

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

53907

Patent dodatkowy
do patentu nr 48 498

Zgłoszono: 17. VII. 1965 (P 110 077)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25. IX. 1967

Kl. 12 p, 1/01

MKP C 07 d **29/80**

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr Jerzy Gniłka, mgr Czesław Kostrzębski,
mgr Jerzy Pacholczyk, mgr Aleksandra Ciosek

Właściciel patentu: Łódzkie Zakłady Farmaceutyczne „Polfarm” Przedsiębiorstwo Państwowe, Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania bezwodnego imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego w postaci krystalicznej

1

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania bezwodnego imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego w postaci krystalicznej o sumarycznym wzorze: $C_{13}H_{15}O_2N$.

W opisie patentowym nr 48 498 podany jest sposób otrzymywania imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego, który stanowi jednorodną odmianę imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego o temperaturze topnienia $68,5-70,5^\circ$, o sumarycznym wzorze:

$C_{13}H_{15}O_2N \cdot H_2O$, przez kondensację estrów alkoholi II- i III-rzędowych kwasu beta-halogenopropionowego z fenyletyloacetonitrylem, hydrolizę utworzonego cyanoestru i cyklizację otrzymanego nitrilu. Uzyskany surowy imid kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego oczyszcza się przez dwukrotną krystalizację z rozcieńczonego etanolu.

Znany jest sposób otrzymywania bezwodnego imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego w formie bezpostaciowej na drodze krystalizacji uprzednio oczyszczonego surowego produktu z mieszaniny octanu etylu i eteru naftowego.

Według wynalazku związek ten w postaci krystalicznej otrzymuje się przez podwójną krystalizację surowego imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego, otrzymanego sposobem według patentu nr 48 498, z alifatycznych alkoholi pierwszo- i drugorzędowych o zawartości 1—5 atomów węgla w cząsteczce. Pierwszą krystalizację surowego produktu prowadzi się w wodnych roztworach tych

2

alkoholi o stężeniu do 70 procent odpowiedniego alkoholu, a drugą krystalizację — o stężeniu alkoholu 80—100 procent, przy czym przy pierwszej krystalizacji surowy produkt wprowadza się do rozpuszczalnika w stosunku wagowym 1 : 3, a przy drugiej krystalizacji stosunek wagowy imidu do rozpuszczalnika wynosi 1 : 1. Uzyskany na tej drodze bezwodny imid kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego w postaci krystalicznej o temperaturze topnienia $86-88^\circ$ stanowi substancję o wysokiej czystości.

Następujący przykład wyjaśnia bliżej wynalazek, nie ograniczając jego zakresu.

Przykład. 140 g surowego imidu kwasu 2-fenyl-2-etylo-glutarowego o zawartości około 30 procent wody, otrzymanego sposobem według patentu nr 48 498, zadaje się 300 g 60-procentowego etanolu i ogrzewa do rozpuszczenia się osadu, a następnie dodaje 1 g węgla aktywnego i roztwór ogrzewa pod chłodnicą zwrotną w ciągu około 0,5 godziny. Po tym czasie roztwór przesącza się, a przesącz odstawia do krystalizacji. Otrzymany krystaliczny produkt w ilości około 84 g wprowadza się do 84 g 96-procentowego etanolu i ogrzewa do rozpuszczenia osadu, powstały roztwór przesącza i przesącz odstawia do krystalizacji. Krystaliczny produkt odsącza się i suszy w temperaturze do 30° w próżniowej suszarce. Uzyskuje się 70 g czystego, bezwodnego i krystalicznego produktu o temperaturze topnienia $86-88^\circ$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania bezwodnego imidu kwasu 2-fenylo-2-etylo-glutarowego w postaci krystalicznej z surowego imidu kwasu 2-fenylo-2-etylo-glutarowego, otrzymywanego przez kondensację estrów alkoholi II- i III-rzędowych i kwasu beta-halogenopropionowego z feniloetyloacetonitrylem, hydrolizę utworzonego cyjanoestru i cyklizację otrzymanego nitrylu, według patentu nr 48 498, **znamienny tym**, że surowy imid kwasu 2-fenylo-2-etylo-glutarowego poddaje się dwukrotnej krystalizacji z wodnych roztworów

pierwszo- lub drugorzędowych alifatycznych alkoholi, zawierających 1—5 atomów węgla w cząsteczce, takich jak metanol, etanol, propanol albo ich mieszanin, przy czym pierwszą krystalizację prowadzi się z wodnego roztworu odpowiedniego alkoholu o stężeniu do 70 procent, a drugą krystalizację — z tego samego alkoholu o stężeniu 80—100 procent.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że surowy produkt przy pierwszej krystalizacji wprowadza się do rozpuszczalnika w stosunku wagowym 1 : 3, a przy drugiej krystalizacji — w stosunku 1 : 1.