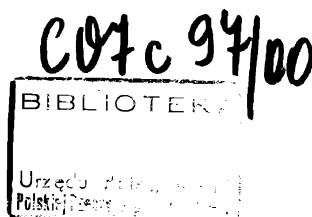


URZĄD PATENTOWY



RZECZYSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 9163.

Kl. 12 o 10.

Helmut Legerlotz
(Berlin, Niemcy).

Sposób sporządzania jednooksy- ω -aminoacetofenonów alkylowanych i arylowanych w grupach, zawierających azot.

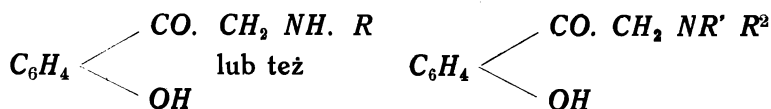
Zgłoszono 11 sierpnia 1927 r.

Udzielono 10 lipca 1928 r.

Pierwszeństwo: 12 sierpnia 1926 r. (Austria).

Nieznane są dotychczas pochodne α -aminoacetofenonów alkylowanych i arylowanych w grupie aminowej lub posiadają-

cych grupę wodorotlenową w pierścieniu benzenowym, czyli związków, którym odpowiada schemat:

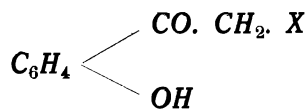


gdzie R , R' , R^2 oznaczają alkyle lub aryle.

Wiadomem jest, iż wymienione związki z trudnością mogą być otrzymywane prostymi metodami, ponieważ w roztworze alkalicznym przechodzą natychmiast w pochodne dwuhydropyrazyny, przy dostępie zaś powietrza w pochodne pyrazyny.

Nadspodziewanie jednak okazało się, że materje te, służące jako materiały pośrednie do sporządzania ważnych produk-

tów farmaceutycznych, mogą być z łatwością otrzymane przy zadośćuczynieniu pewnym warunkom przez wymianę z aminem związków chlorowcowych, typu



gdzie X oznacza chlorowiec.

Następnie spostrzeżono, że zastąpienie wodoru grupy wodorotlenowej w przytoczonym związku przez alkyle lub acyle ma duży wpływ na tworzenie się aminy. Jest jeszcze bardziej zdumiewajacem, iż ten wpływ zachowany zostaje również w wypadkach, gdy podczas reakcji ma miejsce oderwanie się podstawników.

Przykład I. 19 g *p*-oksybromocetofenu rozpuszcza się w 25 cm³ alkoholu i roztwór ten, po należytem ochłodzeniu, wprowadza się małemi porcjami do 40 cm³ roztworu wodnego 40% metyloaminy. Po przestaniu 24 godzin w zwykłej temperaturze i po odparowaniu nadmiaru aminy, wydzielony w postaci kryształów związek aminy przepłókuje się alkoholem. Po jedno lub dwurazowej krystalizacji otrzymuje się z alkoholu zasadę w postaci bezbarwnych błyszczących płatków o temperaturze topliwości 147 do 148°. Zasada ta może być również otrzymana z roztworu wodnego jej soli chlorowodorkowej przez traktowanie amonjakiem. Podobnie i chlorowodorek wykryształizowany z alkoholu tworzy kryształy o temperaturze topliwości 239 — 240°. Analiza wykazała: 53,37% C; 6,12% H (liczone dla C₉H₁₂O₂ NCl: 53,57%; 6,00% H).

Przykład II. 6,4 g *p*-benzoylooksy - ω bromacetofenonu wstrząsa się w ciągu kilku godzin z 250 cm³ eteru i 5 g diaetyloa-

miną. Otrzymana zasada wyciąga się z roztworu eteru, po oddzieleniu wydzielonego bromowodorku dwuetylowego wodą zawierającą kwas solny. Wodny ten roztwór gotuje się następnie w ciągu godziny pod zwrotną chłodnicą, otrzymany zaś kwas benzoesowy usuwa się zapomocą eteru i roztwór kwaśny przesyca się amonjakiem, a uwolnioną zasadę wyciąga eterem. Pozostałość roztworu eteru zobojętnia się kwasem solnym; następnie zasada wysusza się, pozostała zaś masa krystaliczna — wykryształizowuje się z alkoholu, tworząc kryształy chlorowodorku *p*-oksy-*N*-diaetyloaminoacetofenonu o temperaturze topliwości 194°.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób sporządzania monoksy-ω-aminoacetofenonów jedno - lub dwualkylowanych i arylowanych przy grupie aminowej, znamienny tem, że chlorowcowany oksyacetofenon lub też w wodorze wodorotlenkowym alkylowane lub acylowane pochodne z niego, poddają się reakcji z pierwszo — lub drugorzędową aminą.

Helmut Legerlotz.

Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.