

URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55 438

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 11.XI.1965 (P 111 575)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 17.IV.1968



Kl. 12 o, 21

MKP ~~C 07 f~~

C07C, 101/28

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Wrotek, Zofia Łukasiewicz, Stefan Sabiniewicz

Właściciel patentu: Instytut Farmaceutyczny, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania estrów kwasów N-hydroksypropylo-
-β-aminokrotonowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania estrów kwasów N-hydroksypropylo-β-aminokrotonowych o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza rodnik alkilowy lub aryloalkilowy.

Przedstawione przy azocie estry kwasu β-aminokrotonowego z uwagi na swą reaktywność są cennymi produktami wyjściowymi, stosowanymi szeroko w syntezie organicznej. Związki te służą między innymi do otrzymywania pochodnych indolu, z których wiele wykazuje działanie fizjologiczne i posiada szerokie zastosowanie praktyczne np. środki lecznicze o działaniu przeciwzapalnym, analogi serotoniny, stymulatory wzrostu roślin itd.

Estry kwasów N-hydroksypropylo-β-aminokrotonowych o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku nie są znane.

Stwierdzono, że związki te można otrzymać w prosty sposób i z wysoką wydajnością przez kondensację estrów kwasu acetylooctowego z propanoaminami.

Według wynalazku do estru acetylooctowego dodaje się w temperaturze pokojowej propanoaminy. Reakcję prowadzi się w rozpuszczalnikach organicznych, np. w eterze naftowym, w wodzie lub bez rozpuszczalnika. Mieszaninę reakcyjną dokładnie miesza się, a następnie pozostawia na kilka godzin w temperaturze pokojowej lub bliższej 0°.

2

Ester kwasu N-hydroksypropylo-β-aminokrotonowego wydziela się w postaci krystalicznej lub oleju. Otrzymany produkt oczyszcza się przez krystalizację lub destylację pod zmniejszonym ciśnieniem.

Przykład I. Do zawiesiny 6,5 g (0,05 mola) estru etylowego kwasu acetylooctowego w 25 ml eteru naftowego dodano 3,8 g (0,05 mola) 1-aminopropanolu-2, dokładnie wymieszano i pozostawiono w temperaturze 0° do krystalizacji. Wydzielony krystaliczny osad odsączono, przemyto eterem naftowym i wysuszono. Otrzymano 7,7 g estru etylowego kwasu N-(2-hydroksypropylo)-β-aminokrotonowego. Po krystalizacji z eteru naftowego temperatura topnienia wynosiła 62–63,5°.

Analiza:

Dla wzoru $C_9H_{17}O_3N$ —

Obliczono: 57,7% C, 9,15% H, 7,48% N;
otrzymano: 58,16% C, 9,34% H, 7,48% N.

Przykład II. Zmieszano 6,5 g (0,05 mola) estru etylowego kwasu acetylooctowego z 3,8 g (0,05 mola) 3-aminopropanolu-1. Mieszaninę reakcyjną pozostawiono na kilka godzin w temperaturze pokojowej, po czym oddestylowano wodę reakcyjną pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymany surowy produkt przedestylowano pod

zmniejszonym ciśnieniem i otrzymano 7,1 g czystego estru etylowego kwasu N-(3-hydroksypropylo)- β -aminokrotonowego. Temperatura wrzenia 140,5—141,5°/1,5 mm Hg; $n_{\frac{18}{D}}$ 1,5185,

Analiza:

Dla wzoru $C_9H_{17}O_3N$ —

Obliczono: 57,73% C, 9,15% H, 7,48% N;

otrzymano: 57,30% C, 9,71% H, 7,28% N.

W podobny sposób można otrzymać inne estry kwasów N-hydroksypropylo- β -aminokrotonowych.

Zastrzeżenie patentowe

5

Sposób otrzymywania estrów kwasów N-hydroksypropylo- β -aminokrotonowych o wzorze ogólnym przedstawionym na rysunku, w którym R oznacza rodnik alkilowy lub aryloalkilowy, **znamienny tym**, że propanoloaminy kondensuje się z estrami kwasu acetylooctowego.

10

