

Opublikowano dnia 31 sierpnia 1960 r.

COAc 94/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43452

Kl. 12 o, 7/03

Akademia Medyczna (Zakład Farmakologii*)

Wrocław, Polska

Sposób wytwarzania dwubromowodorku 1,4 -dwuaminobutanonu-2

Patent trwa od dnia 10 kwietnia 1959 r.

Jak wiadomo, syntezę 4(5)imidazolilo- β -etyloaminy można przeprowadzić stosując dwuchlorowodorek 1,4-dwuaminobutanonu-2, który otrzymuje się przez hydrolizę 1,4-dwuftalimidobutanonu-2 za pomocą mieszaniny stężonego kwasu solnego i kwasu octowego lodowatego (M. M. Fraser i R. R. Raphael, Soc. Listy 47, 1239, 1953) lub przez hydrolizę w podobny sposób dwubenzozilo-1,4-dwuaminobutanonu-2 (I. K. Korobicyna, J. K. Jurew, N. S. Szwedowa, Żur. Obszcz. Chim. 26, 1660, 1956). We wszystkich przypadkach konieczne było stosowanie bardzo znacznego nadmiaru mieszaniny kwasów, przy czym proces przebiegał powoli (około 36 do 40 godzin).

Stwierdzono, że 1,4-dwuftalimidobutanon-2 ogrzewany do wrzenia ze stężonym wodnym roztworem bromowodoru w ciągu około 20 go-

dzin ulega hydrolizie, dając z dobrą wydajnością nie znany dotychczas dwubromowodorek 1,4-dwuaminobutanonu-2.

Prowadzenie hydrolizy przy użyciu kwasu bromowodorowego nie wymaga stosowania jako dodatkowego rozpuszczalnika lodowatego kwasu octowego, reakcja trwa o połowę krócej oraz można stosować znacznie większe stężenie reagentów. Czyni to proces bardziej ekonomiczny. Ponadto dwubromowodorek 1,4-dwuaminobutanonu-2, użyty do syntezy histaminy, ma tę wyższość nad stosowanym dotychczas dwuchlorowodorkiem 1,4-dwuaminobutanonu-2, że otrzymany z niego przejściowo bromowodorek 2-merkaptohistaminy daje się wyodrębnić z lepszą wydajnością i posiada większy stopień czystości.

Przykład. 20 g 1,4-dwuftalimidobutanonu-2 zadaje się 200 ml azeotropowego roztworu bromowodoru i ogrzewa pod chłodnicą zwrotną w ciągu 20 godzin. Po ochłodzeniu odsadza się wydzielony kwas ftalowy, przesącz odbarwia

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr inż. Tadeusz Jakóbiec.

węgłem aktywnym i zagęszcza w próżni prawie do sucha. Pozostałość zadaje się 100 ml alkoholu, ogrzewa, chłodzi i sączy. Wydzielony osad przemywa się na sączku alkoholem. Wydajność 13,5 g. Otrzymany produkt posiada następujące właściwości: bezbarwne kryształy, o temperaturze topnienia 230° — 231°C z rozkładem, bardzo dobrze rozpuszczalne w wodzie, nie rozpuszczalne w alkoholu ani w eterze.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwubromowodorku 1,4-dwuaminobutanonu-2, znamienny tym, że 1,4-dwuftalimidobutanon-2 hydrolizuje się stężonym roztworem bromowodoru.

Akademia Medyczna
(Zakład Farmakologii)