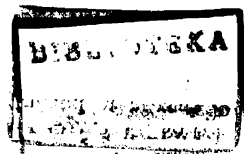


Opublikowano dnia 20 kwietnia 1954 r.

C07c 101/62



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35848

Kl. 12 q, 6/02

Tarchomińskie Zakłady Farmaceutyczne*)

(Tarchomin, Polska)

Sposób wytwarzania chlorowodorku estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 27 grudnia 1951 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania chlorowodorku estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego za pomocą przeestryfikowania z β -dwuetyloaminoetanolem estru etylowego kwasu *p*-nitrobenzoowego i następnie redukcji grupy nitrowej otrzymanego nitrozwiązku.

Wprawdzie sposób wytwarzania estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego za pomocą przeestryfikowania estru metylowego kwasu *p*-aminobenzoowego z β -dwuetyloaminoetanolem jest już znany (Beilstein IV, XIV, str. 421) lecz reakcja ta jest mało wydajna i trudna do przeprowadzenia, gdyż powoduje znaczne zesmalanie produktu reakcji.

Stwierdzono, że trudności powyższych można uniknąć i otrzymać produkt z dobrą wydajnością, skoro zamiast niższego estru kwasu *p*-ami-

nobenzoowego poddać przeestryfikowaniu z β -dwuetyloaminoetanolem niższy ester kwasu *p*-nitrobenzoowego i w otrzymanym estrze tego kwasu zredukować jego grupę nitrową na grupę aminową, przy czym przeestryfikowanie należy prowadzić pod zmienną próżnią.

Sposób powyżej opisany różni się również od znanego sposobu wytwarzania estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego za pomocą ogrzewania chlorku kwasu *p*-nitrobenzoowego z β -dwuetyloaminoetanolem i redukcji otrzymanego nitrozwiązku. W sposobie według wynalazku pomija się bowiem chlorowanie kwasu *p*-nitrobenzoowego kosztownym pięciochlorkiem fosforu, co pozwala na znaczne obniżenie kosztów produkcji i uproszczenie aparatury.

Przykład. 10 kg estru etylowego kwasu *p*-nitrobenzoowego rozpuszcza się w 18,5 kg β -dwuetyloaminoetanolu i ogrzewa w ciągu 25 godzin w temperaturze 60 — 70° C pod próżnią, po czym oddestylowuje się również pod próżnią

Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. Zbigniew Lassota.

nadmiar dwuetyloaminoetanolu. Pozostałość traktuje się rozcieńczonym kwasem solnym i otrzymany chlorowodorek estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-nitrobenzoesowego odsącza od osadu, stanowiącego nieprzereagowany ester etylowy kwasu *p*-nitrobenzoesowego w ilości 1,5 kg. Przesącz zadaje się wodnym 20%-wym roztworem amoniaku, wskutek czego wydziela się wolna zasada w postaci oleju, którą ponownie przeprowadza się w chlorowodorek, zadając ją rozcieńczonym kwasem solnym, po czym chlorowodorek redukuje się żelazem w obecności kwasu octowego. Otrzymany chlorowodorek estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego przeprowadza się w wolną zasadę przez dodanie wodnego 20%-ego roztworu amoniaku. Zasadę oddziela się i przeprowadza w znany sposób w chlorowodorek. Ilość otrzymanego estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego wynosi 8,9 kg. Wydaj-

ność wynosi więc około 85%, licząc w stosunku do zużytego estru etylowego kwasu *p*-nitrobenzoesowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania chlorowodorku estru β -dwuetyloaminoetanolowego kwasu *p*-aminobenzoowego za pomocą przeestryfikowywania, znamienny tym, że mieszaninę niższego estru kwasu *p*-nitrobenzoesowego ogrzewa się pod próżnią z β -dwuetyloaminoetanolem i otrzymany ester β -dwuetyloaminoetanolowy kwasu *p*-nitrobenzoesowego oczyszcza, po czym redukuje się grupę nitrową i otrzymany ester β -dwuetyloaminoetanolowy kwasu *p*-aminobenzoowego przeprowadza się w chlorowodorek.

Tarchomińskie Zakłady
Farmaceutyczne

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych