

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

78 328

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 09.09.1972 (P. 157682)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 19.05.1975

Kl. 12o, 16

MKP-C07c 103/30

CZYTELNIKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Władysław Czuba, Piotr Kowalski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Krakowska, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania -/ i +/ N-2 /1-hydroksy/-butyloamidu kwasu 3,4,5-, trójmetoksybenzoowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania -/ i +/ N-2 /1-hydroksy/-butyloamidu kwasu 3,4,5-trójmetoksybenzoowego. -/ i +/ N-2 /1-hydroksy/-butyloamid kwasu 3,4,5-trójmetoksybenzoowego ma zastosowanie jako środek farmakologicznie czynny.

Związek będący przedmiotem wynalazku nie jest znany ani w literaturze krajowej jak i zagranicznej.

Wzór strukturalny związków chemicznych przedstawiony jest na rysunku.

Otrzymanie -/ i +/ N-2 /1-hydroksy/-butyloamidu kwasu 3,4,5-trójmetoksybenzoowego według wynalazku następuje wg przykładów.

Przykład I. W 20 ml alkoholu metylowego rozpuszcza się 5,0 g estru metylowego kwasu 3,4,5-trójmetoksybenzoowego i 3,0 g -/ lub +/ 2-aminobutanolu-1 zakładając jego 50% nadmiar w stosunku do ilości stechiometrycznej.

Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się na łaźni wodnej przez 27 godzin. Po odpędzeniu metanolu, suchą pozostałość wprowadza się do 70 ml benzenu i ogrzewa się do wrzenia przez 1 godzinę. Następnie całość studzi się, wydzielony osad sący i przemywa kilkakrotnie oziębionym benzenem. Wyszuszony produkt rozpuszcza się w 50 ml wrzącego metanolu, dodając węgla aktywnego i ogrzewa do wrzenia przez 30 min. Całość następnie sący się na gorąco, a do klarownego przesącza dodaje się 50 ml wody i ogrzewa na łaźni wodnej do całkowitego odpędzenia metanolu. Po oziębieniu z wodnego roztworu wypada biały osad amidu o temperaturze topnienia 178° – 179°C . Wydajność 4,1 g co stanowi 65% wydajność teoretycznej.

Przykład II. Do 5,0 g chlorku kwasu 3,4,5-trójmetoksybenzoowego w 35 ml benzenu wprowadza się 2,9 g -/ lub +/ 2-aminobutanolu-1 zakładając 50% nadmiar w stosunku do ilości stechiometrycznej.

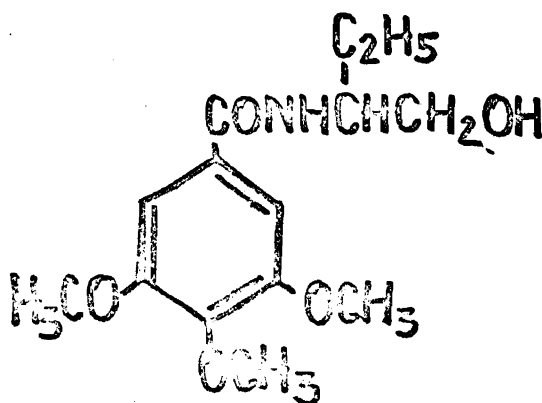
Całość ogrzewa się do wrzenia przez 2,5 godziny. Po zakończeniu reakcji odpędza się benzen, a suchą pozostałość wprowadza się do 50 ml wrzącego metanolu. Następnie dodaje się węgiel aktywny i ogrzewa do wrzenia przez 30 min. Całość sący się na gorąco, a do klarownego przesącza dodaje się 50 ml wody lekko alkalicznej ($\text{pH} = 8\text{--}9$) i ogrzewa na łaźni wodnej do całkowitego odpędzenia metanolu. Po ostudzeniu z wodnego roztworu wypada biały osad amidu o temperaturze topnienia 177° – 178°C . Wydajność 3,3 g, co stanowi 52% wydajności teoretycznej.

Przykład III. Do 5,0 g chlorku kwasu 3,4,5, -trójmetoksybenzoesowego w 40 ml benzenu wprowadza się 2,0 g /- lub /±/ 2-aminobutanolu-1 sodu.

Całość intensywnie miesza się przez około 1 godziny. Po odpędzeniu benzenu, suchą pozostałość wprowadza się do 50 ml wrzącego metanolu. Dalej postępujemy jak w przykładzie II. Produkt o masie 5,1 g, co stanowi 83% wydajności teoretycznej posiada temperaturę topnienia 179°–181 °C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania /- i /±/ N-2 /1-hydroksy/ butyloamidu kwasu 3,4,5, -trójmetoksybenzoesowego, znamienny tym, że ester metylowy lub chlorek kwasu 3,4,5, -trójmetoksybenzoesowy poddaje się reakcji w rozpuszczalniku z /- lub /±/ 2-aminobutanolem-1 lub w obecności alkoholu sodowego.



Wzór 1