godziny, a następnie schładza i pozostawia do wykrystalizowania estru etylowego kwasu p-glikoizyloaminobenzoowego, który po przemyciu alkoholem etylowym i wysuszeniu nadaje się w pełni do stosowania w przemyśle kosmetycznym.

Sposób według wynalazku wyjaśnia następujący przykład.

Przykład. Mieszaninę składającą się z 46 g 98%-owej glikozy, 45 g 100%-owego p-aminobenzo-
25 esanu etylu, 0,25 g lodowatego kwasu octowego i 135 g alkoholu etylowego ogrzewa się w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną w ciągu 1,5 godziny. Następnie masę reakcyjną powoli ochładza się celem wykrystalizowania produktu. Po odsączeniu kryształów przemycia się je alkoholem etylowym i suszy. Otrzymuje się 80 g produktu
30 o temperaturze topnienia 177°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania estru etylowego kwasu p-glikozyloaminobenzoowego przez kondensację glikozy z p-aminobenzoesanem etylu w zakwaszo-
nym środowisku alkoholu etylowego, **znamienny**
tym, że glikozę z p-aminobenzoesanem etylu wpro-
wadza się do tak małej ilości alkoholu etylowego,

żeby nie nastąpiło rozpuszczenie substratów, a tyl-
ko utworzyła się ich zawiesina w tym alkoholu, po
czym mieszaninę reakcyjną zakwasza się, najko-
rzystniej kwasem octowym i poddaje kondensacji
przez ogrzewanie do wrzenia w ciągu 1,5 godziny,
a następnie chłodzi i pozostawia do wykrystalizo-
wania produktu reakcji, który oddziela się w zna-
ny sposób.

