



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

223411
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 211/36
C 07 D 211/14

(22) Prihlášené 03 06 81
(21) (PV 4097-81)

(40) Zverejnené 30 11 82

(45) Vydané 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

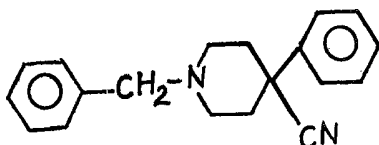
ZLATINSKÝ EMIL ing., BARÁNEK BOHUSLAV ing., KREJČÍ FRANTIŠEK
RNDr., HLOHOVEC

(54) Spôsob prípravy nitrilu kyseliny N-benzyl-4-fenylpiperidín-4-
-karboxylovej

1

2

Vynález sa týka spôsobu prípravy zlúče-
niny vzorca I,

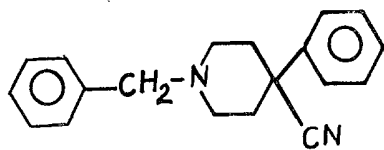


(I)

ktorá sa používa pri výrobe hydrochloridu
etylésteru kyseliny 1-metyl-4-fenylpiperidín-
-4-karboxylovej.

Podstatou vynálezu je kondenzácia di-
chlórdietylbenzylamínu a benzykyanidu pô-
sobením vodného roztoku hydroxidu pri ka-
talýze, kvartérnymi amóniovými soľami.
Týmto spôsobom sa nahrádza predtým po-
užívané kondenzačné činidlo — amid sod-
ný, ktorý má oproti novému spôsobu rad
nevýhod.

Vynález sa týka spôsobu prípravy zlúčeniny vzorca I,



(I)

ktorá sa používa ako medziprodukt pri výrobe hydrochloridu etylesteru kyseliny 1-metyl-4-fenyl-piperidín-4-karboxylovej.

Doteraz sa táto zlúčenina pripravovala kondenzáciou dichlórdietylbenzylamínu a benzylkyanidu v bezvodom toluéne pomocou amidu sodného (Eisleb, O. Ber. 74, 1433, 1941).

Používaný výrobný spôsob má nevýhodu v ťažkej dostupnosti kondenzačného činidla — amidu sodného. Činidlo má ešte ďalšie nevýhody — skladovaním sa rozkladá, manipulácia s ním je pomerne nebezpečná a pritom výťažky kondenzácie sú pomerne nízke (do 50 %).

Uvedené nedostatky odstraňuje tento vynález. Podstatou vynálezu je reakcia dichlórdietylbenzylamínu s benzylkyanidom pôsobením vodného roztoku hydroxidu sodného pri katalýze kvartérnymi amonióvymi soľami.

Postup podľa vynálezu sa uskutočňuje tak, že sa k dichlórdietylbenzylamínu pridá benzylkyanid a kvartérna amonióvá soľ. K tejto zmesi sa potom pridá vodný roztok hydroxidu sodného. Po doreagovaní sa zmes ochladí, vzniklý produkt sa extrahuje do toluénu, z neho sa potom vyzráža hydrochlorid nitrilu N-benzyl-4-fenylpiperidín-4-karboxylovej kyseliny pomocou etanolického roztoku chlorovodíka.

Výhodou tohto postupu je lepšia dostupnosť kondenzačného činidla (hydroxidu sodného) i katalyzátora, zvýšenie bezpečnosti a hygieny práce, pričom sa výťažky reakcie zvyšujú oproti dosiahnutému postupu o 10 až 20 %.

Ďalej je vynález popísaný v príkladoch bez toho, aby sa na ne obmedzoval:

Príklad 1

K 232,0 g (1 mol) dichlórdietylbenzylamínu sa pridá 117,0 g (1 mol) benzylkyanidu a 22,7 g (0,1 mol) trietylbenzylamónium chloridu a postupne sa za miešania pridá 300,0 ml 50-% vodného roztoku hydroxidu sodného, pričom sa teplota udržiava na 65 až 70 °C. Pri tejto teplote sa reakčná zmes mieša 6 hodín. Vzniklá báza sa extrahuje do toluénu a z tohto roztoku sa vyzráža hydrochlorid nitrilu kyseliny N-benzyl-4-fenylpiperidín-4-karboxylovej etanolickým roztokom chlorovodíka.

Výťažok reakcie je 223,0 g; t. j. 70,4 % teórie.

Príklad 2

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa pre reakciu použije 2,3 g (0,01 mol) trietylbenzylamónium chloridu.

Výťažok reakcie je 188,0 g; t. j. 60 % teórie.

Príklad 3

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije ku katalýze 19,2 g (0,05 mol) benzyldimetyllaurylamóniumbromidu.

Výťažok reakcie je 159,8 g; t. j. 51 % teórie.

Príklad 4

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že reakcia prebieha pri teplote 90 °C.

Výťažok reakcie je 178,6 g; t. j. 57 % teórie.

Príklad 5

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že reakcia sa nechá prebiehať 10 hodín.

Výťažok reakcie je 181,7 g; t. j. 58 % teórie.

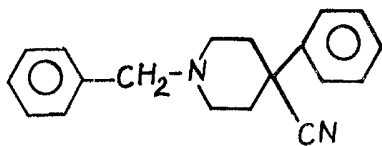
Príklad 6

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že sa použije 54,8 g (0,5 mol) tetrametyl-amóniumchloridu.

Výťažok reakcie je 182,0 g; t. j. 58 % teórie.

P R E D M E T V Y N Ā L E Z U

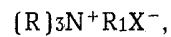
Spôsob prípravy nitrilu kyseliny N-benzyl-
-4-fenylpiperidín-4-karboxylovej vzorca I



(I)

reakciou dichlórdietylbenzylamínu s benzyl-

kyanidom, vyznačený tým, že sa ako kon-
denzačné činidlo použije vodný roztok hyd-
roxidu sodného za katalýzy kvartérnymi
amóniovými soľami obecného vzorca



kde R je metyl-, etyl, propyl, R₁ je metyl-,
etyl, propyl, benzyl, lauryl a etoxykarbonyl-
pentadecyl a X⁻ je chloridový, bromidový
alebo hydroxylový anion, pričom na 1 ml
dichlórdietylbenzylamínu sa použije 0,001
mol až 1,0 mol katalyzátora a reakcia pre-
bieha pri teplote 20 až 115 °C 2 až 10 hodín.